

SHS İşlemi Sonrası Sinterleme İşleminin İntermetalik Kaplamaya Etkisinin İncelenmesi

Musa KILIÇ^{1*}, Mustafa BEKEN², Niyazi ÖZDEMİR³

¹ Batman Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Mühendisliği bölümü, Batman, Türkiye

²Fırat Üniversitesi, Elazığ OSB Maden Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, Elazığ, Türkiye

³Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Elazığ, Türkiye

*¹ musa.kilic@batman.edu.tr, ²mbeken@firat.edu.tr, ³nozdemir@firat.edu.tr

(Geliş/Received: 20/09/2018;

Kabul/Accepted: 15/12/2018)

Özet: Yanma yöntemi kullanılarak Ferritik paslanmaz çelik yüzeyi üzerine Ni₃Al intermetalik bileşiği kaplanmıştır. Bu kaplama yönteminde kullanılan presleme basıncı(150, 200, 250, 300Mpa) ve yanma işlemi akabinde gerçekleştirilen sinterleme sıcaklığının(1100°C) kaplama tabakasına etkisi incelenmiştir. Kaplama tabakasının karakterizasyon işlemleri optik mikroskop, SEM, XRD ve EDX analizleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analizler sonucunda kaplama tabakası ile alt tabaka arasında gerçekleşen difüzyon ile bağlanmanın iyi olduğu gözlenmiştir. EDS analizleri sonucunda α Fe,Cr, Ni, Ni₃Al, γ Fe ve XRD sonuçlarında ise Ni₃Al ve Ni ile birlikte Ni₃Al₄, NiAl, Ni₃Cr₂, Ni₂Al₃ fazları meydana gelmiştir. Yapılan mikrosertlik analizlerinde ise kaplama tabakasının gözenekli yapısı nedeniyle alt tabakaya göre daha düşük sonuçlar elde edilmiştir. Sonuç olarak 1100 °C'lik sinterleme sıcaklığında metallar arası fazların tamamen çözüldüğü tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: SHS, Ni₃Al, Kaplama, İntermetalik, Paslanmaz çelik.

Investigation Of The Effect Of Sintering Process After Shs Processing On Intermetallic Coating

Abstract: Ni₃Al intermetallic compound was coated on the ferritic stainless steel surface using the combustion method. Effects of the compacting pressure (150, 200, 250 and 300 MPa) and the sintering temperature (1100 °C) on the coated layer were investigated. Characterization of the coating layer was performed using optical microscope, SEM, XRD and EDX analyzes. As a result of the analysis, it was observed that the bonding quality between the coating layer and the base metal was good due to the diffusion. As a result of EDS analysis α Fe, Cr, Ni, Ni₃Al, analiz Fe and in the XRD results, Ni₃Al₄, NiAl, Ni₃Cr₂, Ni₂Al₃ phases were formed with Ni₃Al and Ni. In the microhardness analysis, due to the porous structure of the coating layer, the results were lower than the base metal. However, it has been determined that the sintering temperature of 1100 °C is better for complete dissolution of semi-stable intermetallic phases.

Key words: SHS, Ni₃Al, Coating, Intermetallic, Stainless steel

1. Giriş

Paslanmaz çelikler farklı ortamlardaki iyi performansları ve mükemmel mekanik özelliklerinden dolayı geniş uygulama alanına sahiptir[1-2]. Bununla birlikte ağır aşınma şartları altında kullanılan bu malzemelerin uzun süreli dayanıklılığını sağlamak için aşınma davranışları, oksidasyon dirençleri iyileştirilmiş daha düşük maliyetlere ve çevresel olarak uygun süreçlere sahip yeni malzemelerin geliştirilmesi gerekir. Bu özellikleri geliştirmek için yüzey mühendisliği ve kaplama teknikleri kullanılabilir. Koruyucu kaplamalar faydalı sistemlerin yüzeylerini erozyon ve oksidasyondan korumak için çelik alaşımlar yüzeyinde gerçekleştirilir. Bununla birlikte metalik malzemelerin mekanik özelliklerini ve yüksek sıcaklıkta oksidasyon dirençlerini arttırmak için intermetalik bir kaplama tabakası oluşturularak korunması uygun bir yöntemdir[3-8]. İntermetalik bileşikler yüksek sıcaklıkta oksidasyon dirençleri, mükemmel termal gerilmeleri, düşük yoğunlukları, yüksek sıcaklıklardaki mukavemetleri manyetik ve hidrojen depolama gibi birçok alanda yeni ilave olanaklar sunmaktadır[9-11].

İntermetalik NiAl ve Ni₃Al yüksek erime noktaları, düşük yoğunlukları, yüksek mukavemetleri, oksidasyon ve korozyon dirençlerinden dolayı alt tabaka malzemesi olarak kaplama uygulamaları için büyük bir bilimsel ilgi odağı olmuştur. Bununla birlikte Ni₃Al intermetalik alaşımlar ve kaplamalar; yüksek erime aralığı, ilginç

* Sorumlu yazar: musa.kilic@batman.edu.tr. Yazarların ORCID Numarası: ¹ 0000-0001-5808-6917, ² 0000-0001-8164-0242, ³ 0000-0001-8796-0060.

mekanik özellikleri, üstün oksidasyon özellikleri ve yüksek sıcaklıklarda mükemmel fiziksel özelliklere sahiptir[12-18].

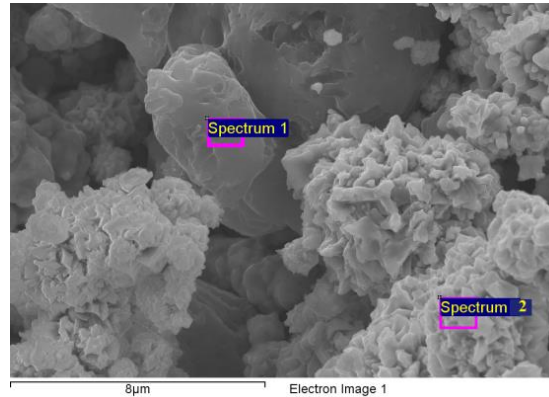
Birçok intermetalik kaplama geniş bir uygulama yelpazesi ve farklı teknolojik ihtiyaçlar için üretilmiştir. Yüksek sıcaklık kaplamaların birincil kullanıcılarından biri ticari ve askeri uçaklar, endüstriyel enerji üretimi ve denizcilik uygulamaları ve gaz türbini endüstrisi ve nükleer reaktörleri, uçakların gövde kaplamaları, yakıt enjektörleri, vida bileşenleri, roket motoru nozulu bileşenleri vb. Buna ek olarak, Ni₃Al'a bağlı olarak sayısız alaşımlar çelik üretim için fırın ruloları, brülör tüpler, dövme kalıplar ve kimya endüstrisi için korozyona dayanıklı parçalar, geliştirilmiştir[19-22]. Metalik malzemelerin çalışma şartlarındaki koşullarını iyileştirerek, ömrünü uzatmak için farklı kaplama yöntemleri kullanılmaktadır.

Fiziksel buhar biriktirme(PVD), Kimyasal buhar biriktirme(CVD), plazma püskürtme(ps), elektrokimyasal biriktirme, soljel, elektro kaplama(gazlıvanizleme), yanma sentezlenmesi olarak sıralanabilir [23-25]. Dayanaklı kaplamalar için ön koşul alt tabaka ile güçlü ve dirençli bir bağ elde etmektir. Birçok durumda, alt-tabaka ve kaplama malzemesi arasında iyi bir bağ ile bağlanmasını teşvik etmek için ek arayüz tabakasının mevcudiyetini gerektirir [26]. Bu bağlamda, toz metalürjisi işleme ve özellikle de mikrodalga destekli Kendiliğinden Yayılan Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS), titanyum üzerinde Ni-alüminid koruyucu kaplamalar oluşturmak için ilginç bir yol olduğunu kanıtlamıştır [27]. Reaktif kompaktın bir ucunda ısıtılmış tungsten bobin kullanılarak başlatılan işlemden reaksiyon tutuştuktan sonra reaktantları ekzotermik bir reaksiyon ile ürünlere dönüştürür[28-29]. SHS yönteminin toz metalürjisine kıyasla avantajlarını şöyle sıralayabiliriz; sistemi kurmak daha basittir ve daha uygun maliyet, hızlı ekzotermik reaksiyon sayesinde üretim yapıldığından daha zaman ihtiyaç duyulur. Bununla birlikte numune tutuşturulduktan sonra oluşan yanma dalgası sayesinde numune boyunca ilerlerken uçucu kirlilikleri dışarı atar [30-31]. Yüksek sıcaklık sentezlenmesi intermetalikler, sermetler, seramikler üretmek için gelişmiş bir teknolojidir. Ayrıca araştırmacılar şu anda SHS ile metal yüzeylerinde, seramik, sermet ve intermetalik kaplamalar elde etmek için veya iki metalik alt tabaka arasında ara tabakada bir birleşme ve eş zamanlı üretim için geliştirilmiştir [32-33].

Bu yayında farklı presleme basınçlarının ve SHS işlemi sonrası numunelere uygulanan sinterleme sıcaklığının kaplama tabakasına etkileri incelenmiştir. Kaplama sonrası kaplama tabakasının mikroyapı özelliklerini ve elementer analizleri optik mikroskop, SEM, EDS, XRD ile belirlendi. Ayrıca kaplama tabakalarının mikrosertlik analizleri EMCO-TEST marka mikrosertlik cihazında ile gerçekleştirildi.

2. Materyal ve Yöntem

Altlık olarak kullanılmış olan ferritik paslanmaz çelik (% C-0.12/ Mn-1.00/Si- 1.00/P- 0.040/S 0.030 ve Cr-18) ve % 99,9 saflık ve -325 mesh toz boyutuna sahip küresel forma yakın (Şekil 1 ve Tablo 1) Ni ve Al elementel tozları ağırlıkça Ni₃Al alaşımı olacak şekilde %87 Ni ve % 13 Al tartılmıştır.



Şekil 1. Karıştırılmış tozun morfolojisi.

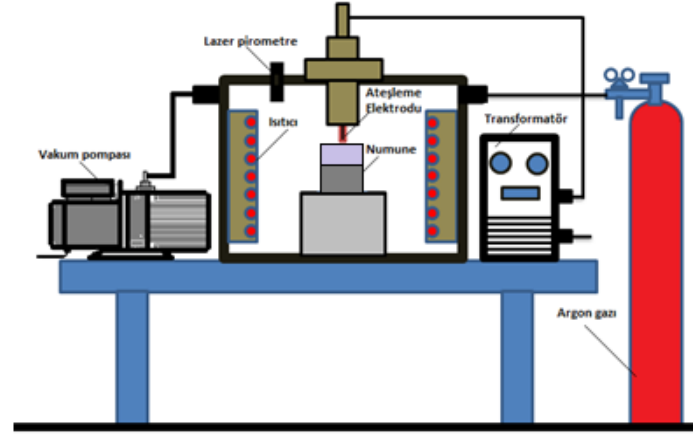
Tablo 1. Karıştırılmış tozun EDS analizi

Spectrum	Element	Weight%	Atomic%
1	Al K	100.00	100.00
2	Ni K	100.00	100.00
Total		100	

Tartma işlemi sonrası homojen bir toz karışım elde etmek amacıyla tozlar 16 devir/dk dönen bir bilyalı bir kap içerisinde 24 saat süreyle karıştırma işlemine tabii tutulmuştur. Karıştırma işlemi sonrası tozlar soğuk pres altında bir kalıp içerisinde 150, 200, 250 ve 300 MPa'lık basınçlar altında soğuk olarak preslenmiştir. Kaplama işleminde kullanılan parametreler ve deney koşulları Tablo 2'de verilmiştir. Alt tabaka olarak kullanılacak olan paslanmaz çelik yüzeyi ise preslenmiş toz ile arasında iyi bir yapışma sağlanması için parlatma işlemlerine tabii tutulmuştur. Kaplama ve alt tabaka çelik malzeme arasında bağlanmanın iyi olabilmesi için ayrıca araya ince bir Ni toz tabakası serilmiştir.

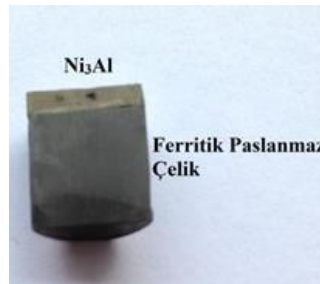
Tablo 2. Deneylere Ait Parametreler ve Deney Koşulları

Seri	Presleme Basıncı(MPa)	Sinterleme Sıc.(°C)	Sinterleme Yüğü(N)	Sinterleme Süresi (dak.)
1	150	1100	40	45
2	200	1100	40	45
3	250	1100	40	45
4	300	1100	40	45



Şekil 2. Ni₃Al kaplama üretiminde kullanılan SHS reaksiyonunun şematik gösterimi.

Altlık malzemesine kaplanacak olan Ni₃Al toz kompaktları 40 N'luk yük altında argon atmosferli bir difüzyon cihazında (Şekil 2) ön ısıtma uygulanarak ateşleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Yanma işlemi gerçekleştikten sonra ekzotermik reaksiyon etkisiyle yanma dalgası hızla ilerleyerek Ni₃Al tabakasını oluşturmuştur. Yanma işlemi sonrası numuneler, pozisyonları değiştirilmeksizin 1100 °C sıcaklıklarda 45 dakika süreyle sinterleme işlemine tabii tutulduktan sonra kaplama işlemi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Metalografik incelemeler için numuneler hassas kesme makinesinde boyuna kesit alınarak kesilmiştir (Şekil 3). Kesilen numunelerin ara yüzeyleri 120, 400, 800, 1000 ve 1200 SiC parçacıklı zımparalar yardımıyla kaba parlatması yapılmış, daha sonra elmas pasta solüsyonu kullanılarak çuhada hassas patlatılma işlemine tabii tutulmuştur.



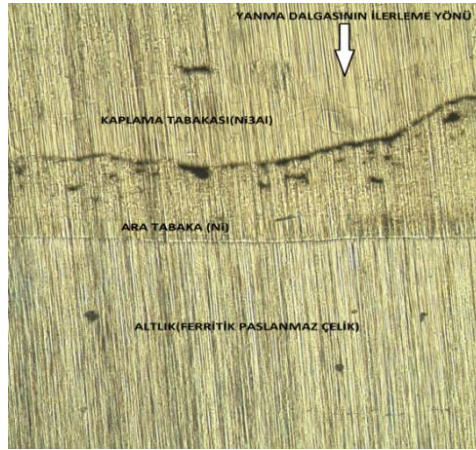
Şekil 3. Kaplanan numunenin makro resmi[34].

Parlatma işlemi gerçekleşen numuneler daha sonra mikroyapı analizleri kaplama bölgesi, 50 ml HCl, 50 ml H₂O ve 10 gram CuSO₄ çözeltisinde 30 dakika süreyle dağlanırken alt tabaka ise 4 gram CuSO₄, 20 cm³HCl ve 20 cm³ H₂O ile dağlanmıştır [35-36]. Dağlanan numunelerin optik yüzey fotoğrafları Nikon Marka optik mikroskop ile çekilmiştir. Numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemelerinde LEO marka EVO 40 VP model cihaz kullanılmıştır. Ayrıca, birleşme bölgesinde oluşan fazların kimyasal içerikleri elektron mikroskobunun bünyesinde bulunan BRUKER 125 eV marka EDS analiz test cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Kaplama, ara tabaka ve alt tabaka'da oluşan faz bileşimleri, CuK α radyasyonu ve numune yatay konumda olacak şekilde (2θ açıları: 10 ila 120 °C), Rigako Rad-B D-Max 2000 XRD kullanılarak bir XRAY kırınımı (XRD) analizi ile belirlenmiştir. Kaplamaların mikrosertliği ise EMCO-TEST marka mikrosertlik cihazında ölçülerek tespit edildi.

3. Sonuç

3.1. Mikroyapı

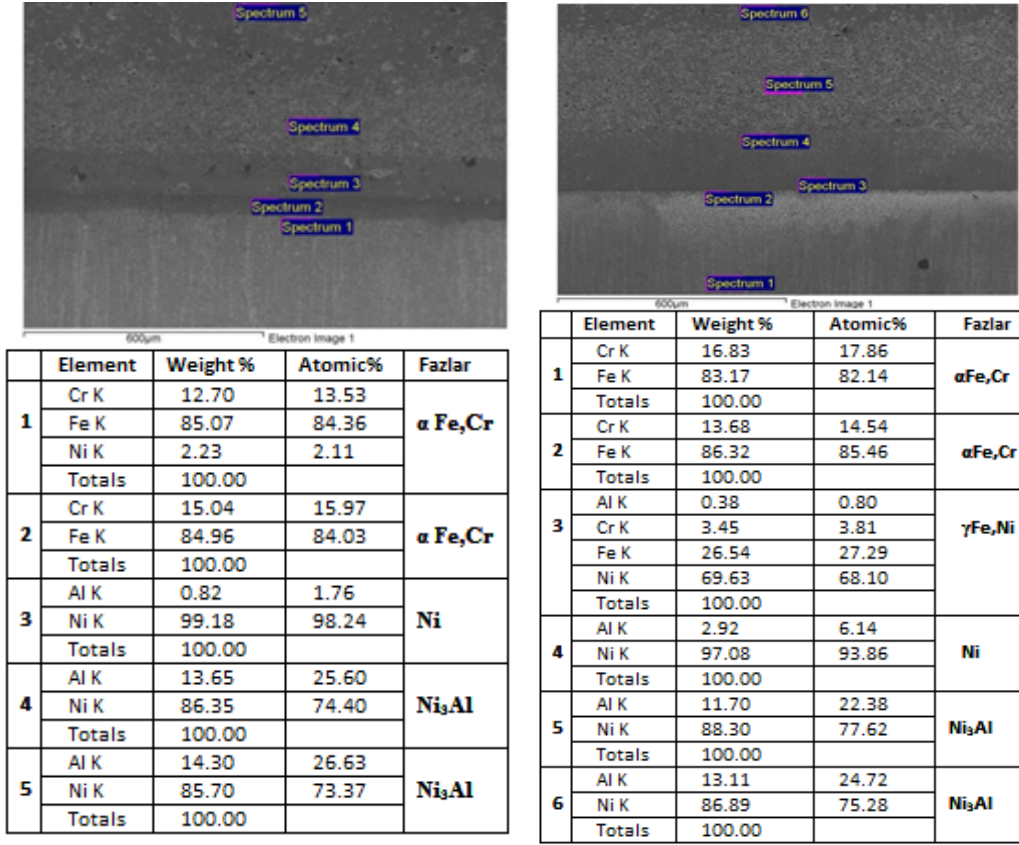
Kaplama işlemi sonrası alt tabaka ve kaplama arasında difüzyonun iyi oluşması sonucunda tüm numunelerde bağlanma başarılı bir şekilde gerçekleştiği optik resim ve SEM resimlerinden gözlenmiştir. Şekil 4'te kaplama işlemi sonrası çekilmiş optik mikroskop resim görüntüsü görülmektedir. Kaplama tabakasında görülen gözenekler ise intermetalik malzemelerin yapısına bağlı olarak gelişmiştir. Kaplama tabakası ve alt tabaka ara kesitinde boşlukların olmadığı bu bağlanmanın iyi bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. Bütün numunelerde I. Gözenekli Ni₃Al kaplama kısmı, II. ara kesit Ni tabakası ve III. altlık (ferritik paslanmaz çelik) olarak belirlenmiştir.



Şekil 4. Arakesit Bölgesinin Kısımları.

Reaksiyon sentezlemesi nedeniyle oluşan yanma olukları Ni₃Al kısmında gözenekli bir yapı meydana gelmesine yol açmıştır. Yanma olukları alev ilerleme yönüne dik doğrultudadır. Dolayısıyla, arakesitte paralel bir şekilde gelişmiştir [37]. Isıl işlem görmüş intermetalik bir malzeme soğuma esnasında meydana gelen sıvı katı büzülme nedeniyle gözenekli bir yapının oluşmasına yol açabilir. Bununla birlikte meydana gelen bu çatlak ve gözenekler, kristalizasyon esnasında kaplama içinde yüksek termal gerilmelere yol açan ısı yayılmasını önler [38-39]. Kaplanmış numunelerde gözle görülür çatlağa rastlanmamıştır[40].

Kaplama işlemi yapılmış olan numunelerin SEM ve EDX görüntüleri Şekil 5-8'de gösterildiği gibi EDX sonuçlarından Ni ara bağlayıcının alt tabakaya doğru difüze olduğu tespit edilmiştir. EDX analizi sonucunda α Fe, Cr, Ni, Ni₃Al, γ Fe ve XRD sonuçlarında ise Ni₃Al ve Ni ile birlikte Ni₃Al₄, NiAl, Ni₃Cr₂, Ni₂Al₃ fazlarının meydana geldiği tespit edilmiştir. Ni₃Al kaplama tabakası üretiminde Ni ve Al tozları ön ısıtmaya tabi tutulması durumunda yapılan hesaplamalarda adyabatik sıcaklık 1827 °C olarak bulunmuştur. Ni ve Ni₃Al ergime sıcaklıkları sırasıyla 1453 ve 1460 °C yani tozların ve ürünlerin ergime noktalarından daha yüksek bir sıcaklık söz konusudur. Reaksiyon gerçekleştiğinde Ni₃Al bir süre sıvı halde kalacaktır ve sıvı Ni₃Al içinde Ni çözünmekte veya Ni difüze olmaktadır [41].



Şekil 5. 5 nolu numunenin SEM sonuçları.

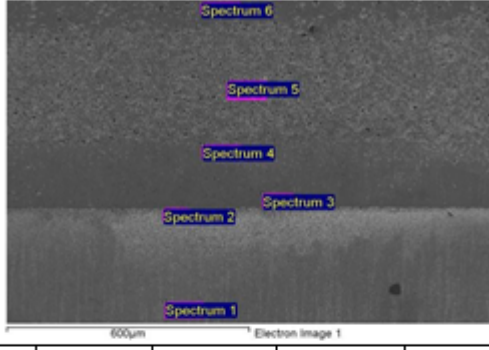
Şekil 6. 6 nolu numunenin SEM ve EDX ve EDX sonuçları.

SEM görüntülerde kaplama tabakasının alt tabakaya düzgün bir şekilde bağlandığı görülmektedir. Kaplama tabakasında gözenekli yapıların olduğu da tespit edilmiştir. Kaplama ve alt tabakada ortaya çıkan gözenekliliğin nedeni, SHS reaksiyonu esnasında meydana gelen erime/katılma sırasında çözünürlüğün değişmesinden dolayı ortaya çıkan sıkışmış gazın çözünmesinden dolayı oluşur[29-42].

Kaplama ara kesitinde kullanılan Ni ara bağlayıcının kaplama ve alt tabakanın düzgün ve çatlaksız bir şekilde birleşmesinde önemli bir etkisi olduğu düşünülmektedir. Kaplama ve alt tabaka arasındaki yer alan ara yüz hem SEM fotoğraflarında hem de optik mikro yapı fotoğraflarında da görüldüğü gibi ayırt edilmektedir. Presleme basıncının ara fazların meydana gelmesi üzerinde hızlandırıcı bir etkisi olduğu, sinterleme sıcaklığının ise reaksiyon sonucu oluşan gözeneklerin azalmasına yardımcı olduğu belirlenmiştir.

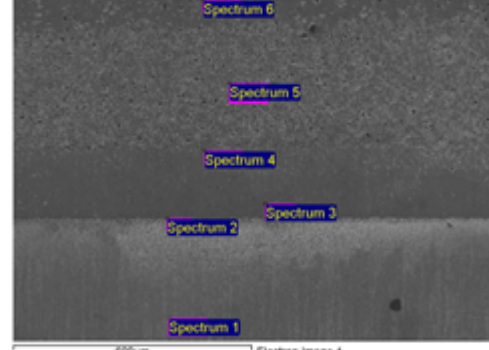
Sinterleme sonrası ara yüzey üzerinden alınan EDX sonuçlarında, en önemli difüzyon paslanmaz çelik ile nikel ara tabaka arasında meydana geldiği gözlenmiştir. Özellikle Şekil 6 ve 7'de SEM resimlerinde gösterildiği gibi 3 nolu noktadan elde edilmiş EDX analiz sonuçları 6 nolu numunede % 68.10 Ni, %27.79 Fe, 7 nolu numunede ise % 84.79 Ni, %13.37 Fe sonucu da doğrulamaktadır.

Kaplama bölgesinin Ni₃Al intermetalik bileşiğinden oluştuğu XRD ve EDX analiz sonuçlarından tespit edilmiştir[43]. Analiz sonuçlarında Ni₃Al₄ fazının bütün numunelerde oluştuğu görülmektedir. Bu faz Ni₃Ga₄ tipi bir yapıdır ve CsCl tipi yapının düzenli bir şeklidir. Ni₃Al₄ basit kübik kristal kafese sahiptir [44]. Bu faz bir yan ürün olup, Ni-Al denge diyagramında görülmemektedir. Ni₃Al₄ kararsız bir fazdır ve kolayca NiAl ve Al' a ayrışabilir[45]. Ni₃Al₄'ün varlığı Ni-Al sisteminde dönüşümün bazı yerlerde tamamlanamadığı anlamına gelmektedir. Şekil 9 - 12'de gösterildiği gibi tüm numunelere ait XRD piklerinin grafikleri verilmiştir. Tüm numunelerde Ni₃Al, Ni ve Ni₃Cr₂ fazlarının oluştuğu tespit edilmiştir.



	Element	Weight %	Atomic%	Fazlar
1	Cr K	13.72	14.59	α Fe,Cr
	Fe K	86.28	85.41	
	Totals	100.00		
2	Al K	0.75	1.51	α Fe,Cr
	Cr K	17.92	18.88	
	Fe K	77.97	76.47	
	Ni K	3.37	3.14	
3	Al K	0.38	0.82	γ Fe,Ni
	Cr K	1.46	1.63	
	Fe K	13.37	13.87	
	Ni K	84.79	83.69	
4	Al K	0.36	0.77	Ni
	Ni K	99.64	99.23	
	Totals	100.00		
5	Al K	10.90	21.02	Ni ₃ Al+Ni
	Ni K	89.10	78.98	
	Totals	100.00		
6	Al K	12.06	22.99	Ni ₃ Al+Ni
	Ni K	87.94	77.01	
	Totals	100.00		

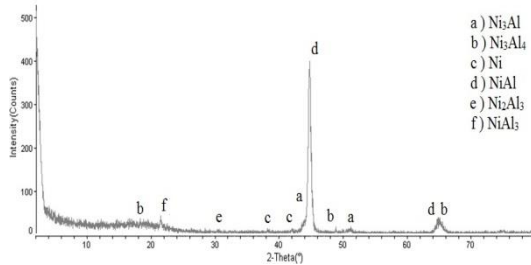
Şekil 7. 7nolu numunenin SEM ve EDX sonuçları.



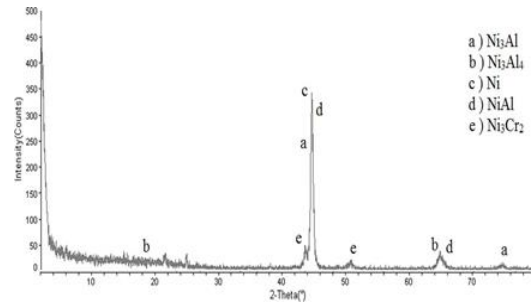
	Element	Weight %	Atomic%	Fazlar
1	Cr K	12.18	12.97	α Fe,Cr
	Fe K	87.10	86.35	
	Totals	100.00		
2	Al K	0.47	1.01	Ni
	Ni K	99.53	98.99	
	Totals	100.00		
3	Al K	4.22	8.75	Ni ₃ Al+Ni
	Ni K	95.78	91.25	
	Totals	100.00		
4	Al K	12.94	24.44	Ni ₃ Al
	Ni K	87.06	75.56	
	Totals	100.00		
5	Al K	12.86	24.31	Ni ₃ Al
	Ni K	87.14	75.69	
	Totals	100.00		
6	Cr K	16.22	17.22	α Fe,Cr
	Fe K	82.26	81.34	
	Ni K	1.53	1.43	
	Totals	100.00		

Şekil 8. 8 nolu numunenin SEM ve EDX sonuçları

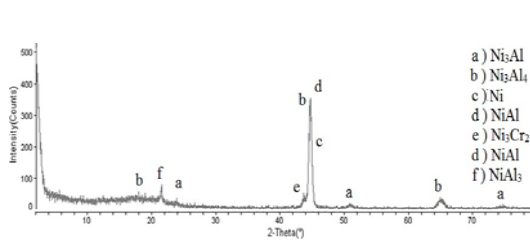
XRD analiz sonucunda 200, 250 ve 300 MPa kompaktlama basıncına sahip numunelerde Ni₃Cr₂ fazı tespit edilmiştir. Bu faz Ni esaslı süper alaşımlarda görülen ve sigma fazı olarak isimlendirilen fazdır. [46]. Aql vd. yapmış oldukları Ni-Ti-Cr sert nano kompozit kaplama çalışmasında paslanmaz çelik tarafında Ni₃Cr₂ fazının oluştuğunu ifade etmişlerdir[47]. Literatür ile elde etmiş olduğumuz XRD analizleriyle örtüşmektedir.



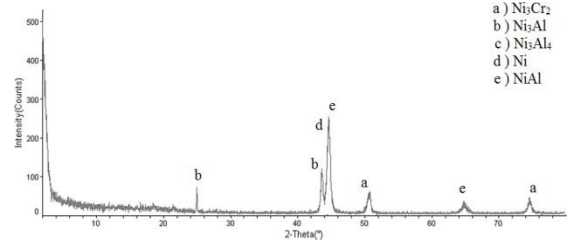
Şekil 9. 5 nolu numunenin XRD grafiği.



Şekil 10. 6 nolu numunenin XRD grafiği.



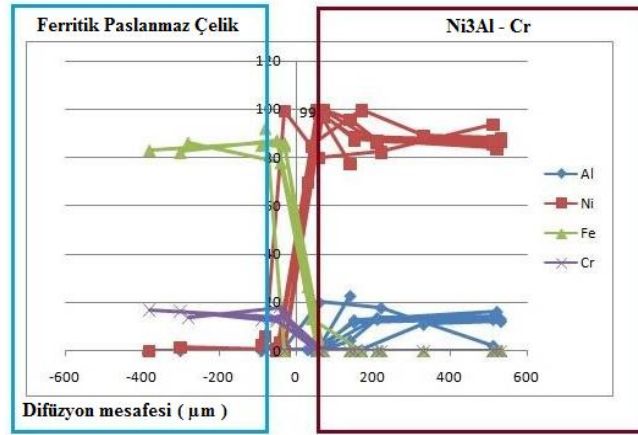
Şekil 11. 7 nolu numunenin XRD grafiği.



Şekil 12. 8 nolu numunenin XRD grafiği.

3.2. Arakesit Bölgesinde Difüzyon ve Elementlerin Dağılımı

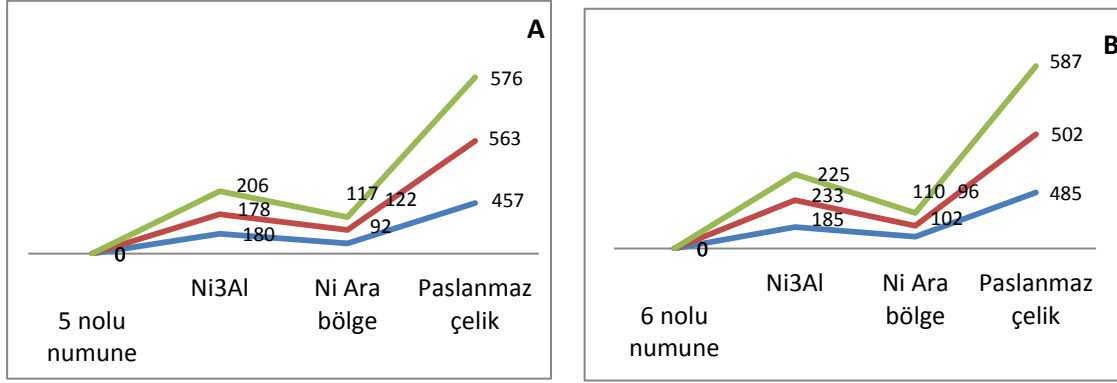
1000 °C ve 1100 °C'de yapılan sinterleme işleminde, difüzyon mesafeleri açısından bir fark yaratmadığı anlaşılmaktadır (Şekil 13). Öte yandan difüzyon sadece paslanmaz çelik ile nikel ara tabaka arasında meydana gelmiştir. Difüzyon mesafesi takriben 150 µm kadardır. Ara kesit boyunca bir çizgi halinde belirli aralıklarla alınan EDX analizleri neticesinde saf Ni ara tabakadan paslanmaz çelik tarafına Ni paslanmaz çelikten de Fe ve Cr elementlerinin difüze olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 13. Arakesit Bölgesinde Difüzyon ve Elementlerin Dağılımı

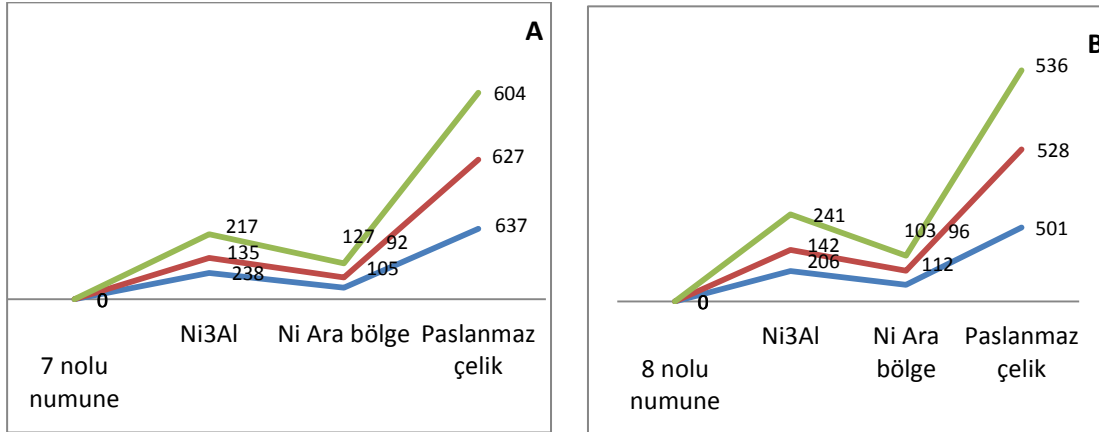
3.3. Mikrosertlik

Numunelere ait mikro sertlik değerleri Şekil 13a, b ve Şekil 14a, b olmak üzere aşağıda verilmiştir. Kaplama yüzeyine dik doğrultuda yapılan sertlik taraması sonrasında, en yüksek sertlik değerlerinin paslanmaz çelik tarafından 637 Hv ile 250 MPa kompaktlama basıncına sahip Şekil 14 a'da gösterildiği gibi 7 nolu numunede elde edilmiştir. Tüm numunelerde en yüksek sertlik değerlerinin paslanmaz çelik tarafında olduğu Ni₃Al tarafında ise gözeneklilik nedeniyle değişebildiği sonuçlarla tespit edilmiştir.



Şekil 13. Numunelere ait mikrosertlik değerleri(a: 5, b: 6 nolu numuneler)

Sindhu vd. yapmış oldukları bir çalışmada 340 Hv sertlik değerine sahip olan Ni₃Al kaplamanın alt tabakaya göre daha düşük bir sertlik değerine sahip olduğunu ifade etmişlerdir[48]. Mishra vd. alt tabakanın mikro sertliğinin daha yüksek olduğunu ara yüzden 250µm mesafede Ni₃Al sertlik değerinin 147 Hv olduğunu tespit etmişlerdir. Ayrıca Ni₃Al kaplamanın ortalama mikro sertlik değerinin 147-193 HV aralığında olduğunu belirtmişlerdir[49]. Literatür göz önüne alındığında elde etmiş olduğumuz değerlerle benzer sonuçlar tespit edilmiştir. Elde edilen sertlik değerlerinde Ni₃Al kaplamanın alt tabakaya göre daha düşük sertlik değerleriyle sonuçlandırıldığı tespit edilmiştir.



Şekil 14. Numunelere ait mikrosertlik değerleri(a: 7, b: 8 nolu numuneler)

4. Tartışma

Bu çalışmada ferritik bir paslanmaz çelik SHS ve bunu izleyen sinterleme yöntemi ile Ni₃Al metaller arası bileşiği ile kaplanmıştır. Kaplama sonrası ortaya çıkan sonuçlar şu şekilde sıralanabilir:

- SHS işlemi esnasında meydana gelen yanma reaksiyonu hemen sonrası uygulanacak sinterleme işleminin ferritik paslanmaz çelik yüzeyinde Ni₃Al intermetalik kaplama oluşturmada önemli bir yöntem olarak kullanılabilceği belirlenmiştir.
- Sinterleme sıcaklığının, yarı kararlı metaller arası fazların tam çözünmesin etkili olduğu belirlenmiştir. En iyi kaplama yüzeyi 1100 °C sinterleme sıcaklığında elde edilmiştir. Ayrıca, ara tabaka olarak kullanılan Ni kaplama tabakası ile altık malzeme arasında önemli derecede bağlanma etkisi sağladığı görülmüştür.
- Presleme basıncının ara fazların meydana gelmesi üzerinde hızlandırıcı bir etkisi olduğu, sinterleme sıcaklığının ise reaksiyon sonucu oluşan gözeneklerin azalmasına yardımcı olduğu belirlenmiştir. Sinterleme sonrası ara yüzey üzerinden alınan EDX sonuçlarında, en önemli difüzyonun paslanmaz çelik ile nikel ara tabaka arasında meydana geldiği gözlenmiştir.

- Ara kesit boyunca bir çizgi halinde belirli aralıklarla alınan EDX analizleri neticesinde saf Ni ara tabakadan paslanmaz çelik tarafına Ni paslanmaz çelikten de Fe ve Cr elementlerinin difüze olduğu tespit edilmiştir.

Kaynaklar

- [1] N'Dah E., Tsipas S., Hierro M.P., Pérez F.J. Study of the cyclic oxidation resistance of Al coated ferritic steels with 9 and Cr, *J. Corros. Sci. Eng.*, 2007; 49: 3850–3865.
- [2] Cakir K. Korkmaz E., Kayali S. Study on the Al₂O₃/Fe-Al intermetallic duplex coating prepared with a combined technique of electro-spark deposition and micro-arc oxidation on steel, *Kovove Mater.*, 2017; 55: 81–87
- [3] Özenbaş M., Yılmaz, O. FeCrC, WC ve B₂O₃ Kullanılarak Kaplanmış AISI4340 Çeliğinin Aşınma Karakteristiği. II.Uluslararası Bor Sempozyumu; 2004; Eskişehir /Türkiye. 201-205.
- [4] Talako T., Ilyuschenko A., Letsko A. SHS Powders for Thermal Spray Coating, *Kona Powder Part. J.*, 2009; 27: 55-72.
- [5] Mohammadnezhad M., Shamanian M., Enayati M.H., Salehi M., Hoseynian A. Microstructures and properties of NiAl-TiC nanocomposite coatings on carbon steel surfaces produced by mechanical alloying technique, *Surf. Coat. Technol.*, 2014; 238: 180–187.
- [6] Yoruk, G., Ozdemir O., The evaluation of NiAl- and TiAl-based intermetallic coatings produced on the AISI 1010 steel by an electric current-activated sintering method, *Intermetallics*, 2012; 25: 60-65.
- [7] Singh Sidhu B., Prakash S. Evaluation of the corrosion behaviour of plasma-sprayed Ni₃Al coatings on steel in oxidation and molten salt environments at 900 °C, *Surf. Coat. Technol.*, 2003; 166: 89–100.
- [8] Shahzad A., Zadorozhnyy V. Yu., Pavlov M.D., Zheleznyi M.V., Chirkov A.M., Zagrebin D.S., Semenov D.V., Khasanova R.S., Kaloshkin S.D. Deposition of the Ti-Al coatings on different metallic substrates by mechanical alloying and subsequent laser treatment, *J. Alloys Compd.*, 2018; 731: 1295-1302.
- [9] Li Y., Liu Y., Geng H., Nie D. Synthesis and cladding of Ni₃Al intermetallic on steel substrate by laser controlled reactive synthesis, *J. Mater. Process. Technol.*, 2006; 171: 405–410.
- [10] Lin, C-M., Kai, W-Y., Su C-Y., Key K-H. Empirical alloys-by-design theory calculations to the microstructure evolution mechanical properties of Mo-doped laser cladding NiAl composite coatings on medium carbon steel substrates, *J. Alloy Compd.*, 2017; 702: 679-686.
- [11] Koch C. C., Whittenberge J. D. Review Mechanical milling/alloying of intermetallics, *Intermetallic*, 1996; 4: 339-355.
- [12] Ozdemir O., Zeytin S., C. Bindal C. Tribological properties of Ni₃Al produced by pressure-assisted volume combustion synthesis, *Tribol. Int.*, 2012; 53: 22–27.
- [13] Lin L., Hui S., Lu G., Wang S-L., Wang X-D., Lee D-J. Molecular dynamics study of high temperature wetting kinetics for Al/NiAl and Al/Ni₃Al systems: Effects of grain boundaries, *Chem. Eng. Sci.*, 2017; 174: 127–135.
- [14] Morsi K., Review: reaction synthesis processing of Ni–Al intermetallic materials, *Mater. Sci. Eng.*, 2001; A299: 1–15.
- [15] Liu H., Chen W. Reactive oxide-dispersed Ni₃Al intermetallic coatings by sediment co-deposition, *Intermetallics*, 2005; 13: 805–817.
- [16] Li S., Feng D., Luo H. Microstructure and abrasive wear performance of chromium carbide reinforced Ni₃Al matrix composite coating, *Surf. Coat. Technol.*, 2007; 201: 4542–4546.
- [17] Chen J., Huang H., Zhang K., Wang M., Wu M., Li H., Zhang S., Wen M. Interfacial reactions in the SiCf/Ni₃Al composites by employing C single coating and C+Y₂O₃ duplex coating as barrier layers, *J. Alloys Compd.*, 2018; 765: 18-26
- [18] Stewart L.T., Plucknett P.K. The effects of Mo₂C additions on the microstructure and sliding wear of TiC0.3N0.7–Ni₃Al cermets, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2015; 50: 227–239.
- [19] Luis I, C.N. Transition metal aluminid Coatings and Initial Steps on Additive Manufacturing, 20.12.2017, <https://cdn.intechopen.com/pdfs/58790.pdf>.
- [20] Tong Z., Bao H. Decompose the electron and phonon thermal transport of intermetallic compounds NiAl and Ni₃Al by first-principles calculations, *Int. J. Heat Mass Transfer*, 2018; 117: 972–977.
- [21] Nazarov A., Safronov A. V., Khmyrov S. R., Shishkovsky I. Fabrication of gradient structures in the Ni - Al system via SLM Process, *Procedia IUTAM*, 2017; 23: 161 – 166.
- [22] Li-Yuan S., Ting-Fei X., Chen L., Jian-Ting G., Yu-Feng Z. Effect of extrusion process on microstructure and mechanical properties of Ni₃Al_B_Cr alloy during self-propagation high-temperature synthesis, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2012; 22: 489_495.
- [23] Yamaguchi T., Hagino H. Formation of a titanium-carbide-dispersed hard coating on austenitic stainless steel by laser alloying with a light-transmitting resin, *Vacuum*, 2018; 155: 23–28.
- [24] Xiang, X., Wang X., Zhang G., Tang T., Lai X. Preparation technique and alloying effect of aluminide coatings as tritium permeation barriers: A review, *Int. J. Hydrogen Energy*, 2015; 40: 3697- 3707.
- [25] Sierra C., Vázquez J.A. NiAl coatings on carbon steel by self-propagating high-temperature synthesis assisted with concentrated solar energy: mass influence on adherence and porosity, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 2005; 86: 33–42.
- [26] Cammarota G.P., Casagrande A., Poli G., Veronesi P. Ni–Al–Ti coatings obtained by microwave assisted SHS: Effect of annealing on microstructural and mechanical properties, *Surface & Coatings Technology*, 2009; 203: 1429–1437.

- [27] Boromei, A., Casagrande F., Tarterini G., Poli P., Rosa R.V. Ni–Al–Ti coatings obtained by microwave assisted SHS: Oxidation behaviour in the 750–900 °C range, *Surf. Coat. Technol.*, 2010; 204: 1793–1799.
- [28] Ozdemir O., Zeytin S., Bindal C. A study on NiAl produced by pressure-assisted combustion synthesis, *Vacuum*, 2010; 84: 430–437.
- [29] Riyadi T.W.B., Zhang T., Marchant D., Zhu X. Synthesis and fabrication of NiAl coatings with Ti underlayer using induction heating, *Surf. Coat. Technol.*, 2014; 258: 154–159.
- [30] Zanotti C., Giuliani P., Terrosu A., Gennari S., Maglia F., Porous Ni -Ti, ignition and combustion synthesis, *Intermetallics*, 2007; 15: 404-412.
- [31] Goh C.W., Gu Y.W., Lim C.S., Tay B.Y., Influence of nanocrystalline Ni-Ti reaction agent on self-propagating high-temperature synthesized porous NiTi”, *Intermetallics*, 2007; 15: 461-467.
- [32] La P., Bai M., Xue Q., Liu W., A study of Ni3Al coating on carbon steel surface via the SHS casting route, *Surf. Coat. Technol.*, 1999; 113: 44–51.
- [33] Pascal C., Marin-Ayral R.M., Tédenac J.C. Joining of nickel monoaluminide to a superalloy substrate by high pressure self-propagating high-temperature synthesis, *J. Alloys Compd*, 2002; 337: 221–225.
- [34] Kılıç M., Beken B., Kırık İ., Özdemir N. Kendi İlerliyen Yüksek Sıcaklık Sentezlemesi İle Ferritik paslanmaz Çelik Üzerine Ni₃Al'nin Kaplanması Ve Mikroyapı İncelemesi, International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC'16), April 6-8, 2016, 66-72, Nevsehir, Turkey.
- [35] Chen, Y., Chung D.D.L. Nickel aluminid (Ni3Al) by reaktive infiltration , *J. Mater. Sci*, 1996; 31: 2117-2122. <http://wings.buffalo.edu/academic/department/eng/mae/cmrl/Nickel%20aluminide%20fabricated%20by%20reactive%20infiltration.pdf> 15.11.2015.
- [36] <https://www.asminternational.org/> 10.11.2015
- [37] Tosun G., Özler L., Kaya M., Orhan N. SHS yöntemi ile üretilen NiTi alaşımlarının gözenek oranının incelenmesi, 5th International Powder Metallurgy Conference, 2008; 1353-1367, Ankara, Turkey.
- [38] Wang W., Yang B., Du L., Zhang W. Diffusion research between Ni3Al coating and titanium alloy produced by plasma spraying process, *Appl. Surf. Sci.*, 2010; 256: 3342–3345.
- [39] Podrabinnika A.P., Shishkovsky V.I. Laser post annealing of cold-sprayed Al–Ni composite coatings for green energy tasks, *Procedia IUTAM*, 2017; 23: 108 – 113.
- [40] Wang L-L., Wang W., Fan L-Y., Qi X-X., Liu H-J., Zhang Y-Z. Effects of Al and Ni doping on oxidation and corrosion resistance of electrophoretic deposited YSZ coatings, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2017; 27: 1551–1557.
- [41] Chen D., Luo F., Lou X., Qing Y., Zhou W., Zhu D. Comparison of thermal insulation capability between conventional and nanostructured plasma sprayed YSZ coating on Ni₃Al substrates, *Ceram. Int.*, 2017; 43: 4324–4329.
- [42] La P., Bai M., Xue O., Liu W, A study of Ni3Al coating on carbon steel surface via the SHS casting route, *Surf. Coat. Technol.*, 1999; 113: pp. 44-51.
- [43] Kotoban D., Nazarov A., Shishkovsky I. Comparative Study of Selective Laser Melting and Direct Laser Metal Deposition of Ni3Al Intermetallic Alloy, *Procedia IUTAM*, 2017; 23: 138 – 146.
- [44] Sidhu S.B., Prakash S. Evaluation of the corrosion behaviour of plasma-sprayed Ni₃Al coatings on steel in oxidation and molten salt environments at 900 °C, *Surf. Coat. Technol.*, 2003; 166: 89–100.
- [45] Ellner M., Keli S., Predel B. Ni₃Al₄ – A phase with ordered vacancies isotypic to Ni₃Ga₄, *J. Less- Common Metals*, (1989), V.154-1207-215.
- [46] Mishin Y. Atomistic modeling of γ and γ' -phases of the Ni-Al system , *Acta mater.*, 2004; 52: 1451 - 1465.
- [47] Al – Aql A.A., Al- Salhi M.S., Ansari M.I. Precipitation in Ni-35 at pct Cr Alloy, *J.Mater. Sci. Technol.*, 2002; V 18: No:177-79.
- [48] Pogrebnjak A., Beresnev V.M. Hard Nanocomposite Coatings, Their Structure and Properties, 2012; Chapter 6: 13-160, <http://dx.doi.org/10.5772/50567>.
- [49] Mishra B.S., Chandra K., Prakash S., Venkataraman B. Characterisation and erosion behaviour of a plasma sprayed Ni3Al coating on a Fe-based superalloy, *Mater. Lett.*, 2005; 59: 3694 – 3698.