T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Fe/B_4C FONKSİYONEL KADEMELENDİRİLMİŞ KOMPOZİT YAPILARIN TERMAL ŞOK DAVRANIŞININ AKUSTİK EMİSYON TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

Hazırlayan
Ahmet Hüsamettin MUTLU

Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAİR

Yüksek Lisans Tezi

Kasım 2023
KAYSERİ

T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Fe/B_4C FONKSİYONEL KADEMELENDİRİLMİŞ KOMPOZİT YAPILARIN TERMAL ŞOK DAVRANIŞININ AKUSTİK EMİSYON TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hazırlayan
Ahmet Hüsamettin MUTLU

Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAİR

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

Kasım 2023
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.

Ahmet Hüsamettin MUTLU

İmza

"Fe/B_4C Fonksiyonel Kademelendirilmiş Kompozit Yapıların Termal Şok Davranışının Akustik Emisyon Tekniği ile İncelenmesi" adlı Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi' ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Hazırlayan	**Danışman**
Ahmet Hüsamettin MUTLU	Doç. Dr. Fehmi NAİR
İmza	İmza

Makine Mühendisliği ABD Başkanı

Prof. Dr. S. Orhan AKANSU

İmza

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışması için bana TÜBİTAK Projesi'nde çalışma imkânı sunan, bana bilimsel çalışma disipilini aşılayan ve çalışmamın her aşamasında bana destek olan değerli hocam Doç. Dr. Fehmi NAİR'e gönülden teşekkür ederim.

Çalışma kapsamında sürekli deneyimlerinden, düşüncelerinden ve önerilerinden faydalandığım değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Mustafa HAMAMCI' ya teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam sırasında akustik emisyon sinyallerinin toplanması ve yorumlanması aşamalarında yardımını esirgemeyen Dr. Hafız Muhammad Numan ZAFAR'a teşekkür ederim.

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

Çalışmam boyunca sürekli beni destekleyen aileme ve özellikle çalışmamın her aşamasında bana motivasyon sağlayan ve bana sürekli yardımcı olan canım kardeşim Nilhan MUTLU'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Ahmet Hüsamettin MUTLU

Kasım 2023, KAYSERİ

Fe/B_4C FONKSİYONEL KADEMELENDİRİLMİŞ KOMPOZİT YAPILARIN TERMAL ŞOK DAVRANIŞININ AKUSTİK EMİSYON TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

Ahmet Hüsamettin MUTLU

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi, Kasım 2023
Danışman: Doç. Dr. Fehmi NAİR

ÖZET

Bu çalışmada, farklı gradyant değerine sahip lineer (n=1) ve non-lineer (n=0.1) Fe/B_4C fonksiyonel kademelendirilmiş kompozit malzemelerin ve tabakalı Fe/B_4C kompozit malzemelerin termal şok testi sonrası hasar analizlerinin yapılması ve daha sonrasında akustik emisyon tekniği ile termal şok testlerinin beraber uygulanması ile hasar mekanizmaları hakkında bilgi edinmek amaçlanmıştır.

Bu amaçla, öncelikle Fe ile B_4C tozları kullanılarak 10 mm kalınlığında ve 30 mm çapında, n=1 ve n=0.1 kompozisyonel gradyantlı Fe/B_4C fonksiyonel kademelendirilmiş kompozit malzemeler ile ana fazı takviyesiz Fe içeren ve üst tabakası ise farklı kalınlıklarda (1 mm, 2 mm ve 3 mm) Fe ve B_4C karışımı içeren tabakalı numuneler toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiştir. Tabakalı malzemelerin tabakaları ve fonksiyonel kademelendirilmiş malzemelerin en üst katmanı ise %20 B_4C içermektedir. Numunelerin seramik yoğun yüzeylerine 650°C-25°C sıcaklık aralığında (ΔT=625) ve herbiri 10 çevrimlik (N10) 3 tekrarda toplamda 30 çevrim olacak şekilde (3xN10) termal şok uygulanmıştır. Her bir N10 çevrim sonrası numunelerin termal şoka maruz bırakılan yüzeyleri hafifçe parlatılarak çatlak oluşumu ve çatlak gelişim süreci takip edilmiştir. Toplamda N30 çevrim sayısına ulaşıldığında numune yüzeyleri yanında, numunelerin kesit görüntüleri alınarak kesit içerisindeki çatlak oluşumları değerlendirilmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında birinci aşamadaki numunelerle benzer şartlarda hazırlanmış numunelere yine 650°C-25°C sıcaklık aralığında N30 çevrim sayısında kesintisiz termal şok uygulanmıştır. Bu aşamada tüm çevrim sürecinde numuneler üzerinden anlık olarak akustik emisyon (AE) sinyalleri alınarak kayıt edilmiştir. Sonuç olarak tabakalı ve fonksiyonel kademelendirilmiş malzemelerin akustik sinyal grafikleri alınıp hasar karakterizasyonu için yorumlanmıştır.

Çalışamanın ilk aşamasında en iyi performans sergileyen malzemenin n=1 fonksiyonel kademelendirilmiş numunenin olduğu ve ikinci aşamasında ise en çok deformasyonun katmanlı t3 numunesinde olduğu sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Akustik emisyon yöntemi, Metal kompozitler, Metal matrisli kompozitler, Termal şok.

INVESTIGATION OF THERMAL SHOCK BEHAVIOR OF Fe/B_4C FUNCTIONALLY GRADED COMPOSITE MATERİALS BY ACOUSTIC EMISSION TECHNIQUE

Ahmet Hüsamettin MUTLU

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences
Master Thesis, November 2023
Supervisor: Assoc. Prof. Fehmi NAİR

ABSTRACT

In this study, the objective is to perform damage analyses, on including linear (n=1) and non-linear (n=0.1) configurations with different gradient values functionally graded Fe/B_4C composite materials, as well as layered Fe/B_4C composite materials, following thermal shock tests. Subsequently, the aim is to gain insights into the damage mechanisms by applying thermal shock tests in conjunction with the acoustic emission technique.

To achieve this objective, initially, functionally graded Fe/B_4C composite materials with compositional gradients of n=1 and n=0.1 as well as layered samples containing unreinforced Fe as the base phase and an upper layer with varying thickness (1 mm, 2 mm, and 3 mm) of mixed Fe and B_4C, were fabricated using the powder metallurgy method. The uppermost layer of both layered and functionally graded materials contains 20% B_4C. Thermal shock was applied to the ceramic dense surfaces of the samples within a temperature range of 650°C-25°C (ΔT=625), with each consisting of 10 cycles (N10) and a total of 30 cycles in three repetitions (3xN10). After each N10 cycle, the surfaces exposed to thermal shock were lightly polished to observe crack formation and the process of crack development. Upon reaching a total of N30 cycles, surface images of the samples were taken, and cross-sectional images were obtained to evaluate crack formations within the cross-section. In the second phase of the study, samples prepared under similar conditions to those in the first phase were again subjected to continuous thermal shock at N30 cycles, within the temperature range of 650°C-25°C. Throughout this stage, acoustic emission (AE) signals were continuously acquired and recorded in real-time from the samples. Consequently, acoustic signal graphs of layered and functionally graded materials were obtained and interpreted for damage characterization.

In the first stage of the study, it was concluded that the material exhibiting the best performance was the n=1 functionally graded sample, while in the second stage, it was determined that the highest deformation occurred in the layered t3 sample.

Keywords: Acoustic emission method, Metal composites, Metal matrix composites, Thermal shock.

İÇİNDEKİLER

Fe/B_4C FONKSİYONEL KADEMELENDİRİLMİŞ KOMPOZİT YAPILARIN TERMAL ŞOK DAVRANIŞININ AKUSTİK EMİSYON TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK iii
ONAY iv
TEŞEKKÜR v
ÖZET vi
ABSTRACT viii
İÇİNDEKİLER x
KISALTMALAR ve SİMGELER xiii
TABLOLAR LİSTESİ xv
ŞEKİLLER LİSTESİ xvi
GİRİŞ 1

1.BÖLÜM

GENEL BİLGİLER ve LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Problemin Durumu 3
1.2. Araştırmanın Amacı 3
1.3. Araştırmanın Önemi 3
1.4. Malzemelerin Sınıflandırılması 4
1.4.1. Metaller 5
1.4.2. Seramikler 5
1.4.3. Polimerler 5
1.4.4. Kompozit (Karma) Malzemeler 6
1.4.4.1. Metal Matrisli Kompozitler 7
1.4.4.2. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzemeler 8
1.4.4.2.1. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzemelerin Tarihsel Süreci 10
1.4.4.2.2. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzemelerin Avantajları 13

1.4.4.2.3. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzeme Üretiminde Toz Metalurjisi Tekniği 13
1.5. Fe/B_4C Metal Matrisli Kompozit (MMK) ile İlgili Çalışmalar 17
1.6. Termal Şok Testi 21
1.7. Termal Şok Testi ile İlgili Çalışmalar 24
1.8. Akustik Emisyon Tekniği 33
1.8.1. AE Test Ekipmanları 34
1.8.2. Hsu-Nielsen Testi 36
1.8.3. Dalga Kılavuzu 37
1.8.4. Akustik Emisyon Tekniği ve Diğer Tahribatsız Malzeme Muayenesi Tekniklerinin Karşılaştırılması 38
1.8.5. Akustik Emisyon Sinyalinin Özellikleri 40
1.8.6. Akustik Emisyon Testi ile İlgili Çalışmalar 42

2.BÖLÜM
YÖNTEM VE MATERYAL

2.1. Katmanlı ve Fonksiyonel Kademelendirilmiş Numunelerin Üretimi ... 51
2.2. Sinterleme İşlemi 66
2.3. Termal Şok Testi 68
2.4. Termal Şok Parametreleri 71
2.5. Numunelerin Metalografik İncelenmesine Hazırlık 73
2.6. Sertlik Ölçümü 76
2.7. Akustik Emisyon (AE) Tekniği 77

3. BÖLÜM
BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

3.1. Metalografik Analizler 81
3.2. Sertlik Ölçümleri 83
3.3. Termal Şok Sonrası Hasar Analizleri 85
3.3.1. Makroskobik Yüzey Hasar Analizleri 85
3.3.2. Mikroyapısal Kesit Hasar Analizleri 94
3.4. Akustik Emisyon Sinyallerinin Değerlendirilmesi 104

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar ve Değerlendirme 115

4.2. Öneriler 117

KAYNAKLAR 119

ÖZGEÇMİŞ 130

KISALTMALAR ve SİMGELER

A : Amplitude; Genlik

AE : Akustik Emisyon

Al : Alüminyum

Al_2O_3 : Alüminyum Oksit; Alümina

AlN : Alüminyum Nitür

Ar : Argon

B : Bor

B_4C : Bor Karbür

BN : Bor Nitrür

c : Seramik Tozları

D : Duration; Devam Süresi

dB : Ses basıncı

E : Enerji

EB-PVD : Elektron Işını Fiziksel Buhar Biriktirme

Fe : Demir

Fe_2B : Demir Borür

Fe_2O_3 : Demir Oksit

FKM : Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzeme

m : Metal Tozları

MgO : Magnezyum Oksit

MMK : Metal Matrisli Kompozit

N : Termal Çevrim Sayısı

n : Fonksiyonel Gradyant

PP : Polipropilen

PVC : Polivinilklorür

PZT : Kurşun Zirkonat Titanat

R : Rise Time; Yükselme Zamanı

SiC : Silisyum Karbür

T_{alt} : Alt Sıcaklık Değerleri

TBK : Termal Bariyer Kaplama

Teflon : Politetrafloraetilen

TiN : Titanyum Nitrür

TM : Toz Metalurjisi

TMM : Tahribatsız Malzeme Muayenesi

$T_{üst}$: Üst Sıcaklık Değerleri

WC : Tungsten Karbür

ZrO_2 : Zirkonya

ΔT : Sıcaklık Farkı

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1. Toz metalurjisi tekniği ile üretimin avantaj ve dezavantajları 17

Tablo 1.2. AE testi ile diğer TMM yöntemlerinin karşılaştırılması 39

Tablo 2.1. Deneylerde kullanılan tozlar ve tane boyutları..... 53

Tablo 2.2. FKM numunelerinde "n" gradyantına göre değişen hacimsel B_4C oranları. 53

Tablo 2.3. Tabakalı numunelerde katman kalınlığı ve toplam oranlar. 53

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Malzemelerin genel sınıflandırılması. 5
Şekil 1.2. Kompozit malzemelerin bileşenleri. 6
Şekil 1.3. Kompozitlerin sınıflandırılması 7
Şekil 1.4. Kompozitlerin takviye tipine göre detaylı gösterimi 7
Şekil 1.5. Metal matrisli kompozitlerin üretim teknikleri 8
Şekil 1.6. FKM'lerin yapısına göre sınıflandırılması. 10
Şekil 1.7. a) Devamlı derecelendirilmiş ve b) tabakalı derecelendirilmiş FKM'ler .. 10
Şekil 1.8. FKM'lerde farklı gradyantlar 11
Şekil 1.9. a) FKM b) geleneksel kompozit malzeme gösterimi 11
Şekil 1.10. FKM'lerin uygulama alanları. 12
Şekil 1.11. FKM üretim metotları 12
Şekil 1.12. Toz metalurjisi tekniğinde malzeme üretim aşamaları 14
Şekil 1.13. Sıkıştırma işleminde zımba ve kalıp seti örneği 15
Şekil 1.14. Sinterleme sırasındaki parçacıklar arası etkileşim 16
Şekil 1.15. Malzemedeki tanelerin sinterleme aşamalarındaki görünümü 16
Şekil 1.16. Malzemede borlama sonucu oluşan tabakalar 21
Şekil 1.17. Alevli termal şok ısıtma ve soğutma çevrimleri ve test düzeneği 23
Şekil 1.18. a) Fırın çevrim test sistemi b) test numuneleri 24
Şekil 1.19. JETS tekniği termal şok test düzeneği 24
Şekil 1.20. Brülörlü ısıtma test sistemi 26
Şekil 1.21. Termal çevrim sıcaklık- zaman grafiği 27
Şekil 1.22. a) 1100°C ve b) oda sıcaklığında termal şok ekipmanı 30
Şekil 1.23. Termal şok testi parametreleri 32
Şekil 1.24. Deneydeki sıcaklık/zaman grafiği 33
Şekil 1.25. AE test yöntemi 34

Şekil 1.26. AE sisteminin üniteleri 35

Şekil 1.27. Farklı sensör çeşitleri 35

Şekil 1.28. Kalem kırma testi gösterimi 36

Şekil 1.29. a) AE sensör ve dalga kılavuzu ve b) dalga kılavuzu örnekleri 37

Şekil 1.30. Dalga kılavuzu kullanılmış bir AE test düzeneği 37

Şekil 1.31. Kaiser ve Felicity Etkisi için gösterimler 38

Şekil 1.32. Akustik emisyon tekniğinin pasif olmasının şematik gösterimi 39

Şekil 1.33. Bir AE sinyalinin özellikleri 40

Şekil 1.34. Patlama tip ve sürekli tip sinyal gösterimleri 41

Şekil 1.35. Kompozit malzemelerdeki AE hasar çeşitleri 42

Şekil 1.36. Frezelemede AE testi deneysel düzeneği 43

Şekil 1.37. Yorulma testi grafikleri 44

Şekil 1.38 a) Frekans/genlik grafiği ve b) deformasyon türlerinin gösterimi 45

Şekil 1.39. AE testi 3D grafikleri; a) sayı/enerji/zaman b) genlik/enerji/zaman 46

Şekil 1.40. Kümülatif sayım ve gerilim/gerinim grafiği 47

Şekil 1.41. Salınan enerji ve yük/zaman grafiği 48

Şekil 1.42. Kuvvet/zaman/AE sayısı ve kümülatif AE sayı grafiği 49

Şekil 1.43. Numunelerin AF/RA grafiği 50

Şekil 2.1. 1 mm tabakalı numunenin kalınlığı boyunca hacimsel B_4C yoğunluk değişim grafiği. 54

Şekil 2.2. 2 mm tabakalı numunenin kalınlığı boyunca hacimsel B_4C yoğunluk değişim grafiği. 54

Şekil 2.3. 3 mm tabakalı numunenin kalınlığı boyunca hacimsel B_4C yoğunluk değişim grafiği. 55

Şekil 2.4. n=0.1 gradyant değerine göre üretilen FKM'nin katmanlara göre hacimsel B_4C yoğunluk grafiği. 55

Şekil 2.5. n=1 gradyant değerine göre üretilen FKM'nin katmanlara göre hacimsel B_4C yoğunluk grafiği. 56

Şekil 2.6. Tabakalı numunenin genel gösterimi. 56
Şekil 2.7. 1 mm tabakalı numunenin gösterimi. 57
Şekil 2.8. 2 mm tabakalı numunenin gösterimi. 57
Şekil 2.9. 3 mm tabakalı numunenin gösterimi. 57
Şekil 2.10. FKM genel gösterimi. 58
Şekil 2.11. n=1 FKM gösterimi. 58
Şekil 2.12. n=0.1 FKM gösterimi. 58
Şekil 2.13. Deneylerde kullanılan a) B_4C (2-7µm) ve b) Fe (45µm) tozları. 59
Şekil 2.14. Toz karışımlarının tartıldığı hassas terazi. 59
Şekil 2.15. n=0.1 ve n=1 FKM'lerin her katmanı için hazırlanan kaplardaki Fe ve B_4C toz karışımları. 60
Şekil 2.16. Numune kaplarındaki tozların karıştırıldığı Turbula toz karıştırma ünitesi. 60
Şekil 2.17. Numunenin her katmanı için hassas terazide tartılarak hazırlanan toz karışımları. 61
Şekil 2.18. Preslemede kullanılan kalıp ve zımba kesit görüntüsü. 62
Şekil 2.19. Numune üretimi için kullanılan çelik kalıp parçaları. 62
Şekil 2.20. a) H13 sıcak iş takım çeliği kalıp ve b) çelik kalıp üzerindeki zımba. 62
Şekil 2.21. a) Al zımba ve b) tozların kalıpta Al zımba ile sıkıştırılması. 63
Şekil 2.22. Sıcak pres ünitesi. 63
Şekil 2.23. Kalıbın tübüler fırın içerisine yerleştirilmesi. 64
Şekil 2.24. Tozların preslenmesi aşamasındaki basınç/zaman grafiği. 65
Şekil 2.25. Fırın içindeki tozların sıcaklık/zaman grafiği. 65
Şekil 2.26. a) Protherm sinterleme fırını ve b) argon tüpü. 66
Şekil 2.27. Sıcak preste istiflenmiş yarı mamül numuneler. 67
Şekil 2.28. Numunelerin fırına yerleştirilmesi. 67
Şekil 2.29. Sinterleme aşamasındaki numunelerin sıcaklık/zaman grafiği. 68

Şekil 2.30. Termal şoklama sistemi test düzeneği. 69

Şekil 2.31. Malzemenin ön yüzeyinden şoklanması. 69

Şekil 2.32. Numunelere şematik termal şok tatbiki. 70

Şekil 2.33. Termal şok deney sistemi şematik gösterimi. 70

Şekil 2.34. Otomasyon sistemine parametrelerin girilmesi. 72

Şekil 2.35. Termal şoklamada oluşan çevrim grafiği. 73

Şekil 2.36. a) Zımparalama cihazı (Struers) b) makroskop (Labomed). 74

Şekil 2.37. a) Hassas kesim cihazı (Metkon-Micracut) b) kesilmiş numune örneği. .. 74

Şekil 2.38. a) Bakalitleme cihazı (Metkon) b) bakalitlenmiş numune örnekleri. 75

Şekil 2.39. a) Parlatma işleminde elmas solüsyon kullanımı b) numunenin parlatılması. 76

Şekil 2.40. a) Yüzeyi dağlamak için nital damlatılması b) optik mikroskop (Jenavert). 76

Şekil 2.41. Struers Vickers Mikrosertlik ölçüm cihazı. 77

Şekil 2.42. AE test ekipmanları; a) Dalga kılavuzu (waveguide) b) yüksek sıcaklık sensörü c) ön yükselteç (preamplifier). 78

Şekil 2.43. AE deney sistemi şematik gösterimi. 78

Şekil 2.44. Termal şok ve AE testi deney sistemi. 79

Şekil 2.45. AE testi sırasında monitörde görüntülenen AE sinyalleri. 79

Şekil 2.46. Termal şoklama ve AE test sistemi şematik gösterimi. 80

Şekil 3.1. t1 tabakalı numunede genel metalografik dağılım. 82

Şekil 3.2. n=1 FKM'de genel metalografik dağılım. 82

Şekil 3.3. Tabakalı t3 numunesinin sertlik değerleri. 83

Şekil 3.4. FKM n=0.1 numunesinin katmanlara göre ortalama sertlik değerleri. 84

Şekil 3.5. FKM n=1 numunesinin katmanlara göre ortalama sertlik değerleri. 84

Şekil 3.6. t1 katmanlı numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 85

Şekil 3.7. t1 katmanlı numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 85

Şekil 3.8. t1 katmanlı numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 86
Şekil 3.9. t2 katmanlı numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 86
Şekil 3.10. t2 katmanlı numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 87
Şekil 3.11. t2 katmanlı numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 87
Şekil 3.12. t3 katmanlı numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 88
Şekil 3.13. t3 katmanlı numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 88
Şekil 3.14. t3 katmanlı numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. ... 89
Şekil 3.15. n=0.1 FKM numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.... 90
Şekil 3.16. n=0.1 FKM numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.... 90
Şekil 3.17. n=0.1 FKM numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.... 91
Şekil 3.18. n=1 FKM numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. 92
Şekil 3.19. n=1 FKM numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. 92
Şekil 3.20. n=1 FKM numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü. 93
Şekil 3.21. Tüm numunelerin N30 çevrim sonundaki yüzey görüntüleri. 93
Şekil 3.22. t1 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri. 94
Şekil 3.23. t1 numunesinin 1 numaralı parça kesit yüzey görüntüsü. 95
Şekil 3.24. Kesit alınan t1 numunesinde çatlak oluşumu. 95
Şekil 3.25. t1 numunesindeki tabaka arası çatlak oluşumu. 96
Şekil 3.26. t2 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri. 97
Şekil 3.27. t2 numunesinin 2 ve 3 numaralı kesit yüzey görüntüleri. 97
Şekil 3.28. t2 numunesinin 2 numaralı parça kesit çatlak görüntüsü. 97
Şekil 3.29. t2 numunesinin 3 numaralı parça kesit çatlak görüntüleri. 98
Şekil 3.30. t3 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri. 98
Şekil 3.31. t3 numunesinin 1 numaralı parça kesit çatlakları. 99
Şekil 3.32. t3 numunesinin 3 numaralı parça kesit çatlakları. 99
Şekil 3.33. t3 numunesinde 1 numaralı parçada oluşan yatay ve dikey çatlaklar. 100

Şekil 3.34. t3 numunesindeki 3 numaralı parça kesit çatlak görüntüleri. 100

Şekil 3.35. n=0.1 numunesinin kesim öncesi ve kesim şekli görüntüsü. 101

Şekil 3.36. n=0.1 numunesinin 1 ve 2 numaralı parça kesit çatlakları. 101

Şekil 3.37. n=0.1 numunesinin 1 numaralı parçasının kesitindeki iki farklı çatlak görüntüsü. 102

Şekil 3.38. n=0.1 numunesinin 2 numaralı parça kesit çatlak görüntüsü..... 102

Şekil 3.39. n=1 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri..... 103

Şekil 3.40. n=1 numunesinin 1 ve 3 numaralı kesit yüzey görüntüleri..... 103

Şekil 3.41. n=1 numunesindeki 1 numaralı parça ana çatlak görüntüsü..... 104

Şekil 3.42. n=1 numunesindeki 3 numaralı parça kesit çatlak görüntüleri. 104

Şekil 3.43. Akustik emisyon verilerinin ayrıştırılması. 105

Şekil 3.44. Genlik/süre grafiğinde sinyal özellikleri. 106

Şekil 3.45. t1 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği. 106

Şekil 3.46. t1 numunesi genlik/süre sinyal grafiği. 107

Şekil 3.47. t1 için voltaj/zaman grafikleri. 107

Şekil 3.48. t2 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği. 108

Şekil 3.49. t2 numunesi genlik/süre sinyal grafiği. 108

Şekil 3.50. t2 için voltaj/zaman grafikleri. 109

Şekil 3.51. t3 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği. 110

Şekil 3.52. t3 numunesi genlik/süre sinyal grafiği. 110

Şekil 3.53. t3 için voltaj/zaman grafikleri. 110

Şekil 3.54. n=1 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği. 111

Şekil 3.55. n=1 numunesi genlik/süre sinyal grafiği. 112

Şekil 3.56. n=1 için voltaj/zaman grafikleri. 112

Şekil 3.57. n=0.1 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği. 113

Şekil 3.58. n=0.1 numunesi genlik/süre sinyal grafiği. 113

Şekil 3.59. n=0.1 için voltaj/zaman grafikleri. 114

GİRİŞ

Günümüzdeki bilimsel ve teknolojik ilerlemeler insanlığı sürekli olarak farklı arayışlara ve ihtiyaçlara yöneltmektedir. Bu ihtiyaçların başında koşulların sürekli değişmesiyle istenen özellikleri taşıyan mühendislik malzemelerinin geliştirilmesi ve özelliklerinin anlaşılması gelmektedir. Bu nedenle belli bir amaca hizmet eden ve kullanıldığı alanda iyi performans özellikleri sergileyen mühendislik malzemelerine devamlı ihtiyaç duyulmaktadır.

Son yıllarda havacılık, uzay, nükleer, savunma ve otomotiv sanayînde büyük ilerlemelere nispetle bu alanlarda ihtiyaç duyulan mühendislik malzemelerinin geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır. Nükleer reaktörlerdeki, kimyasal tesislerdeki ve yüksek hızlı uçaklardaki parçalar, basınçlı kaplar ve borular gibi yapısal bileşenler veya mekanik elemanlar yüksek sıcaklık, yüksek sıcaklık gradyanı ve döngüsel sıcaklık değişimleri nedeniyle termal yüklere maruz kalır. Bu nedenle çok işlevli, yüksek performanslı ve termal yüklere karşı etkin bir malzeme olan fonksiyonel kademelendirilmiş malzemeler (FKM'ler) ise sahip oldukları bu özellikler nedeniyle sıklıkla tercih edilmekle birlikte FKM'ler üzerinde araştırmalar hala devam etmektedir [1].

FKM'ler, kesit boyunca aynı özelliği gösteren homojen yapı yerine, malzeme kesitinde özelliklerin devamlı olarak değiştiği malzemeleri ifade eder. Genel olarak metal-seramik bileşimlerinden oluşan FKM'lerde elde edilen özellik malzemenin bir bölgesinin mekanik dayanımının, diğer bölgesinin ise ısıl dayanımının ön planda olmasıdır [2]. 1980'lerden sonra Japonya'da başlayan FKM ile ilgili çalışmalar özellikle yüksek sıcaklık uygulamaları konusunda bilim dünyasında önemli hale gelmiştir. Yüksek sıcaklıklara maruz kalan sistemlerde malzemenin yüksek sıcaklıklara karşı dayanımlı olması istenir. Bu nedenle termal bariyer kaplama (TBK) uygulamaları yüksek sıcaklığa maruz kalan bölgeler için tercih edilmiş fakat ısıl gerilmelerin malzemenin bağlanma bölgelerinde çeşitli deformasyon tiplerine sebep olması ile bu

yöntemin dezavantajı ile karşılaşılmıştır. Isıl gerilmelerin sebebiyet verdiği çatlak ve kırık gibi deformasyonların FKM sayesinde önüne geçilmeye çalışılmıştır. Ortaya konan çalışmalar neticesinde ise FKM'lerin daha verimli ve etkin olduğu anlaşılmıştır [3]. Böylece önceleri ısı kalkanı olma özelliği ile uzay taşıtları için geliştirilen FKM'ler daha sonra endüstriyel malzemeler, biyomalzemeler, enerji malzemeleri, optoelektronik gibi birçok alanda da faydalanılan malzemeler olarak öne çıkmıştır [4].

FKM'ler için en çok tercih edilen malzeme kompozisyonu, metal ve seramiğin beraber kullanıldığı bileşimlerdir. Bunlar içerisinde ise demir (Fe) elementi kolay şekillendirilebilen, yüksek tokluğa sahip, dövülebilirliği iyi, yüksek mukavemetli ve doğada en çok bulunan metallerden biri olma özelliğine sahiptir. Maliyet açısından avantajlı olmasıyla beraber sanayide birçok alanda tercih edilir. Bor karbür (B_4C) ise, yüksek termal kararlılığa sahip, hafif ve sertlik açısından son derece iyi olan ve özellikle balistik malzeme olarak en çok tercih edilen malzemelerin başında gelmektedir [5]. Elmas ve kübik bor nitrürden sonra B_4C'nin en sert malzeme olduğu bilinmektedir [6]. Ayrıca B_4C, silisyum karbür (SiC) ve alüminyum oksit (Al_2O_3) gibi diğer yaygın kullanılan seramik takviyelere göre daha düşük yoğunluğa sahiptir [7]. Bu nedenle en ideal FKM yapılarından birisi de Fe/B_4C esaslı kompozitlerdir.

Akustik emisyon (AE) tekniği ise bir tahribatsız malzeme muayenesi (TMM) tekniğidir. AE; yerel bir kaynaktan yayılan enerji salınımı ile geçici elastik dalgaların oluşumunu ifade eder. Bu yöntem FKM gibi birçok malzemenin hasar karakterizasyonu için kullanılabilmektedir [8].

Bu çalışmada Fe ve B_4C tozları ile üretilen metal matrisli kompozit malzeme sınıfına giren ve ısı kalkanı olarak kullanılabilen fonksiyonel kademelendirilmiş malzemelerde ve tabakalı (fonksiyonel geçişi olmayan) malzemelerde termal şok ile oluşan çatlaklar incelenmiş ve daha sonra termal şoklama sırasında hasarla ilgili durumlar AE tekniği kullanılarak değerlendirilmiştir.

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER ve LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Problemin Durumu

Fonksiyonel kademelendirilmiş malzemeler yüksek sıcaklık uygulamalarında sıkça kullanılmaktadır. Özellikle metal-seramik kompozisyonuna sahip bu malzemelerde termal şoka bağlı hasar analizi ile hasar karakteristiğini açığa çıkarmak birçok soruya cevap niteliğinde olacaktır. İstenen özelliklere daha uygun malzemeler geliştirilebilecektir. Teknolojide daha etkin malzemeler geliştirebilmek için bu çalışmanın fayda sağlayacağı düşünülmektedir.

1.2. Araştırmanın Amacı

Yapılan çalışmada etkin bir mühendislik malzemesi olan Fe/B_4C FKM'lerin ve tabakalı olarak üretilmiş Fe/B_4C metal matrisli kompozit (MMK) malzemelerin termal şok davranışları incelenmiş ve akustik emisyon (AE) tekniğinden de yararlanılarak malzemenin termal şok altında hasar karakterizasyonunu ortaya koymak amaçlanmıştır.

1.3. Araştırmanın Önemi

Fonksiyonel kademelendirilmiş malzemeler; homojen bir yapıya sahip olmayan, yapısında farklı türde malzemeleri barındıran iki veya daha çok türde malzeme içeren malzeme çeşitleridir [9]. Fonksiyonel kademelendirilmiş malzemelerin en belirgin ve en önemli özellikleri derecelendirilmiş yapısından dolayı bünyelerinde birçok özelliği bir arada taşımalarıdır. Japonya ve ABD gibi ülkelerde FKM konusu büyük bir ilgi ile karşılanmış ve özellikle 1980'den sonra FKM'lerin üstün özellikleri olan malzemeler olduğu sonucuna varılmıştır. Uzay araçlarında düşük ısıl gerilmeler elde edebilmek amacıyla kullanılabilmelerinin yanında havacılık, savunma, deniz, otomotiv, nükleer, inşaat, elektronik, biyomekanik, makine ve imalat gibi mühendisliğin birçok alanında çokça tercih edilmeleri bu konunun önemini bir hayli artırmaktadır [4].

Yüksek ergime sıcaklığı (1538°C) ve 7,87 g/cm^3 yoğunluk değerine sahip olan Fe yeryüzünde en çok bulunan metallerin başında gelmektedir. Dövülebilirlik, tokluk ve kolay şekillendirilebilirlik açısından iyi olan Fe, manyetik özelliğe de sahiptir. Diğer taraftan B_4C seramik esaslı bileşik ise ileri teknoloji ham maddesidir. Sertlik ve mukavemet değeri yüksek, erime noktası yüksek (2350°C), korozyon ve aşınma direnci çok iyi, yüksek ısıya karşı dayanıklı ve hafif olması (yoğunluk: 2,52 g/cm^3) gibi özellikleriyle ön plana çıkmaktadır [5]. Bor karbür, zırh malzemesi olarak tercih edilmesinin yanı sıra kesici takımlarda, yüzeylerin sertleştirilmesinde ve birçok uygulamada yararlanılan bir malzemedir [10]. Sahip oldukları bu özellikler sayesinde Fe/B_4C kullanılarak üretilen FKM'lerin daha birçok alanda potansiyel olarak kullanılabilecek bir malzeme olması onları literatürde sıklıkla araştırılan önemli bir konu hâline getirmiştir. Bu tez çalışmasında bu amaçla Fe/B_4C FKM ve tabakalı üretilmiş MMK malzemelere termal şok uygulanarak metalografik inceleme yapılmış ve AE tekniği ile bu malzemelerin mekanik karakterizasyonları ortaya koymak hedeflenmiştir.

1.4. Malzemelerin Sınıflandırılması

Belli bir amacı gerçekleştirmeye yönelik ihtiyaç duyulan maddelere malzeme denir. Mühendislik uygulamalarında kullanılan malzemelere ise mühendislik malzemesi adı verilir ve genel olarak metaller, seramikler, polimerler ve kompozit malzemeler olarak sınıflandırılabilir (Şekil 1.1) [11].



Şekil 1.1. Malzemelerin genel sınıflandırılması.

1.4.1. Metaller

Demir, alüminyum, bakır, krom, nikel, magnezyum, volfram, çinko, gümüş, kalay ve titanyum gibi elementler ve bu elementlerin diğer elementlerle birlikte oluşturdukları alaşımlar metalik malzeme grubundadır [12].

1.4.2. Seramikler

Metaller ve metal olmayan elementlerin oluşturdukları bileşiklerdir. Oksit, karbür, nitrür ve silikat seramik çeşitleri vardır. Başlıca seramikler; B_4C (bor karbür), SiC (silisyum karbür), WC (tungsten karbür), Fe_2O_3 (demir oksit), Al_2O_3 (alümina), ZrO_2 (zirkonya), MgO (magnezyum oksit), TiN (titanyum nitrür), AlN (alüminyum nitür), BN (bor nitrür) gibi bileşikler veya tuğla, cam, porselen gibi malzemelerdir [12].

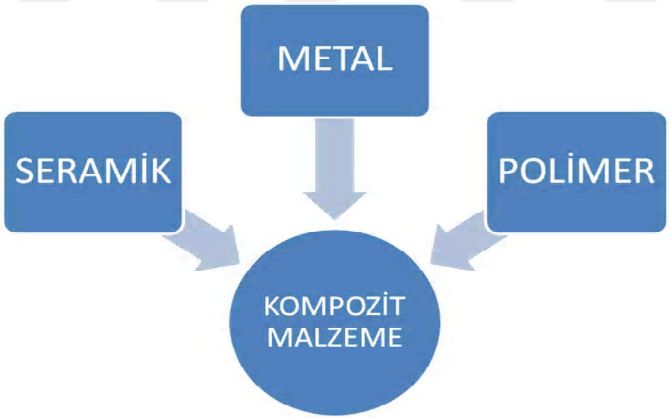
1.4.3. Polimerler

Uzun zincirli molekül yapılarıdır. Termoplastik, elastomer ve termoset olarak sınıflandırılırlar. Polipropilen (PP), Polietilen, politetrafloraetilen (teflon), PVC (polivinilklorür) ve poliesterler örnek verilebilir [12].

1.4.4. Kompozit (Karma) Malzemeler

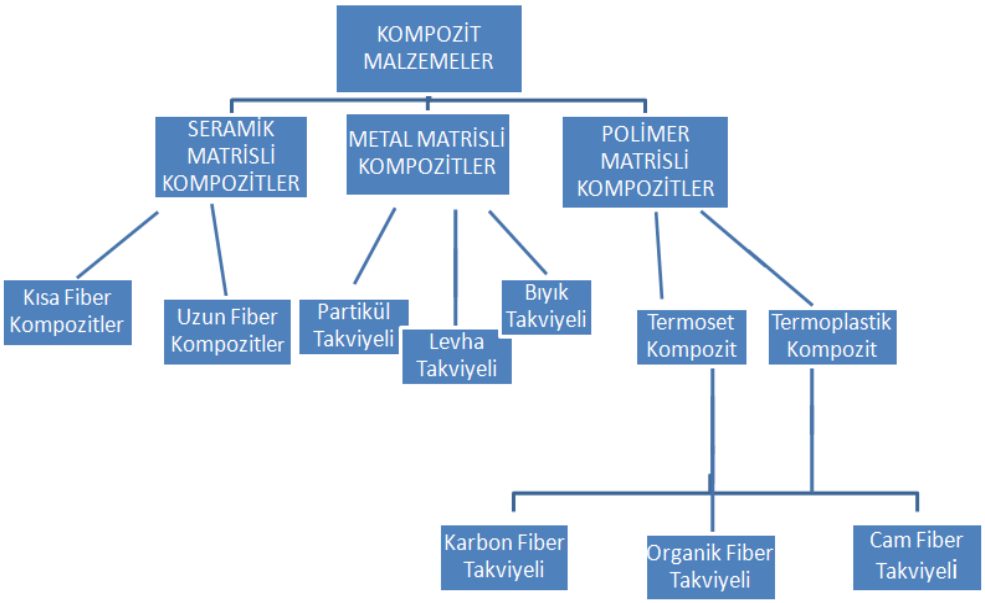
Kompozit malzemeler; yapı olarak farklı tipteki malzeme türlerinin bir araya geldiği ve istenen özelliklerin tek bir malzemede toplanmasının amaçlandığı ve optimum özelliklerin ortaya çıktığı malzeme çeşididir [13,14]. Kompozit malzemeleri oluşturan elemanlar ise matris elemanı ve takviye elemanıdır. Matris kısmı kompozit malzemenin ana iskelet fazını oluştururken, takviye elemanı ise malzemeyi güçlendiren fazdır. Matris fazının yapısına göre; metal matrisli, seramik matrisli ve polimer matrisli kompozit malzemeler şeklinde sınıflandırılırlar. Takviye malzemesine göre ise; elyaf takviyeli, parçacık takviyeli, tabakalı ve karma kompozitler olarak sınıflandırılırlar. Mikro düzeyde homojen özellik gösterirler [11].

Kompozit malzemeler; içerdikleri matris malzemesine göre kendi içlerinde metal matrisli kompozitler, seramik matrisli kompozitler ve polimer matrisli kompozitler olarak ayrılırlar (Şekil 1.2) [13,14].

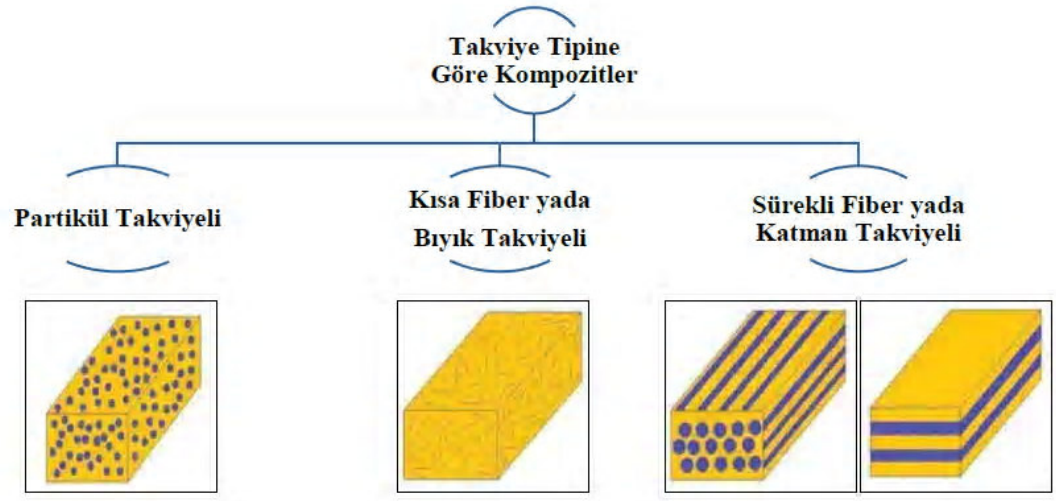


Şekil 1.2. Kompozit malzemelerin bileşenleri.

Kompozitler matris malzemesine göre ve takviye tipine göre de sınıflandırılabilirler. Kompozitler Şekil 1.3'te sınıflandırılmıştır. Takviye şekillerinin detaylı gösterimi ise Şekil 1.4'te verilmiştir.



Şekil 1.3. Kompozitlerin sınıflandırılması [15].



Şekil 1.4. Kompozitlerin takviye tipine göre detaylı gösterimi [16].

1.4.4.1. Metal Matrisli Kompozitler

Metal matrisli kompozit (MMK) malzemeler ise esas (ana) malzeme yapısında metal ve alaşımlarını bulunduran malzeme çeşitleridir [11]. Bu malzemeler 1960'lı yıllardan sonra yüksek sıcaklığa dayanımı artırmak amacıyla geliştirilmiştir [13].

MMK'lerde ise birçok üretim tekniği bulunmaktadır (Şekil 1.5). Yapılan çalışmaların istatistiksel verileri göz önüne alındığında, endüstride en çok tercih edilen MMK üretim yönteminde ilk sırada emdirme (sızdırma), 2. sırada ise katı fazdan üretim yöntemi olarak toz metalurjisi (TM) gelmektedir [13]. TM yönteminden en çok havacılık ve uzay sanayî ile otomotiv sektöründe etkin şekilde yararlanılmaktadır [17].

Metal matrisli kompozitlerin sağladığı avantajlar şu şekilde sıralanabilir:

• Darbe dayanımları ve toklukları yüksektir.

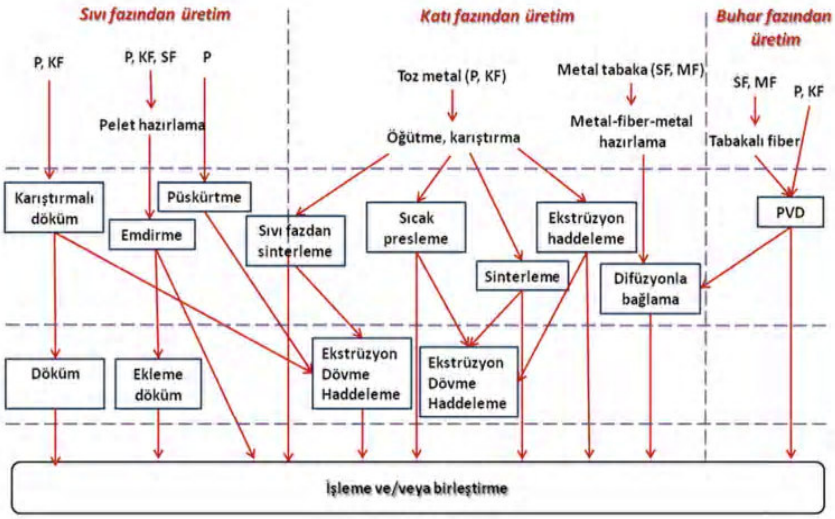
• Esneklik modülleri yüksektir.

• Isıl ve elektriksel iletkenlikleri yüksektir.

• Yüzey sertlikleri yüksektir.

• Öz kütleleri düşüktür.

• Mukavemet değerleri yüksektir [13].



Şekil 1.5. Metal matrisli kompozitlerin üretim teknikleri [13].

P: Partikül Takviyeli Metal Matrisli Kompozit, MF: Monofilament Takviyeli MMK

KF: Kısa Fiber Takviyeli MMK, SF: Sürekli Fiber Takviyeli MMK

1.4.4.2. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzemeler

Yüksek sıcaklık uygulamaları, uzay araçları, endüstriyel uygulamalar gibi alanlarda alaşımlar, kompozitler ve kaplamalardan yararlanılmaktadır. Özellikle ısıl proseslerde malzemelerin yüksek ısıdan olumsuz etkilenmelerini en aza indirmek gerekir. Bu

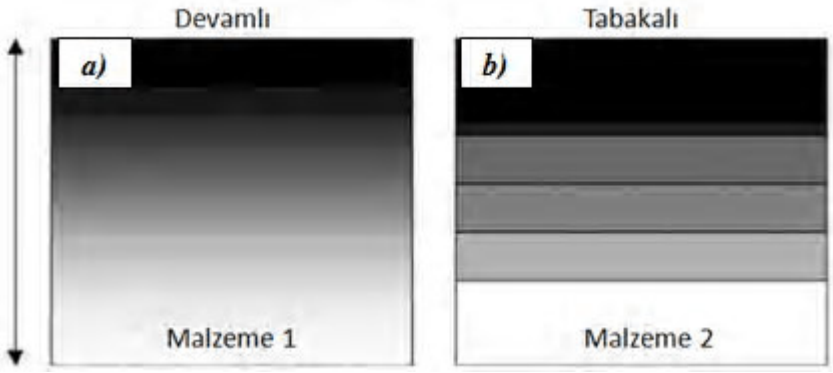
amaçla yüksek sıcaklık etkisi altında kalan malzemelerin dayanımını daha da iyileştirmek amacıyla TBK'lar kullanılmaktadır. Fakat kaplama malzemesi olarak kullanılan seramikler ve ana malzeme olarak tercih edilen metallerde termal genleşme katsayıları farklılık gösterir. Dolayısıyla malzemelerin bağlanma bölgelerinde termal gerilmeler oluşur. Sonuç olarak malzemede arayüz çatlakları ve kırılmalar meydana gelir. Gelişen teknoloji ile istenen ideal malzeme türünü elde edebilmek amacıyla yeni türde malzemeler üretilebilmektedir. Son yıllarda tercih edilen bu malzeme türlerinden birisi de FKM'lerdir. Bu malzemeler ile artık ve termal gerilmelerin önüne geçmek amaçlanır [3,4].

Bünyesinde farklı türde malzemeler içeren, bir gradyant ile kademelendirilerek üretilmiş, farklı malzeme özelliklerinin tek malzemede birleştiği kompozit malzemelere FKM denir. Bu malzemeler, içerisinde kademeli olarak değişen özelliklere sahiptir. Genellikle tercihen metal ve seramik karışımı olarak üretilen FKM'lerde malzemenin katmanlı yapısından dolayı malzemenin bir bölgesi yüksek mekanik mukavemet değerine başka bir bölgesi ise yüksek ısıl direnç değerine sahip olur. Dolayısıyla malzemede; yüksek mukavemet ve yüksek ısıl dayanım gibi özellikler beraber bulunmaktadır [2]. Örneğin Fe/B_4C ile üretilen FKM'lerde yüksek sıcaklık değerlerinde bor atomlarının demir yüzeyine difüze olmasıyla in-situ (yerinde sentezlenen) reaksiyon ile demir borür (Fe_2B/FeB) yapılarının oluşması sağlanır. Bu durum ise malzeme içerisinin ve yüzeyinin farklı özelliklerde olması anlamına gelir [18]. Malzemenin iç kısmı daha tok bir yapıda iken malzemenin dış yüzeyi termal mukavemeti daha yüksek bir yapıdadır. Metal-seramik FKM uygulamalarında yüksek sıcaklığa maruz kalan bölge, malzemede seramiğin en yoğun olduğu taraftır [10].

FKM'lerde dereceli yapı, devamlı derecelendirilmiş ve tabakalı derecelendirilmiş olarak ikiye ayrılabilir (Şekil 1.6) [19]. Şekil 1.7' de bu ayrım net olarak görülebilir. Devamlı derecelendirilmiş yapılarda mikroyapı ve malzeme bileşimi konuma göre sürekli olarak değişir. Malzeme özelliğindeki değişim daha yumuşak karakterlidir. Tabakalı derecelendirilmiş yapılarda ise arayüze sahip çok katmanlı bir yapı vardır. Mikroyapı ve malzeme bileşimi adım adım değişir. Malzeme özelliğindeki değişim biraz daha net ve keskindir.



Şekil 1.6. FKM'lerin yapısına göre sınıflandırılması.



Şekil 1.7. a) Devamlı derecelendirilmiş ve b) tabakalı derecelendirilmiş FKM'ler [1].

1.4.4.2.1. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzemelerin Tarihsel Süreci

FKM'nin ortaya çıkışı, özellikle uzay araçlarında, 1000°C üzerine çıkan sıcaklık bölgelerinde yüksek sıcaklık etkisiyle ısıl gerilmelerin oluşması sonucu TBK'ların yetersiz kalmasına dayanmaktadır. Bu problemi ortadan kaldırmak amacıyla 1984-1985 yıllarında Japonya'da bir üniversitede uzay ve hava araçları için yapılan AR-GE çalışmaları kapsamında ilk FKM hamlesi yapılmıştır. 1987 yılında FKM üzerine çalışmış araştırmacılar bir araya getirilmiş ve bu tarihten itibaren 4 yıl boyunca farklı kurum ve şirketlerden katılan birçok araştırmacı tarafından FKM üzerine bir araştırma projesi yürütülmüştür. FKM konusunda ilk uluslararası konferans ise 1990 yılında Japonya'nın Sendai şehrinde düzenlenmiştir. 1992 yılında ise, FKM 10 ileri teknoloji arasına girmiş ve küresel bir teknoloji haline gelmiştir [3,20,21]. Böylece bu teknolojik

ilerlemeler sonucu malzemelerin istenen özellikleri karşılayabilmesi amacıyla yeni türde malzemeler üretilebilmektedir.

FKM'ler farklı gradyant türlerine göre de sınıflandırılabilmektedir (Şekil 1.8). Fakat en çok kullanılan gradyant ise ana başlıkta üzerinde durulan kompozisyonel veya kimyasal gradyanttır.

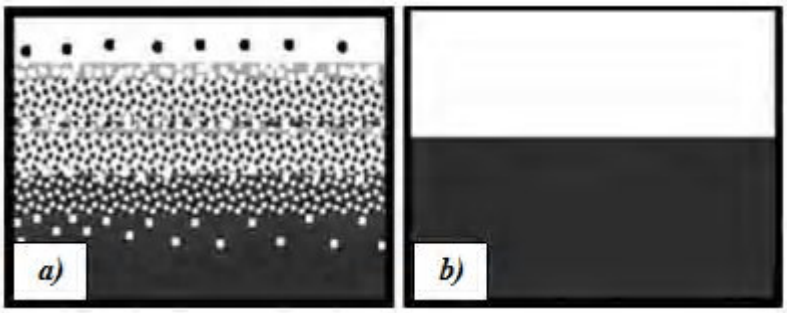


Şekil 1.8. FKM'lerde farklı gradyantlar [22].

Malzeme içerisindeki kompozisyon değişkenlik gösterdiği için malzemenin her bölgesi farklı özelliktedir. Bir malzemenin yüksek mukavemet ve iyi ısıl direnç gibi özelliklere sahip olması istendiğinde metal ve alaşımları yetersiz kalabilmektedir. Dolayısıyla araştırmacılar yeni malzemeler üretme ihtiyacı duymuşlardır. Bu noktada genellikle ısıl gerilmeleri azaltmak için FKM'lerden yararlanılmaktadır [4].

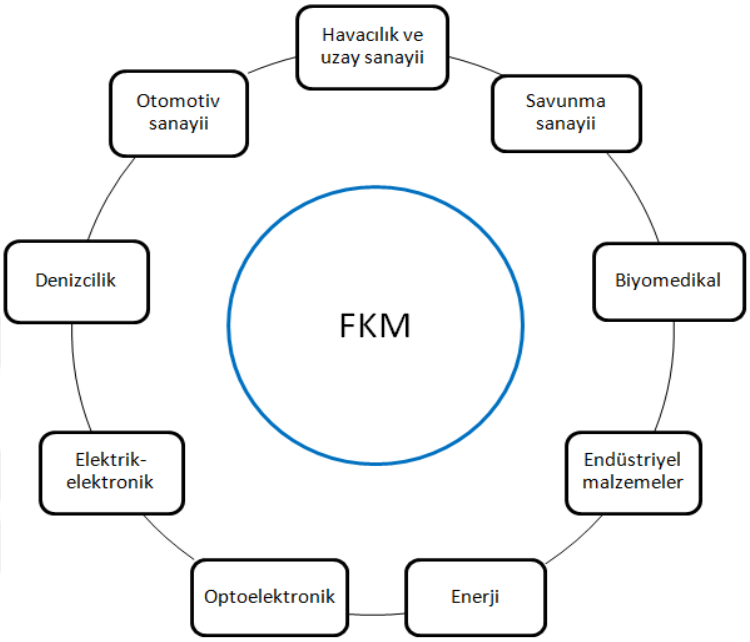
Genellikle FKM olarak metal ve seramik kompozitleri çokça tercih edilmektedir. Metalde tokluk, işlenebilirlik; seramikte ise yüksek ısıl direnç ve mukavemet değeri ile düşük yoğunluk gibi özellikler tek bir malzemede birleştirilebilir [23].

Şekil 1.9'da FKM ve geleneksel kompozit malzemelerdeki yapısal farklılık görülmektedir.

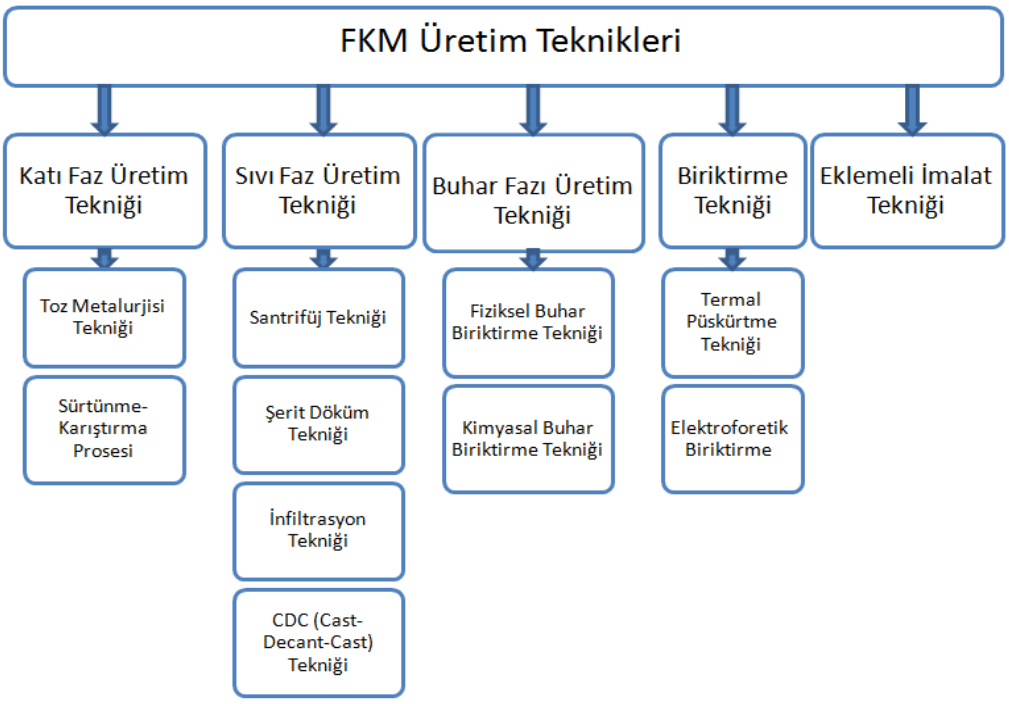


Şekil 1.9. a) FKM b) geleneksel kompozit malzeme gösterimi [1,22].

FKM'lerin uygulama alanları Şekil 1.10'da gösterilmektedir. FKM üretimi ise birçok farklı yöntem ile geniş bir yelpazede yapılabilmektedir. Genel olarak tüm üretim teknikleri ise Şekil 1.11'de gösterilmektedir [1,4,22].



Şekil 1.10. FKM'lerin uygulama alanları.



Şekil 1.11. FKM üretim metotları [22].

1.4.4.2.2. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzemelerin Avantajları

✓ Özellikle termal yükleme uygulamalarında kullanımları elverişlidir.

✓ Tabakalı kompozitlerdeki iki farklı malzemenin neden olduğu keskin arayüz sorunu, FKM'lerde kademelendirilmiş yapı nedeniyle olmadığı için delaminasyon problemi ile daha az karşılaşılır.

✓ Üretilebilmeleri için farklı tekniklerden yararlanılabilir.

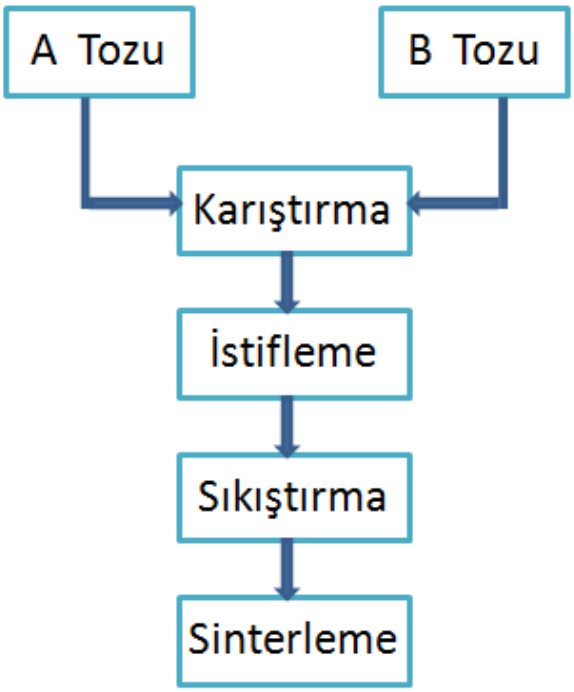
✓ Savunma, havacılık, otomobil, denizcilik ve endüstriyel uygulamalar gibi çok geniş bir uygulama alanına sahiptirler.

✓ Bünyelerinde birden çok malzeme türünü içerdikleri için farklı tip malzeme özelliklerini tek malzemede taşırlar.

✓ Yüzey kaplamalarına göre homojen bir yapıya sahiptirler. Dolayısıyla malzemede kendine özgü tek tip bir yapı oluşur.

1.4.4.2.3. Fonksiyonel Kademelendirilmiş Malzeme Üretiminde Toz Metalurjisi Tekniği

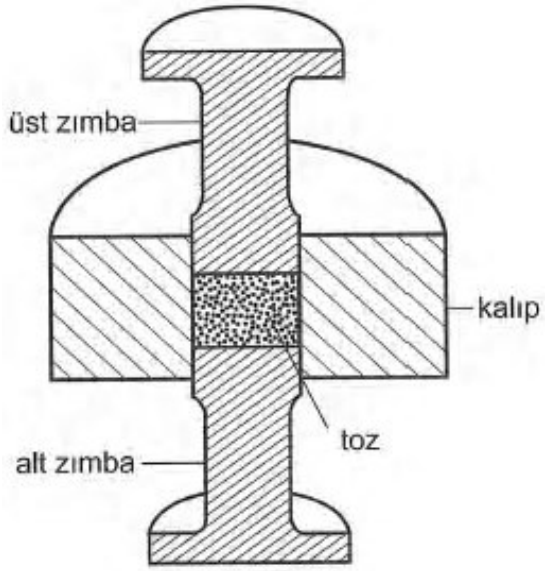
FKM üretimi için eski ve etkin bir yöntem olan TM yöntemi katı hal üretim tekniği sınıfına dahildir. Bu teknikte üretim aşaması karıştırma, istifleme, presleme ve sinterleme olmak üzere 4 temel basamaktan oluşur (Şekil 1.12) [22].



Şekil 1.12. Toz metalurjisi tekniğinde malzeme üretim aşamaları [22].

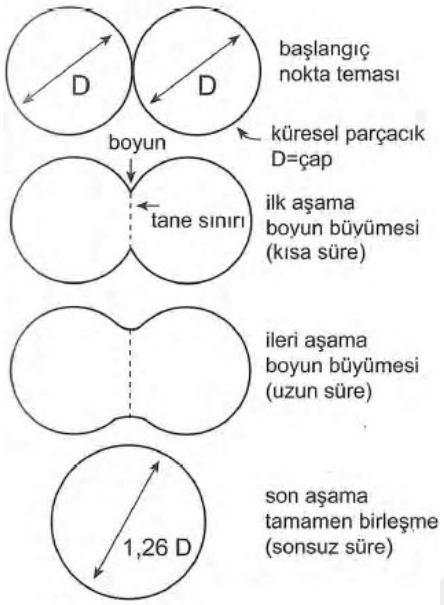
- **Karıştırma:** İlk adım olan karıştırma aşamasında, üretimde kullanılacak malzemelerin tozları belirlenen gradyant değerine göre hazırlandıktan sonra karıştırıcı vasıtasıyla belli bir süre ile karıştırılır.
- **İstifleme:** Karıştırılan tozlar önceden malzemeye göre tasarlanmış bir kalıpta kademeli bir kompozisyon elde etmek için belli bir sıra ile kalıp içerisine istiflenir.
- **Sıkıştırma (Presleme):** Sıkıştırma veya kompaktlama olarak da bilinen bu aşamada, kalıpta istiflenen toz karışımlarına zımba vasıtasıyla basınç uygulanır (Şekil 1.13). Presleme ile tozların, bir malzeme şeklini alması sağlanır. Bu aşama sonucu elde edilen malzeme, elle tutulabilir ve belli bir mukavemete sahip olsa bile kuvvetli bağlar içermez ve kırılgan yapıdadır. Malzemenin esas mukavemet kazandığı aşama presleme aşaması değil, sinterleme aşamasıdır. Sıkıştırma kalıplarında tasarım; pres, parça şekli ve toz dikkate alınarak gerçekleştirilir [24,25,26].

Presleme işlemi sonucu elde edilen malzemelerin mukavemet değeri düşüktür. Bu aşamada malzemelerin sahip olduğu mukavemet değerine ham mukavemet (green strenght) denir ve malzeme bu aşamada sadece şeklini koruyacak dayanıma sahiptir [26].



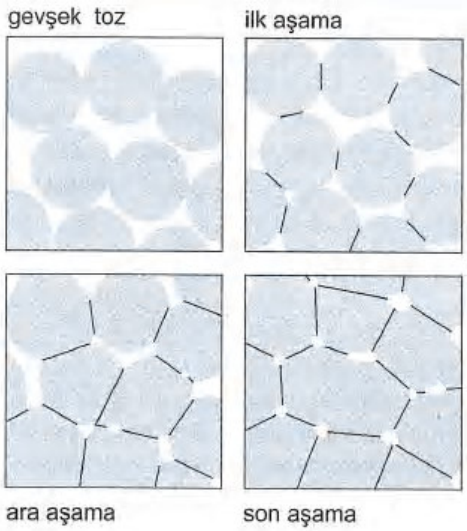
Şekil 1.13. Sıkıştırma işleminde zımba ve kalıp seti örneği [24].

- **Sinterleme:** Üretim tekniğinin son aşaması olan sinterleme, malzeme içerisinde birbirine temas eden parçacıkların bağlanması için uygulanır. Malzemenin belli bir süre boyunca yüksek bir sıcaklığa maruz bırakılması ile atomların yayınımı (difüzyon) sonucu malzeme mukavemetinde artış sağlanır [25]. Malzeme, mikroyapı ölçeğinde incelendiğinde bağlanmanın boyunlaşma ile gerçekleştiği görülür. Sinterleme ile malzemede boyun büyüklüğü artar. Boyun büyümesi, parçacıkların temas noktasında tane sınırı oluşmasına neden olur. Sinterlemenin sonucunda ise tane boyutu artmış olur (Şekil 1.14). Sinterleme prosesinde, küçük parçacıklarda yüzey enerjisi azalması meydana gelir. Sinterleme işlemi basınçlı ve basınçsız sinterleme olarak farklı şekillerde uygulanabilir. Sinterleme işlemi, elektrikli fırın sinterlemesi, indüksiyonla ısıtma ve kıvılcım plazma sinterlemesi gibi yollarla gerçekleştirilebilir [24].



Şekil 1.14. Sinterleme sırasındaki parçacıklar arası etkileşim [24].

Sinterlemenin ilk aşamasında küçük boyun, küçük tane boyutu ve köşeli gözenekler vardır. İlk aşamada boyun büyüklüğü oranı X/D 0.3'ten azdır. Ara aşamada tane boyutu ilk parçacık boyutundan büyüktür. Boyun bölgeleri tamamen birleşmemiştir. Gözenekler ilk aşamaya göre düzgün hale gelmiş ve biraz daha kapanmıştır. Bu aşama yoğunluğun %92'ye çıkmasına kadar devam eder. Son aşamada ise aşırı tane irileşmesi meydana gelmiştir. Gözenekler daha da kapanmış ve küresel bir hal almıştır (Şekil 1.15) [24].



Şekil 1.15. Malzemedeki tanelerin sinterleme aşamalarındaki görünümü [24].

Sinterlemede, sinterlenecek malzeme tek çeşit malzemeden oluşuyorsa sistem tek bileşenli, birden fazla çeşit malzemeden oluşuyorsa çok bileşenlidir. Tek bileşenli sistemde sinterleme işlemi malzemenin ergime sıcaklığının 0.8 katına çıkılarak uygulanır. Çok bileşenli sistemlerde ise sinterleme sıcaklığı, en düşük ergime sıcaklığına sahip malzemenin ergime sıcaklığının hemen altında uygulanır. Sinterleme işleminde ergime sıcaklığının altındaki sinterlemeler katı faz sinterlemesi, ergime sıcaklığının üzerindeki sinterlemeler ise sıvı faz sinterlemesi adını alır [26].

Tüm aşamalarından bahsedilen TM ile üretimin diğer tekniklere göre bazı avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Bu karşılaştırma Tablo 1.1'de gösterilmiştir.

Tablo 1.1. Toz metalurjisi tekniği ile üretimin avantaj ve dezavantajları [25].

TM Tekniğinin Avantajları	**TM Tekniğinin Dezavantajları**
Boyut kontrolü bakımından döküm yöntemlerine göre üstünlük	Takım, ekipman ve tozların yüksek maliyeti
İşlenmesi zor bazı metallerin bu yöntemle şekillendirilebilmesi	Tozların depolanması ve nakliyesi
Son şekil veya son şekle yakın olarak seri üretilebilmeleri	Presleme sırasında metal tozlarının kalıp içinde akmama nedeniyle parça geometrisindeki sınırlamalar
İstenilen oranlar toz karışımı sırasında ayarlanarak bileşimin kontrol edilebilmesi	Karmaşık geometrilerde parça boyunca yoğunluktaki değişimler

1.5. Fe/B_4C Metal Matrisli Kompozit (MMK) ile İlgili Çalışmalar

Hamamcı ve arkadaşları [18] kompozit malzemelerde sinterleme sıcaklığı parametresinin etkisini incelemişlerdir. Çalışmalarında farklı hacimsel oranlarda takviye elemanı kullanmışlardır. 1000°C, 1150°C ve 1300 °C sıcaklıklarda Fe/B_4C kompozit malzemeler üretmişler, sertlik ve porozite özelliklerini araştırmışlardır. Sonuç olarak ise, en yüksek sertlik değerini %20 B_4C içeren kompozit malzemede 1300°C'de elde etmişlerdir. Bununla beraber, çalışmada sonuç olarak takviye oranının artışı

malzemedeki poroziteyi artırmış, yoğunluğu ise düşürmüştür. Çalışmalarında üretim esnasında tozlar hassas terazide tartılmış ve ardından karıştırıcı ile 1 saat süre ile tozların karışması sağlanmıştır. Laboratuvar şartları incelendiğinde ise, numune 30 dk boyunca 500°C sıcaklıkta bekletilirken hidrolik preste numuneye 700 MPa basınç uygulanmıştır.

Özusta ve arkadaşları [27] yaptıkları çalışmada TM yöntemini kullanarak metal matrisli kompozit malzeme üretimi yapmışlardır. Yaptıkları bu çalışmada paslanmaz metal (çelikler) ile B_4C karışımı sağlayarak pres cihazında 45 MPa basınç ve 900°C'de presleme uygulayarak numune üretimi gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada %5, %10 ve %15 oranlarında B_4C kullanmışlar ve üretim sonucu ortaya çıkan malzemelerin mikroyapı incelemesini ve sertlik analizlerini yapmışlardır. Çalışma sonucunda ise B_4C takviyesinin artışının sertlik derecesini de artırdığı tespit edilmiştir.

Hamamcı ve arkadaşları [28] TM yöntemi ile Fe-B_4C FKM üretimi yapmışlardır. Numunelerin toplam kalınlık değeri 10 mm olacak şekilde n=1 lineer değişkenli kompozit malzeme üretmişlerdir. Yapılan çalışmada üretim aşamasında tozlar H13 kalıbına serilmiş sonrasında ise pres yardımı ile 600 MPa basınç değerinde sıkıştırılmıştır. Daha sonra ise 30 dk boyunca numuneler 500°C'de 600 MPa basınca maruz bırakılmıştır. Sonrasında ise 30 dk boyunca 1000°C'de sinterleme işlemi uygulanmıştır. Daha sonra ise termal şok testleri ile yapısal ve mekanik özellikler incelenmiş ve bazı çıkarımlar yapılmıştır. Yapılan termal şok deneylerinde farklı sıcaklıklarda farklı termal çevrimler uygulanmıştır.

Medvedovski ve arkadaşları [29] çalışmalarında çıplak çelik ile termal difüzyon yöntemini kullanarak ürettikleri borlanmış çeliğin aşınmaya ve korozyona karşı malzeme davranışlarını karşılaştırmalı ortaya koymuşlardır. Elde edilen kaplamalar ise SEM ile incelenmiştir. Çalışmada sertlik değerleri de ölçülmüş ve borlanmış tabaka sertliğinin karbon çeliklerinin sertliklerine kıyasla 10 kat daha fazla olduğu ortaya konmuştur. Ayrıca aşınma ve korozyona karşı da demir borür yapılarının malzemeye olumlu yönde etkilerinin olduğu açığa çıkmıştır. Yapılan bu çalışmada yüzey morfolojisi incelendiğinde borlanmış yüzeylerde testere dişi görünümü elde edilmiş ve malzeme iç kısımlarında daha çok Fe_2B, yüzeyde ise daha çok FeB yapılarına rastlanmıştır. FeB fazı ise Fe_2B fazından daha sert bir yapıya sahiptir.

Arteaga ve arkadaşları [30] yaptıkları çalışmada AISI 316L paslanmaz çelik malzemesini ele alarak üzerinde borlama işlemi gerçekleştirmişlerdir. Numunelere 850°C, 950°C ve 1050°C'de 2, 4 ve 6 saat boyunca borlama işlemi gerçekleştirmişlerdir. Sonuçta sıcaklığın artışı FeB tabakasının Fe_2B'den daha kalın olmasına neden olmuştur. Yüzey sertlikleri incelendiğinde ise 1050°C'de daha sert yüzeyler elde edilmiştir. Bununla beraber yüksek sıcaklık düşük süre ilişkisinin malzemenin tribolojik özelliklerine daha iyi etkidiği belirlenmiştir.

Hamamcı ve arkadaşları [31] yaptıkları çalışmada, sinterleme süresinin Fe/B_4C-B kompozitlerin üretiminde sinter işleminde sürenin etkisini ortaya koymaya çalışmışlardır. Bu çalışmada katı halde üretim tekniklerinden olan TM yöntemini kullanarak metal matrisli kompozit malzeme üretmişler ve numuneleri 1150°C'de 30, 60, 90 ve 120 dk sinterleme sürelerine maruz bırakmışlardır. Çalışma sonucunda porozitenin ve sertliğin artışı ile takviye elemanı oranının artışının paralellik gösterdiği belirlenmiştir. Sinterleme süresinin artışı ile B (Bor) oranının matris bölgelerinde arttığı görülmüştür. Malzemede sertlik değerine en çok etkiyen değişkenin ise B_4C takviye oranının artışı olduğu sonucuna varılmıştır. Fe-Fe_2B yapılarının oluşumları ve özellikleri öncelikli olarak takviye elemanına (B_4C-B), ikinci olarak ise sinterleme süresi, sıcaklığı gibi parametrelerine bağlı olduğu gözlenmiştir. Çalışmada SEM, XRD ve EDX analizleri de yapılmıştır.

Nair ve arkadaşı [32] yaptıkları çalışmada farklı hacim oranlarında B_4C (%0.5, %10, %20, %30) içeren Fe-B_4C metal matrisli kompozit malzeme numunelerini sıcak presleme yöntemi ile elde etmişlerdir. Preslemede 250 MPa basınç, 500°C altında uygulanmıştır. Ardından numunelere 1000°C'de sinterleme işlemi uygulamışlardır. Çalışmada; matriste in-situ reaksiyonlar ile meydana gelen demir borür fazlarının incelemesi yapılmıştır. Mekanik davranışlar ise darbe testleri ile incelenmiştir.

Nowackı ve Klımek [33] yaptıkları çalışmada; sinterleme süresinin ve B_4C (takviye elemanı) miktarının artışı, demir borür yapılarındaki artış ile sertliğin artmasına sebep olduğunu tespit etmişlerdir. Çalışmada sinterleme süresinin artışı ile Fe_2B fazında ve Fe_2B tane boyutunda artış ve porozite yoğunluğunda azalma görülmüştür. Bor konsantrasyonunun artışı ile gözeneklilik (porozite) de artmıştır.

Korol'kov ve Kibak [34] yaptıkları çalışmada demir tozu ve borun sinterlenmesine ilişkin çıkarımlar yapmışlardır. Bu çalışma özellikle 800°C'ye kadar bor ilavesinin B ve

Fe tozunun sinterlemesini önemli ölçüde iyileştirdiğini ortaya koymuştur. Üretilen numuneler 1160°C'de 45 dk sinterlemeye tabi tutulmuştur.

Ozdemir ve arkadaşları [35] yaptıkları çalışmada borlama sonucunda malzemenin tabaka sertlikleri farklılık göstermektedir. Malzemede borür tabakasının sertliği 1700 HV iken, demir bölgesindeki sertlik değeri 130 HV ölçülmüştür. Borür tabakasının kalınlığı süre ve sıcaklık gibi parametrelere bağlı olarak 22 ile 43 mikrometre arasında değişmektedir. Borit tabaka kalınlığı borlama süresinin artışı ile parabolik olarak artış göstermektedir Çalışmada; malzeme yüzeyindeki katmanlardan itibaren 3 farklı faz bölgesinin olduğu anlaşılmıştır:

1- Malzemenin borla kaplı en sert borid katmanı

2- Malzemenin borid ve matris bölgesi arasında kalan ve boridden daha yumuşak fakat matristen daha sert geçiş katmanı

3- Borit içermeyen matris katmanı.

Novacki ve arkadaşları [36] sinterleme sıcaklığı 1100-1160°C olan metal matrisli kompozit numunelerde 1800 HV ve 500 HV şeklinde iki farklı sertlik değeri ölçmüşlerdir. Sertlik değeri fazla olan kısım Fe_2B fazını içeren bölge, diğer bölge ise matris fazının bulunduğu bölgedir.

Mizrahi ve arkadaşları [37] yaptıkları çalışmada 1000°C sıcaklıkta kompozit malzemede reaksiyon ile üçlü faz elde etmişlerdir. Bu üçlü fazın sebebi yapıdaki fazla karbonun çökelmesidir. Oluşan tepkime aşağıda verilmiştir:

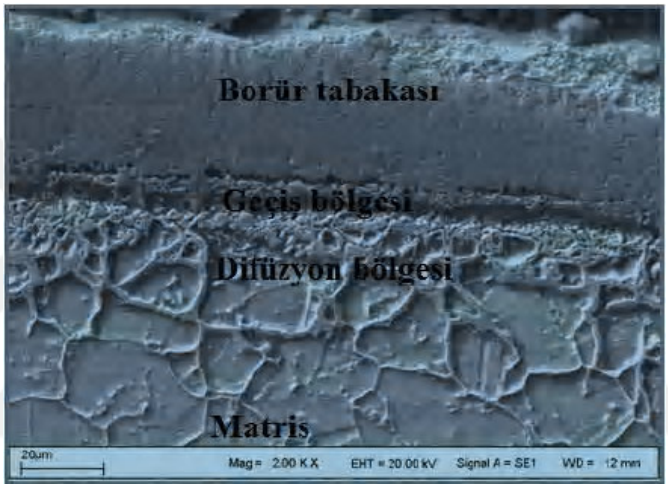
$$B_4C + 4Fe = 4FeB + C \quad (1)$$

Martini ve arkadaşları [38] borlama potansiyelleri farklı olan karışımlar kullanarak demir borür fazlarının oluşumlarını incelemişlerdir. Demir üzerinde oluşan demir borürlerin termokimyasal büyüme mekanizmaları incelenmiştir. Borit katmanların özelliklerini gösteren üç farklı büyüme şekli tespit edilmiştir. Öncelikli olarak ana metale uzanan iğnemsi Fe_2B fazına rastlanmış, ikinci olarak sayıca fazlalaşan kristaller farklı yönlere doğru seyretmişler ve üçüncü aşamada ise Fe_2B yapıları dikey yönlerde iç bölgelerde görülmüştür. FeB fazı ise, Fe_2B'nin üst bölgelerinde oluşmuştur.

Campos ve arkadaşları [39] yaptıkları çalışmada Fe ve Fe_2B borür fazlarının büyüme kinetiklerini boyutsal analiz yöntemiyle incelemişlerdir. Test numunesi olarak

deneylerde kullandıkları malzeme AISI 1045 çeliği ve AISI M2 çeliğidir. Çalışmalarını 1193K, 1223K, 1253K ve 1273K gibi farklı sıcaklıklarda ve 2, 4 ve 6 saatlik sürelerde yapmışlardır. Sonuç olarak ise bor katmanlarının büyümesini formülize etmişlerdir.

Günen ve arkadaşları [40] AISI304 paslanmaz çelik yüzeyine 900°C'de 3 saat süre ile farklı boyutlardaki B tozu ile borlama yapmışlardır. Sonuç olarak toz boyutundaki farklılığın borür tabakasına nasıl etkidiği incelenmiş ve kalınlık, kırılma tokluğu ve sertlik değerlerinin toz tane boyutundaki küçülme ile arttığını raporlamışlar ve ayrıca borlama sonucu oluşan tabakaları gözlemlemişlerdir (Şekil 1.16).



Şekil 1.16. Malzemede borlama sonucu oluşan tabakalar [40].

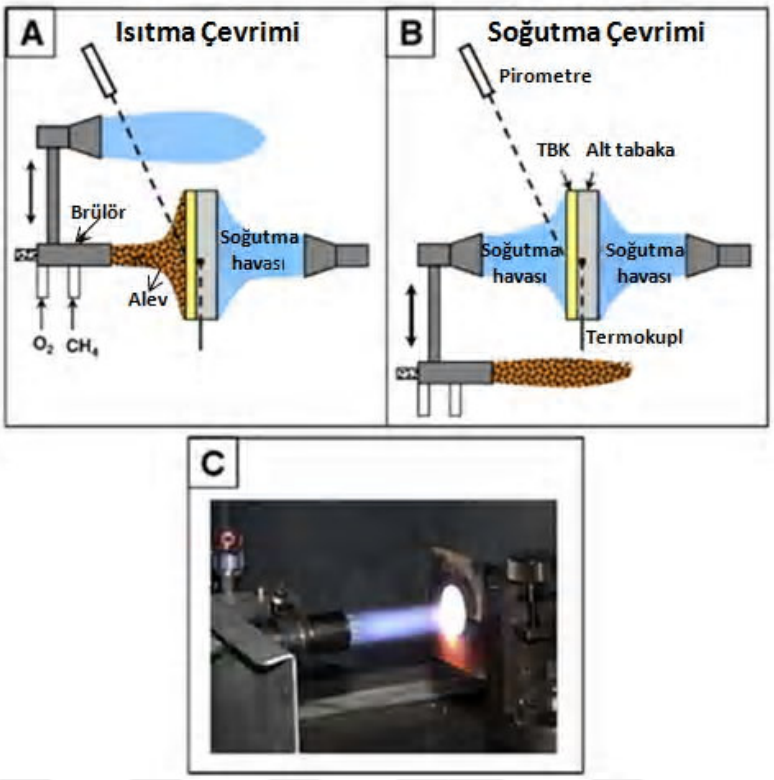
1.6. Termal Şok Testi

Termal şok testi, bir malzemenin özelliklerindeki değişimi belirlemek amacıyla belirli şartlar altında malzemeyi farklı sıcaklıklara maruz bırakarak uygulanan bir test yöntemidir. Şoklama, malzemeyi belirli bir sıcaklığa çıkarıp sonra belli bir sıcaklık değerine düşürmekle yapılır. Termal şoklama metodu ile ilgili yapılan çalışmaları incelediğimizde standart bir test tekniğinden ziyade amaca yönelik oluşturulmuş deney düzenekleri ile karşılaşılır.

Karaoğlanlı ve arkadaşları [41] TBK'ların gaz türbinlerine uygulanması konusunda termal şok ve termal çevrim şartlarının test edilmesinde kullanılan metotlar ile ilgili bir derleme çalışması yapmışlardır. Şoklama işleminde en çok kullanılan üç tekniği; brülörlü, fırın ısıtmalı ve jet motoru termal şok testi olarak belirtmişlerdir. Termal şoklama metallere, seramiklere ve kompozit malzemelere uygulanabilmektedir [42,43,44]. Isıtma, çeşitli yöntemlerle yapılabilir. Soğutma ise; hava, su, yağ, nitrojen,

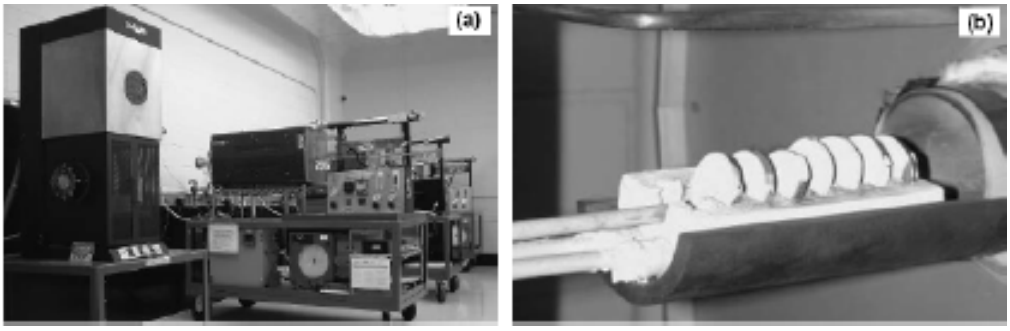
sıvı metaller vasıtasıyla veya toz içerisinde sağlanabilir. Numunenin şekli ve soğutucuya bağlı olarak ısı transferi gerçekleşir. Sonuç olarak, soğutulan malzemede hasara neden olan termal gerilmeler oluşur [45]. Numune sıcaklık değerleri ölçümü ise termokupl veya pirometre yardımıyla yapılmaktadır. Şoklamada sıcaklık veya süre gibi parametreler de kullanılır. Sıcaklık esas alınarak yapılan şoklamada süreye bakılmaksızın malzeme istenen sıcaklık değerleri arasında ısıtılıp soğutulur. Süre esas alınarak yapılan şoklama işleminde ise malzeme belli süre boyunca ısıtılarak çıkabileceği sıcaklık değerine çıkar ve daha sonra belli süre boyunca soğutularak inebileceği sıcaklık değerine düşer. En yüksek ve en düşük sıcaklık değerleri arasındaki her ısıtma-soğutma döngüsü çevrim sayısı (tekrar sayısı) olarak tanımlanır. Literatüre bakıldığında termal şoklama çalışmalarında malzemelere farklı çevrim sayılarında termal yüklemeler yapıldığı görülmüştür [46-51].

Alev ısıtmalı (brülör) termal şok testinde seramiklerde yüksek sıcaklıklar oluşturularak seramik kaplamanın tümünü etkileyen gerilimler meydana getirilir (Şekil 1.17). Bu testte alevle ısıtma yapıldıktan sonra soğutma yapılır. Brülörlü şoklama testi oksijen, propan ve doğalgaz gibi yanıcı gazların kullanılması ile yapılmaktadır. Test numunesinde bir ısı gradyanı oluşturulması amaçlanmakta ve genellikle gaz türbini uygulamaları için bu tip sistemler optimize edilmektedir. Deneylerde genellikle kalınlıkları 2.5-3.0 mm arasında olan disk şeklindeki numuneler kullanılmaktadır. Brülör-termal şok test sisteminde numunelerin yüzey sıcaklığı pirometre yardımıyla ölçülürken, taban malzeme sıcaklık değişimi ise termokupl ile ölçülmektedir. Numunelerde kaplanmış tarafın yüzey sıcaklıkları türbinlerde 1200-1500°C arasındadır. Literatüre göre genellikle termal çevrim için süreler 5 dk ısıtma ve 2 dk soğutma şeklindedir. Dezavantajı ise pahalı bir sistem olmasıdır. Bu nedenle, ekonomik yönden alternatif bir metot olan JETS testi geliştirilmiştir [41,52-55].



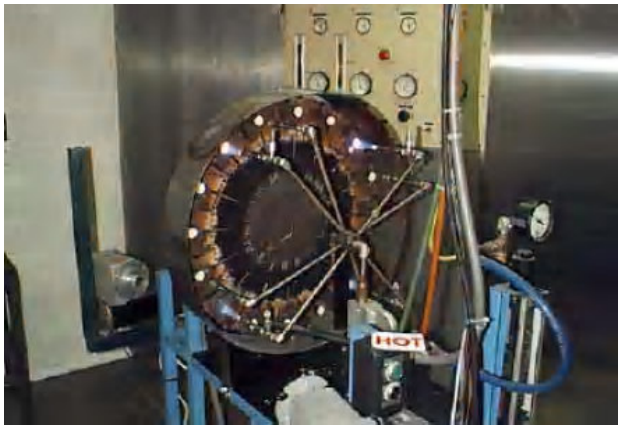
Şekil 1.17. Alevli termal şok ısıtma ve soğutma çevrimleri ve test düzeneği [41].

TBK uygulamalarında kullanılan farklı bir termal şoklama testi ise fırın çevrim testidir (Şekil 1.18). Bu yöntem, TBK'lerde çevrimsel gerilimlere neden olmakla beraber kaplamanın uzun süre yüksek sıcaklık etkisi altında kalması sebebiyle şiddetli oksidasyon sonucu bağ kaplamasında deformasyonlara neden olur. Bu test yönteminde genellikle test numuneleri fırın içerisinde 1000-1200°C'ye kadar ısıtılır ve sonrasında oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. Hava ile soğutma ise fan veya kompresör aracılığıyla yapılabilmektedir. Uçak motor bileşenlerine ait testler 45-50 dk yüksek sıcaklık ve 10-15 dk soğuma olmak üzere 1 saatlik çevrim süresinde gerçekleştirilir. Endüstriyel gaz türbinleri için yapılan test uygulamasında genellikle malzemenin yüksek sıcaklığa maruz kalma süresini artırmak amacıyla 23 saatlik yüksek sıcaklık periyodu (1100°C civarı) ve sonrasında 1 saatlik oda sıcaklığında soğuma periyodu olmak üzere 24 saatlik çevrimler kullanılır. Bu testlerde genellikle kullanılan numuneler yaklaşık olarak 25 mm çapında ve disk şeklindedir [54,56-58].



Şekil 1.18. a) Fırın çevrim test sistemi b) test numuneleri [41].

Havacılık uygulamalarında TBK için uygulanan diğer test tekniği ise JETS tekniğidir (Şekil 1.19). Bu test tekniğinde malzeme yüzey sıcaklığı 1400°C gibi yüksek sıcaklıklara çıkar ve malzemelerde yüksek sıcaklık gradyanları oluşturulur. Yüksek sıcaklık, malzemedeki seramik üst kaplamaya sinterleme etkisi yapar. Bu test tekniğinde seramik ve bağ kaplamanın ara yüzeyinde termomekanik gerilmeler oluşur. Fırın içi çevrim testine benzer olarak disk şeklindeki ve 25 mm çapındaki numunelere test uygulanır. Oldukça hızlı olan bu teknikte tipik uygulama çevrimi; 20 s ısıtma, 20 s nitrojen gazı kullanarak soğutma ve ardından 40 s açık atmosferde bekletme sürelerinden oluşmak üzere 80 s gibi bir süreyi kapsar [54,59].



Şekil 1.19. JETS tekniği termal şok test düzeneği [10].

1.7. Termal Şok Testi ile İlgili Çalışmalar

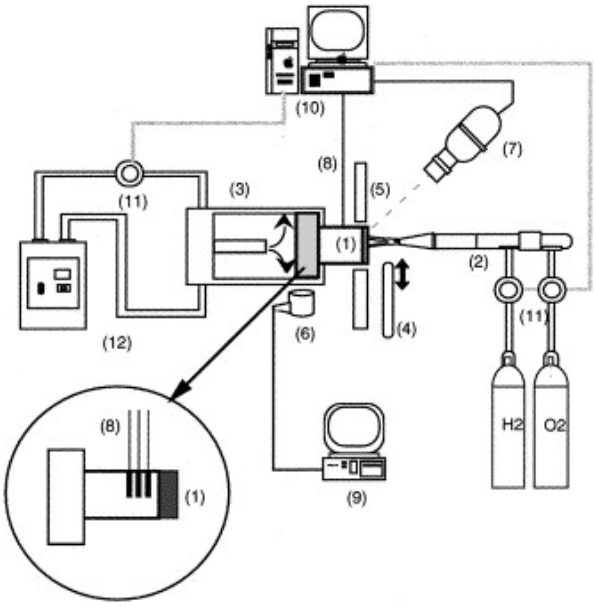
Chen ve arkadaşları [46] sıkıştırılmış döküm tekniği ile üretilmiş alüminyum matrisli SiC (Silisyum Karbür) ve Al_2O_3 (Alüminyum Oksit) parçacık takviyeli kompozit malzemelere ısıtma-soğutma çevrimleri uygulamışlardır. Çevrim sıcaklık aralığı 0-

500°C, çevrim sayıları ise 1, 3, 5 olarak tercih edilmiştir. Sonuç olarak termal çevrimlerin SiC parçacık takviyeli kompozit yapılarda termal genleşme davranışını daha fazla etkilediğini gözlemlemişlerdir.

Pelletier ve arkadaşları [47] demir-reçine (%0.8) kompozit malzemenin mekanik ve manyetik özellikleri üzerinde termal çevrimin etkisini incelemişlerdir. Deneyler için 620 MPa basınç ve 65°C şartlarında numuneler üretilmiş ve bu numuneler 1 saat süre ile 175°C'de tavlanmıştır. Alt ve üst sıcaklık değerleri ise -40°C ve 150°C olarak belirlenmiştir. Termal çevrimlerin 1, 15 ve 30 döngü sonunda oda sıcaklığında malzemenin mekanik ve manyetik özelliklerine etkisi değerlendirilmiştir. Ayrıca çalışmada çapraz kırılma dayanımı üç nokta eğme testi ile çevrimler sonrası değerlendirilmiş ve 15. çevrimde en yüksek mukavemet değerine (135 MPa) ulaşıldığı ve sonrasında ise sabit kaldığı görülmüştür.

Zhang ve arkadaşları [60] karma mod çatlaklara sahip FKM 'lerin termal şok dirençlerini mukavemet kriteri ve kırılma kriterine göre değerlendirmişlerdir. Çatlak aralığı ve uzunluğunun fonksiyonları olarak termal şok direncini elde etmişlerdir. Düzgün düzenlenmiş çatlakların daha iyi bir termal dirence sahip olduklarını ifade etmişlerdir.

Kawasaki ve Watanabe [48] yaptıkları çalışmada metal/seramik fonksiyonel kademelendirilmiş malzemelerde brülör ısıtma ile termal kırılma davranışını değerlendirmişlerdir (Şekil 1.20). Termal şok kırılma davranışı PSZ/In100 FKM'ler ve PSZ/Inco718 FKM'lerde ele alınırken, döngüsel kırılma davranışı, plazma püskürtmeli FKM kaplamalarda araştırılmıştır. Malzemelerdeki çatlaklar 5, 15, 30 ve 57 çevrim sonunda değerlendirilmiştir.



Şekil 1.20. Brülörlü ısıtma test sistemi [48].

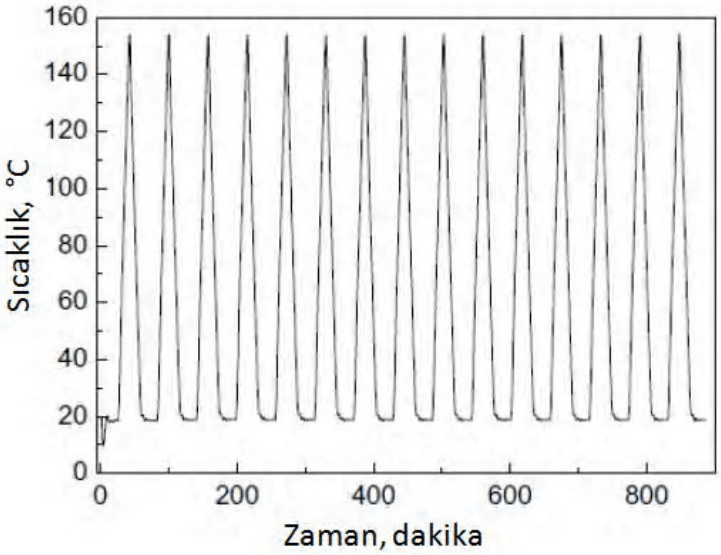
Test sisteminin bileşenleri ise; (1) Test numuneleri, (2) torç brülörü, (3) soğutma odası, (4) deklanşör, (5) koruma plakası, (6) AE sensörü, (7) emisyon pirometresi, (8) termokupl, (9) AE aparatı, (10) monitör, (11) regülasyon valfi ve (12) soğutma suyundan oluşmaktadır.

Araştırmada, plazma püskürtmeli FKM'lerde, parçalanma davranışı sırasının soğutma sırasında üst yüzeyde ortogonal çatlak oluşumu, ardından ısıtma sırasında kademeli katmanda enine çatlak oluşumu ve ardından enine çatlakların büyümesi şeklinde olduğu sonucuna varmışlardır.

Chen ve arkadaşları [44] hacimce %50 SiC içeren Al/SiC kompozitleri vakumlu infiltrasyon tekniği ile üretmişler ve termal genleşme katsayısını ve plastik gerinimi araştırmak için malzemelere 20K/dk ısıtma ve soğutma hızında 298 K ve 573 K sıcaklıklarında termal çevrim uygulamışlardır. Sonuç olarak termal genleşme katsayısı 530 K'de maksimum değere ulaşmış ve 1, 5 ve 10 döngü sonunda malzemedeki gerinim değerleri elde edilmiştir. Saf alüminyuma SiC parçaları eklenmesinin de termal genleşme katsayısını azaltabileceği çıkarımını yapmışlardır.

Zhang ve arkadaşları [49] alüminyum matrisli kompozit malzemeleri sıkıştırmalı döküm teknolojisi ile imal etmişler ve malzemenin termal genleşme davranışlarını incelemişlerdir. Üretilen malzemelerin boyutsal stabilitesini (kararlılığını) değerlendirmek amacıyla malzemelere 20°C ile 150°C arasında termal döngü testi

uygulamışlardır ve ısıl gerilmelerin boyutsal değişimlerde önemli rol oynadığı sonucunu çıkarmışlardır. Çalışmada 15 termal çevrimde, 8°C/dk hızında ısıtma-soğutma hızıyla yapılmışlar ve soğutucu olarak sıvı nitrojeni tercih etmişlerdir. Ayrıca çalışmada termal çevrim/zaman grafiği elde etmişlerdir (Şekil 1.21).



Şekil 1.21. Termal çevrim sıcaklık- zaman grafiği [49].

Saeedi ve arkadaşları [61] termal şok testini, bir alev donanımı sistemi kullanarak gerçekleştirmişlerdir. Kaplanmış numunelerin yüzeylerini doğrudan bir asetilen/oksijen alevine maruz bırakmışlardır. Termal döngü 90 s, TTBK = 1100 °C ($T_{alt\ tabaka}$ = 815 °C) ısıtma ve bu sıcaklıkta 200 s tutmadan oluşmaktadır. Ardından numunelerin ön tarafı 60 s boyunca hızlı hava jeti ile 180 °C'ye söndürülmüştür. Yüzey sıcaklığı, kızılötesi pirometre ile ölçülürken, alt tabaka sıcaklığı, biriktirmeden önce makinede işlenmiş olan numunedeki bir deliğin içindeki NiCr/Ni termokupl kullanılarak ölçülmüştür. Deliğin çapını ve derinliğini sırasıyla 2, 2.5 ve 4 mm olarak belirlemişlerdir. Güvenilir sonuçlar elde etmek için termokupl deliğe tamamen oturtmuşlardır. Termal şok testi sırasında FKM kaplama 150 çevrimden sonra başarısız olduğunu gözlemlemişler ve dubleks kaplamanın ise 85 çevrimden sonra başarısız olduğunu görmüşlerdir. Ayrıca kaplamaların alt tabakaya yapışma mukavemetini de ölçmüşlerdir. Son olarak, FKM kaplamanın, özellikle kaplamaların yapışma mukavemeti açısından, dubleks TBK'dan daha uzun bir ömre sahip olduğunu belirtmişlerdir.

Vural ve arkadaşları [62] yaptıkları çalışmada $AlSi_{12}CuNi$ piston alaşımı yüzeyine MgO (Magnezyum Oksit), ZrO_2 (Zirkonyum Dioksit) ve farklı oranlarda Al_2O_3 (Alüminyum

Oksit) toz karışımlarıyla plazma püskürtme yöntemi ile kaplama yapmışlardır. Termal şok deneyleri için sıcaklık değerleri (ΔT'ler) 300°C, 600°C ve 900°C seçilmiş ve oda sıcaklığındaki su ise soğutma için kullanılmıştır. ZrO_2 + MgO + %50 Al_2O_3 tozu kullanılarak kaplanan numune için kaplama tabakasında çatlak veya kopma oluşmadığı ve diğer numunelerde ise üst tabakalarda farklı deformasyon tipleri oluştuğu tespit edilmiştir.

Kim ve arkadaşları [63] FKM TBK ve dubleks TBK'lara brülör teçhizatı test sistemi ile termal şok uygulamışlar ve termal şok dirençlerini karşılaştırmışlardır. Yapılan deneylerde kaplama ön ve arka yüzey sıcaklık farkları (ΔT) ise termokupllar ile ölçülmüştür. ΔT değerinin en yüksek olduğu malzemenin ise FKM TBK olduğu görülmüştür. FKM TBK'larda ise dubleks TBK'lara göre çok daha az sayıda çatlak görülmüştür. Bununla beraber FKM TBK'lerin daha yüksek termal şok direncinin olduğu sonucuna varmışlardır.

Wang ve arkadaşları [64] $Li_2Ce_2O_7$ (LCO)'nın İtriya Stabilize Zirkonya (YSZ) malzemesine göre elverişli özellikleri nedeniyle TBK olarak kullanılabilirliğini araştırmak termal şok direncini değerlendirmişlerdir. Çalışmada, substrat çapı 25 mm ve kalınlığı 3 mm'dir. Atmosferik plazma püskürtme yöntemi ile kaplanan malzemelere termal şok testleri uygulanmıştır. 20 s süre ile 1523 K'lik istenen sıcaklığa kadar ısıtılıp sonrasında bu sıcaklıkta 5 dk bekletilmiş ve ısıtma bittikten sonra numune 2 dk soğutulmuştur. Sonuçta, segmentasyon çatlak yapısına sahip LCO TBK'ların ömrü 700 döngüden daha fazla olması ile bölünmemiş TBK'ya kıyasla yaklaşık olarak ömrünü 2 kat artırmıştır.

You ve arkadaşları [65] partikül boyutu ve karışım oranı faktörlerinin Al_2O_3-TiC kompozit yapılarında ve Al_2O_3 (Alümina) malzemelerinde termal şok direncine etkisini incelemişlerdir. Termal şok deneyleri için ΔT (sıcaklık farkları) 100, 150, 200, 250, 300 ve 400°C seçilerek N (çevrim sayısı) ise 5 olacak şekilde deneyler yapmışlardır. Numuneleri, istenen sıcaklığa kadar ısıtıldıktan sonra 30 dk boyunca önceden ısıtılmış bir fırında bekletmişlerdir. Daha sonra numuneleri su banyosuna oda sıcaklığında daldırarak şoklamışlardır. Yapılan çalışma sonucunda kompozit malzemenin kritik termal şok sıcaklık farkı ile alümina arasında 100°C 'lik bir fark görmüşlerdir. Al_2O_3 matrise TiC eklenmesinin, termal şok direncini ve mekanik özellikleri olumlu yönde

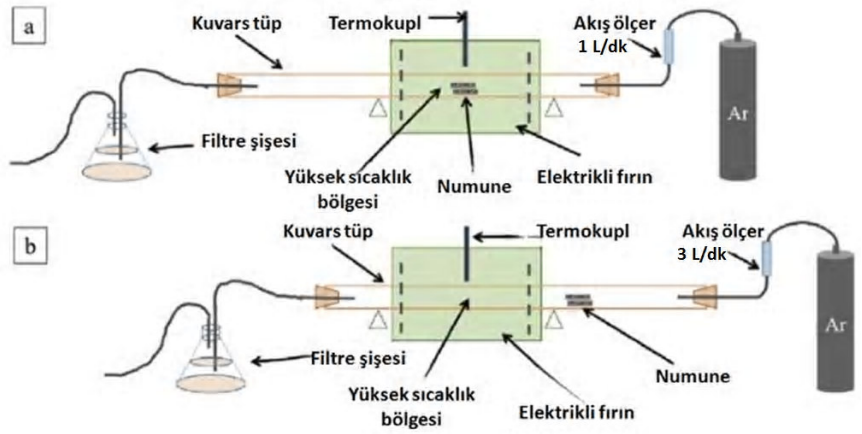
etkilediğini göstermişlerdir. Ayrıca azalan tane boyutunun da termal şok direncini artırdığı sonucuna ulaşmışlardır.

Çoban ve arkadaşları [50] sürekli karbon fiber takviyeli polieterimid kompozitlere termal şok testleri uygulamışlar ve darbe-yorulma davranışlarını değerlendirmişlerdir. Termal çevrim deneyleri, ısıtma ve soğutma işlemleri kaynar su ve buzlu tankları ile sıcaklıkları sırasıyla 100°C ve 0°C olacak şekilde yapılmıştır. Deneyleri 50, 200 ve 500 olmak üzere üç farklı çevrim sayısı (N) ile gerçekleştirmişlerdir. Üzerinde şoklama yapılmamış tek yönlü karbon fiber de karşılaştırma amacıyla değerlendirmişlerdir. Deneyde çevrim süresi 5 s'lik ısıtma ve soğutma ortamlarında bekletme ile toplamda 10 s'dir. Termal çevrim deneylerinden sonra numunelere darbe testi uygulamışlardır. Çalışma sonucunda ise termal çevrim sayısındaki artışın hasar için gerekli darbe tekrar sayısı ile orantılı olduğunu görmüşlerdir. Fiber-matris arayüzeyinde termal şokun olumsuz etkileri ile de karşılaşmışlardır. Termal etki, malzeme üzerinde mekanik özelliklerin düşüşüne sebep olmuştur.

Zhang ve arkadaşları [51] TiC/Ni_3Al FKM malzemelerinin termal şok direncini tekrarlı şoklar ile araştırmışlardır. 30 mm çapında ve 5.6 ve 6.5 mm kalınlığında disk şeklinde FKM numuneler hazırlamışlardır. Çalışmada TiC, Ni_3Al ve Cr_3C_2 için 5, 6.1 ve 6.5 µm (mikrometre) boyutlarında tozlar kullanmışlardır. Karışımları argon gazı ortamında 1573 K sıcaklık ve 30 MPa basınçta 2 saat sinterlemişlerdir. Elde ettikleri numunelerin Ni_3Al tarafını sıvı nitrojen ile soğutulan bakır bir tabakaya bağlamışlardır. TiC yüzeyini ise ısıtarak toplamda 20 çevrim uygulamışlardır. Sonuç olarak ise daha büyük kalınlık/çap oranlarında termal direncin daha iyi olduğunu görmüşlerdir. Ayrıca bu çalışmada FKM'lerde termal iletkenliğin düşüşü, çatlak ilerlemesiyle ilişkilendirilmiş ve buna dikey çatlaklardaki yatay ilerlemenin etkili olduğu belirtilmiştir.

Fu ve arkadaşları [66] nanoteller ile güçlendirilmiş (nws) SiCnws-C/C ve C/C kompozitlerinin termal şok etkisinin termofiziksel, mikroyapı ve mekanik özellikler üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Kompozit numuneleri, 8 dakikalık bekletme süreleri ile 1100°C sıcaklıkta ve sonrasında oda sıcaklığında termal şoklama etkisine maruz bırakmışlardır. Test için elektrikli fırın, test esnasında koruma atmosferi olarak ise Ar (Argon gazı) kullanmışlardır (Şekil 1.22). Termal şok testi sonrasında her iki kompozitte de gözeneklilikte 10 ve 20 çevrim sonunda artış gözlemlemişlerdir. Termal genleşme katsayılarını ise 5, 10, 15 ve 20 çevrim sonunda değerlendirmişler ve artış

bildirmişlerdir. Şoklama öncesi ve sonrası numunelere 3 noktalı eğme testi yapmışlardır. Eğilme mukavemetinin, iki kompozit için de ilk 10 çevrimde artarken, sonraki çevrimlerde azaldığını gözlemlemişlerdir. Numunelerde uygulanan çevrimler sonunda deformasyonlar görmüşlerdir. İki farklı kompozit yapısının 10 ve 20 çevrim sonundaki kırılma yüzey görüntülerini değerlendirmişlerdir ve SiCnws-C/C kompozitlerin, C/C kompozitlerine kıyasla daha iyi bir termal şok direncine sahip olduğunu bildirmişlerdir.



Şekil 1.22. a) 1100°C ve b) oda sıcaklığında termal şok ekipmanı [66].

Asmelash ve arkadaşları [67] Al_2O_3, SiO_2 ve ZrO_2 ile üretilen üç farklı oksit seramik kompozit numunenin mikroyapısal ve mekanik özelliklerini termal şok ve termal yorulma sonucu karşılaştırmışlardır. Malzemeleri, Al_2O_3-SiO_2-ZrO_2 (ASZ), Al_2O_3-ZrO_2 (AZ) ve Al_2O_3 (A) olarak adlandırmışlar ve basınçsız sinterleme ile üretmişlerdir. Termal döngü (yorulma) için fırın sıcaklığını; 950°C, su soğutma sıcaklığını ise 25°C olarak belirlemişlerdir. Soğutma için numuneleri 30 dk boyunca su banyosunda bekletmişlerdir. Malzemelere 6 termal çevrim uygulamışlardır. Sonuç olarak malzemelerin kırılma tokluğu en az düşen malzeme sıralamasını ASZ, AZ ve A şeklinde bulmuşlardır. Yapılan deneylerde termal şok direncinin ASZ kompozitinde, monolitik (A) ve ikili (AZ) kompozitine göre daha iyi olduğu sonucuna varmışlardır. Kritik termal şok sıcaklık farkları ise ASZ için 520°C, AZ için 480°C ve A için 290°C olduğu sonucunu elde etmişlerdir.

Hamidouche ve arkadaşları [43] mullit seramiğe termal şok uygulayarak malzemeyi incelemeyi amaçlamışlardır. Çalışmada numuneleri ısıtmak için 1400°C'ye ulaşabilen bir fırın kullanmışlardır. Soğutma işlemini ise ortam sıcaklığında 4 barlık bir hava jet

basıncı ile yapmışlardır. Çalışmada; numuneleri 6 dk yüksek sıcaklıkta tuttuktan sonra 6 s soğutma işlemine tabi tutmuşlardır. Numunelerin 3 değişik sıcaklık farklılığında (ΔT: 750°C, 850°C ve 900°C) akustik emisyon aktivitelerini de ölçmüşlerdir. Akustik olayların başlangıç zamanlarının ve akustik olay sayılarının farklılık gösterdiğini bildirmişlerdir. Elde ettikleri grafiklerden çıkarılan sonuçlara göre; ΔT arttıkça akustik emisyon aktivite sayıları artmış ve AE başlama süresi kısalmıştır.

Malou ve arkadaşları [68] 3 mm kalınlığındaki soda kireç camını termal şok testine tabi tutarak hasar zamanı ve sıcaklık farkı (ΔT) gibi parametreler ile AE olaylarını ilişkilendirmişlerdir. Çalışmada termal şok süresini 6 s olarak belirlemişler ve sıcaklıklar 100-550°C arasında değişirken soğutma sıcaklığı 20°C'de 4 bar hava jeti kullanmışlardır. İstenen sıcaklığa gelindiğinde ise 10 dk bekleme yapılmıştır. Çalışmada hasar başlangıç zamanı ve hasar başlangıç bölgesine odaklanmışlardır. Sonuç olarak AE olaylarının sayısı ve başlangıç sürelerinin doğrudan termal şok şiddeti ile ilgili olduğunu anlamışlardır. Çalışmada kullanılan ΔT sıcaklık değerleri: 270°C ve 380°C'dir.

Panda ve arkadaşları [69] farklı kalınlıklarda Al_2O_3 (Alümina) numunelere termal şok testi uygulayarak maksimum sıcaklık, ΔT ve numune kalınlığı gibi parametrelere bağlı sonuçlar elde etmişlerdir. Test ekipmanları ise; numune tutucu, oksi-hidrojen alev sistemi, sıcaklık ölçümü için pirometre ve termokupl ile mikro çatlak hasar tespiti için içerisinde silindirik bir dalga kılavuzu bulunan akustik emisyon sisteminden oluşmaktadır. Testlerde kullandıkları numune çapı yaklaşık 30 mm, kalınlık değerleri ise 2-6 mm arasındadır. Test sırasında uyguladıkları alev ile numune mesafesi 12 mm ve alev sıcaklığı ise 300-650°C aralığındadır. Sonuç olarak malzeme üst yüzey bölgelerinde ısıl gerilmelerin maksimum olduğunu, numune kalınlığı arttıkça kritik sıcaklık farkının yükseldiğini, kritik sıcaklık farkı (ΔT) yükselmesinin ise başlangıç çatlak uzunluğunun azalması ile ilişkili olduğunu gözlemlemişlerdir. Çalışmada AE ile 50, 100, 150 ve 200 termal yorulma döngüleri sırasında üretilen AE sinyalleri de kaydedilmiştir. Sonuç olarak 200 çevrimde AE sinyallerinin sürekli olduğunu ve 60 dB ve üzerinde olduğunu görmüşlerdir. Döngü sayısının artmasının mikro çatlakların oluşması ile AE sinyal sayısını da artırdığı sonucuna varmışlardır.

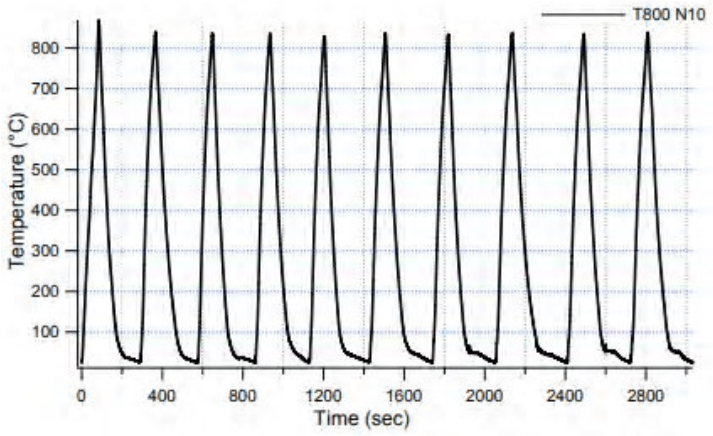
Hamamcı ve arkadaşları [28] yaptıkları deneysel çalışmada, fonksiyonel kademelendirilmiş Fe/B_4C malzemelerinin farklı termal şok işlemlerinden sonra

mikroyapısal ve mikromekanik özelliklerini incelemişlerdir. Silindirik Fe/B_4C FKM numuneleri, TM yöntemiyle 10 katmandan oluşacak şekilde gradyanı (n=1) ile üretmişler ve 1000°C'de 30 dk basınçsız sinterlemişlerdir. FKM numunelerinin B_4C yoğun yüzeyinden farklı sıcaklık genlikleri (ΔT=150, 300, 600, 800) ve termal döngüler (N1, N10, N20, N50) uygulamışlardır (Şekil 1.23). Deney sırasında oluşan çevrimde sıcaklık/zaman grafiği elde etmişlerdir (Şekil 1.24). Mikroyapısal değerlendirmeleri optik mikroskop ile yapmışlardır. Mikrosertlik özellikleri hakkında bilgi almak için Vickers ve Rockwell ölçeği ile mikrosertlik ölçümleri yapmışlardır. Termal şok işlemi ile mikroyapısal-mekanik özellikler arasındaki ilişkiyi incelemişlerdir.

Test numunesi	Alt sıcaklık	Üst sıcaklık	Sıcaklık farkı (°C)	Çevrim sayısı
T800 N1	25	825	800	1
T150 N10	25	175	150	10
T300 N10	25	325	300	10
T800 N10	25	825	800	10
T600 N10	25	625	600	10
T600 N20	25	625	600	20
T600 N50	25	625	600	50

Şekil 1.23. Termal şok testi parametreleri [28].

Çalışmada sonuç olarak; sinterleme sırasında B_4C'nin Fe matrise yayıldığını ve Fe ile B_4C arasındaki yerinde reaksiyonlar sonucu ikincil faz olarak demir borürün (Fe_2B) oluştuğunu raporlamışlardır. Ayrıca sabit termal genlikte çevrim sayısının artışının sertlik değerini düşürdüğünü belirtmişlerdir.



Şekil 1.24. Deneydeki sıcaklık/zaman grafiği [28].

1.8. Akustik Emisyon Tekniği

Akustik emisyon kelime anlamıyla ses yayınımı demektir. Tüm katı malzemeler dış kuvvetlere maruz kalarak sıkıştırılıp, genişleyebilirler. Kuvvet ortadan kalktığında ise eski şekillerini geri alırlar. Kuvvet sonucu oluşan elastik deformasyon fazlalığı elastik enerjinin de fazla olması demektir. Elastik limitin aşılması ise kırılma veya çatlamaya neden olur. Bu durum gevrek malzemelerde aniden, diğer malzemelerde ise belli bir plastik deformasyon sonucu meydana gelir. Bu bağlamda elastik enerjinin hızla serbest bırakılmasına AE olayı denir [70]. ASTM E1316 (2014) tarafından yapılan AE'nin tanımı, "Geçici elastik dalgaların, bir malzeme içindeki yerel bir kaynaktan veya kaynaklardan hızlı bir şekilde enerji salınmasıyla veya bu şekilde üretilen geçici dalga(lar) tarafından üretildiği fenomen sınıfı" şeklindedir [71]. AE tekniğinin temel mekanizması Şekil 1.25'te gösterilmiştir. Akustik emisyon tekniği ise farklı yapılardaki hasarları tespit etmek ve hasarların ilerlemesini izlemek için yaygın olarak kullanılan güvenilir, etkili ve verimli bir tahribatsız malzeme muayenesi (TMM) yöntemidir. AE yöntemi 1950'lerde Almanya'da ortaya çıkmış ve üretimde kalite kontrol ve süreç izleme amacıyla yaygın şekilde kullanılmıştır [72]. Akustik emisyon tekniğinin tarihinin ise Alman bilim adamı Joseph Kaiser'in 1950 yılında yazdığı tez ile başladığı kabul edilmektedir. J.Kaiser çalışmasında metalik malzemelere çekme testi uygulayarak AE sinyallerini kaydetmiş ve "Kaiser Etkisi" terimini terminolojiye katmıştır [73]. 1950 ve 1960'lı yıllarda AE tekniğinin esasları araştırılmaya başlanmış olsa bile AE tekniğinin mühendislik uygulamaları ilk olarak 1970'li yılların sonu 1980'li yılların başında değerlendirilmeye alınmıştır [8].

Akustik emisyon tekniği; metallerde, seramiklerde, plastiklerde, kompozitlerde, ahşaplarda ve betonda olmak üzere çok farklı yapılardaki malzeme türlerine uygulanabilmektedir. Uygulama alanlarına baktığımızda, olursak uzay ve havacılıktan imalat ve inşaat gibi farklı sektörlerde kullanılabildiği görülmektedir. Tanklarda, kaplarda, borularda arızaları ve basınç sızıntılarını tespit etmek için; kaynakta ise korozyonun ilerlemesini izlemek için kullanılabilmektedir [8].



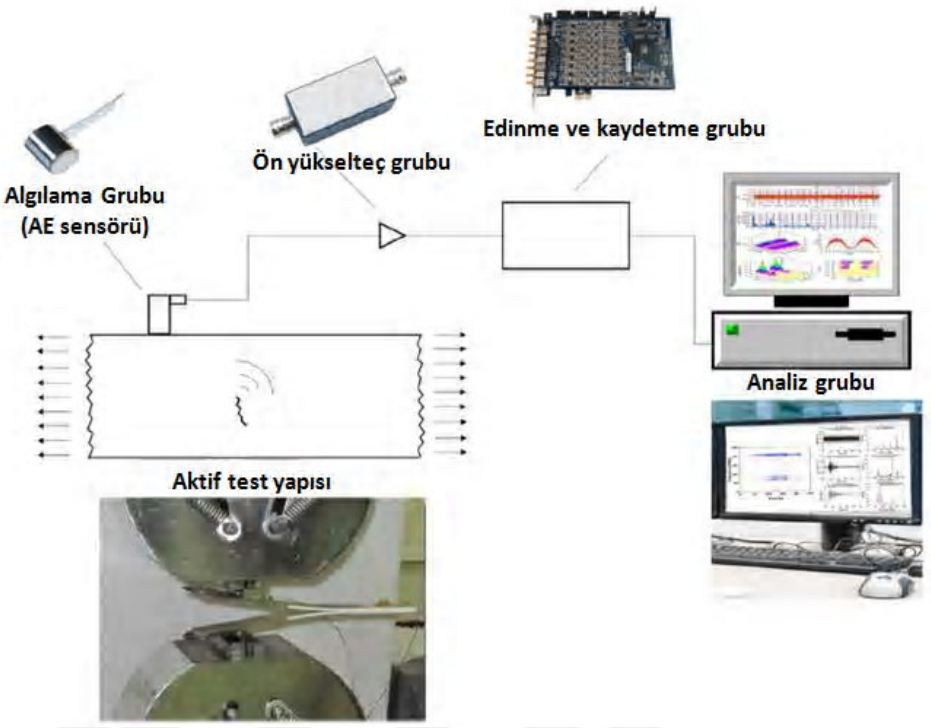
Şekil 1.25. AE test yöntemi [74].

Bir malzemeye uygulanan herhangi bir mekanik yükleme sonucu malzemede mikroyapısal hareketlilik meydana gelir. Bu durum beraberinde malzemede ses yayınımının ortaya çıkmasına neden olur. AE tekniğinin esası ise meydana gelen akustik stres dalgalarının tespit edilerek değerlendirilmesine dayanır.

İnsan kulağı 20-20000 Hz arasındaki sesleri duyabilir. Konuşma sesi aralığı 500-2000 Hz arasında değişir. İnsan kulağının işitemeyeceği kadar yüksek frekanslı ses dalgalarına ise ‘‘ultrasonik ses’’ denir. 20000 Hz'in üzerindeki sesler ultrasonik ses, 20 Hz'in altındaki sesler ise ‘‘infrason ses’’ olarak tanımlanmaktadır [75]. Sesin frekansı arttıkça ses incelir. AE frekansları genellikle 150-300 kHz aralığındadır. Bu değer aralığı duyulabilir ses frekansının üzerindedir. Bu teknikle insan kulağının duyamayacağı ultrasonik seslerin algılanarak malzemelerin değerlendirmesi yapılabilir [76].

1.8.1. AE Test Ekipmanları

Akustik emisyon test ekipmanları; sensör, preamplifikatör (ön yükseltici), filtre, test yazılımı ve bilgisayar ekranından oluşmaktadır (Şekil 1.26) [72,77].



Şekil 1.26. AE sisteminin üniteleri [77].

- **Sensör:** AE için tercih edilen piezoelektrik PZT (Kurşun Zirkonat Titanat) sensörlerin amacı yüksek frekanslı mekanik dalga sinyallerini toplayarak elektrik sinyallerine dönüştürmektir [78]. Çoğu AE tekniği uygulamalarında PZT sensörlerin tercih edilmesinin sebebi yüksek hassasiyetli olmaları ve mekanik gürültüye karşı daha az duyarlı olmalarıdır [70]. Sensörlerin kullanım yerlerine göre genel kullanım sensörleri, mini sensörler ve yüksek sıcaklık sensörleri gibi çeşitleri bulunmaktadır. (Şekil 1.27)



Şekil 1.27. Farklı sensör çeşitleri [79].

- **Preamplifikatör (Ön Yükseltici):** Ön yükselteç, sinyalin sensörden sinyal işleme ünitesine taşınması sırasında sinyal zayıflamasını azaltır [80].
- **Filtre:** Sinyallerin frekansını belirli bir aralıkta tutar.
- **AE Yazılımı:** Sinyalleri kaydeder, analiz eder ve kusurlu bölgeleri tespit eder.
- **Grafik Görüntüleme Ekranı:** Kusurlu bölgeleri görsel olarak gösterir [81].

1.8.2. Hsu-Nielsen Testi

Kurşun kalem kırılması olarak adlandırılan bu test Hsu-Nielsen sayesinde literatüre girmiştir. Bu test sensörlerin güçlü bir akustik olay olarak algıladığı oldukça yoğun akustik sinyal üreten bir olaydır ve bu test ile sensörler kalibre edilebilmektedir. Test iki amaçla gerçekleştirilir. Birincisi dönüştürücülerin malzeme ile iyi bir akustik temas içinde olmasını sağlamak, ikincisi ise malzeme için akustik dalga hızının gerçek değerini dolaylı olarak belirlemektir. Genel olarak Hsu-Nielsen testinde kalem ucu uzunluğu, ucun yüzeyle yaptığı açı ve baskı kuvveti olmak üzere 3 parametre bulunur [82].

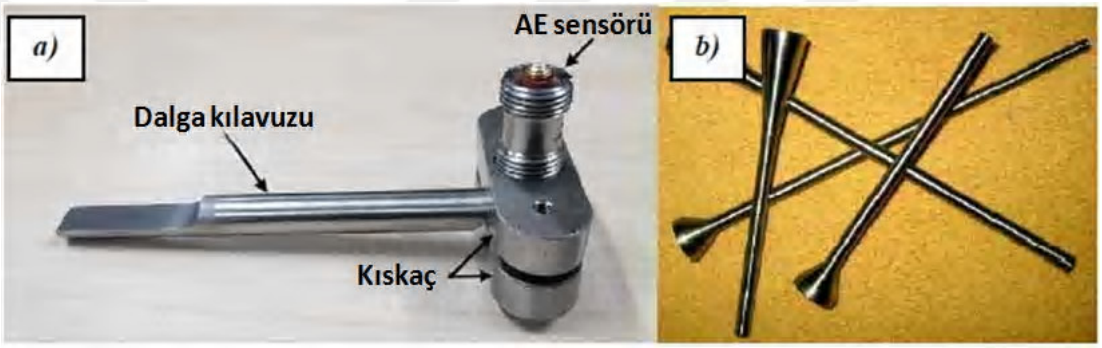
Bu test 2H sertliğindeki ve 0.5 mm veya 0.3 mm çapındaki uçlu kalem kullanılarak yapılır. Kalem uç uzunluğu ise 3 mm civarında seçilir (Şekil 1.28). Yeterli sinyal gücü elde etmek için sensörden 10 cm mesafeden kalem kırma testi gerçekleştirilebilir. Kalemin metalik kısmının yüzeye değdiği noktada kalem hafifçe döndürülerek kalem ucunun kırılması sağlanır.



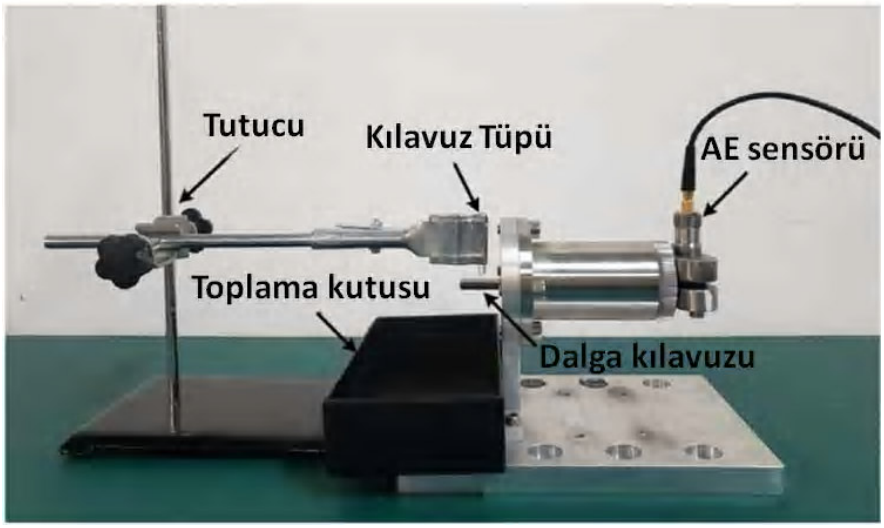
Şekil 1.28. Kalem kırma testi gösterimi [83].

1.8.3. Dalga Kılavuzu

Dalga kılavuzları bir AE test düzeneğinde, yapıdaki erişilemeyen konum veya zorlu test şartları gibi nedenlerle sensörün doğrudan malzeme üzerine yerleştirilemediği durumlarda kullanılan parçalardır (Şekil 1.29). Silindirik çubuklar veya tüpler dalga kılavuzu olarak tercih edilebilir. Test edilen malzeme ile sensör arasına yerleştirilen dalga kılavuzları boyunca akustik dalgalar iletilirken ses dalgalarında zayıflama, yansıma ve dağılma gibi değişimler olabilmektedir. Bu durum ise dalga kılavuzunun AE sinyallerinin algılanmasında etkili olduğunu göstermektedir (Şekil 1.30) [84].



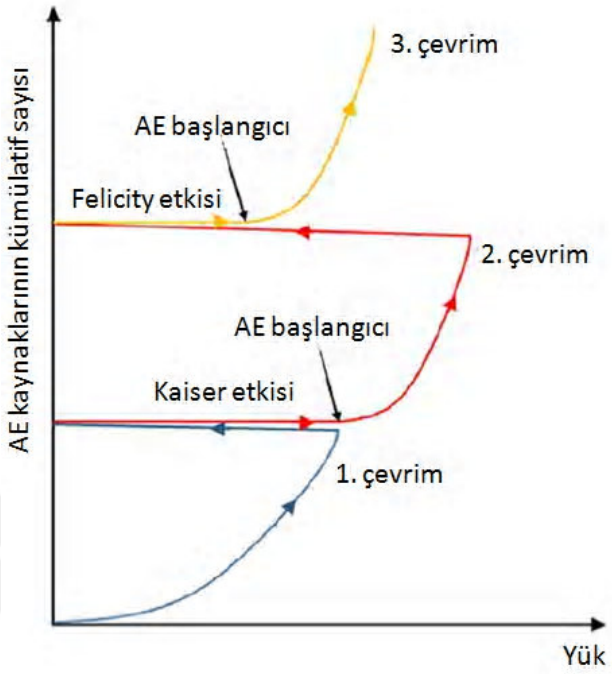
Şekil 1.29. a) AE sensör ve dalga kılavuzu [84] ve b) dalga kılavuzu örnekleri [85].



Şekil 1.30. Dalga kılavuzu kullanılmış bir AE test düzeneği [84].

Bir AE testi için literatürde karşılaştığımız bazı kavramlar bulunmaktadır. Bunlar, yapısal hasar ve bunların yükleme geçmişi ile olan ilişkisi hakkında bilgi sahibi olmak

için AE olayları ile önceki yük geçmişi arasındaki ilişkiyi açıklayan "Kaiser Etkisi" ve "Felicity Etkisi" kavramlarıdır (Şekil 1.31).



Şekil 1.31. Kaiser ve Felicity Etkisi için gösterimler [86].

- **Kaiser Etkisi:** Önceden uygulanan stres seviyeleri aşılana kadar sabit bir hassasiyet seviyesinde algılanabilir akustik emisyonun olmamasıdır [86,87].
- **Felicity Etkisi:** Mevcut stres seviyesi önceki maksimum stres seviyesine ulaşmadan AE sinyallerinin önemli ölçüde artmaya başlaması olarak tanımlanır [86,87].

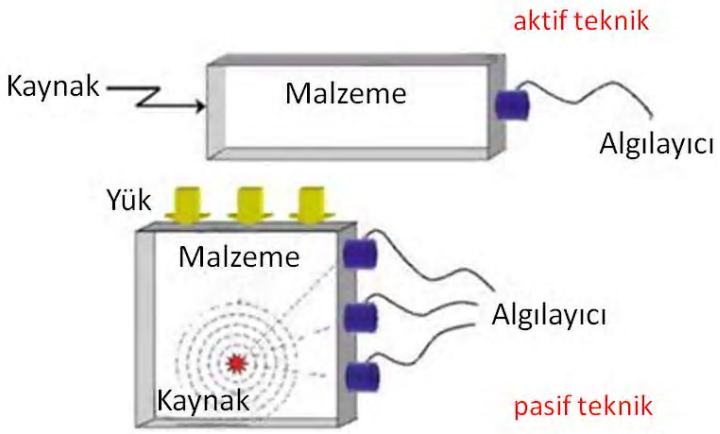
1.8.4. Akustik Emisyon Tekniği ve Diğer Tahribatsız Malzeme Muayenesi Tekniklerinin Karşılaştırılması

Akustik emisyon tekniği diğer tahribatsız malzeme test yöntemleriyle karşılaştırıldığında birçok farklı özelliğe sahip olduğu görülecektir. Akustik emisyon testi ile diğer test yöntemlerinin karşılaştırılması Tablo 1.2'de verilmiştir. Bunlara ek olarak AE tekniğinin diğer bir avantajı tüm yapının tek seferde test edilebilmesidir (Şekil 1.32) [88]. Bu durum ise AE tekniğinin zaman ve maliyet kazancı sağlaması olarak yorumlanabilir.

Tablo 1.2. AE testi ile diğer TMM yöntemlerinin karşılaştırılması [72,70].

AE Tekniği	**Diğer TMM Teknikleri**
Hassastır.	Daha az hassastır.
Malzeme geometrisine daha az bağlıdır.	Malzeme geometrisine daha çok bağlıdır.
Sadece aktif kusurlar hakkında bilgi alabiliriz. Dolayısıyla yükleme gerektirir.	Yükleme gerektirmez.
Sensörlerin malzemenin belli bir noktasına erişmesi yeterlidir.	Tüm denetim alanına erişim gerekir.
Her muayene farklıdır. Tekrarlanamaz.	Muayene doğrudan tekrarlanabilir.
Ana sorunlar gürültü ile ilgilidir.	Ana sorunlar geometriyle ilgilidir.
Malzemede muayene bölgelerinin tamamına ulaşmaya gerek yoktur.	Malzemede muayene bölgelerinin tamamına ulaşmak gerekir.

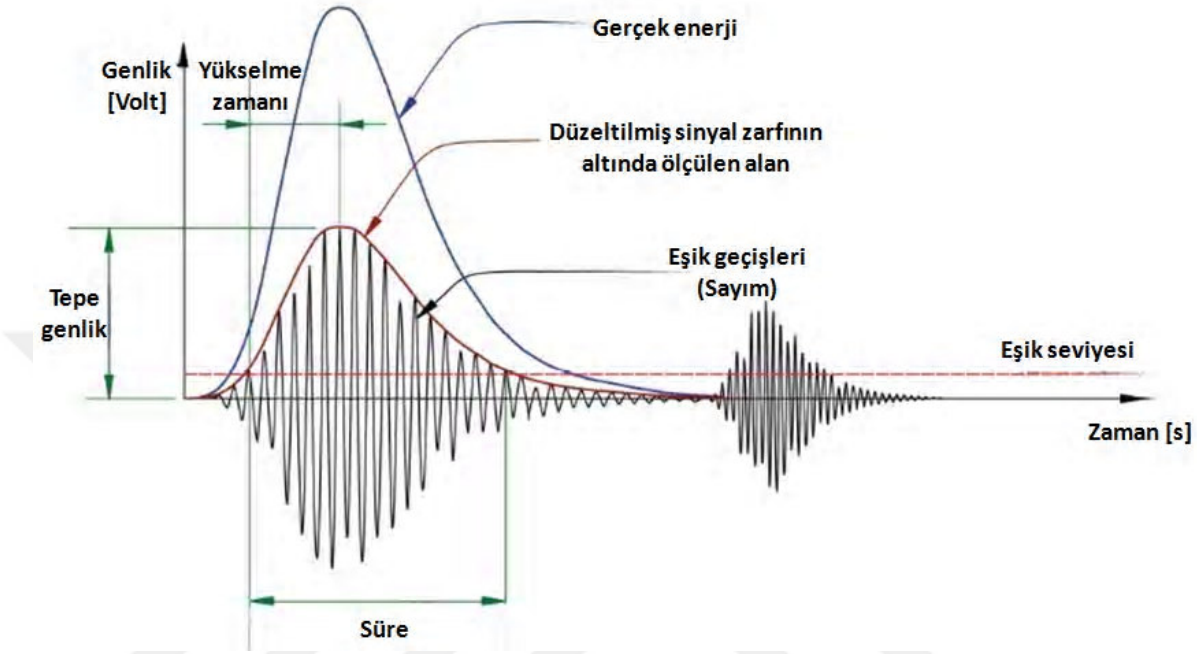
AE, kusurların statik varlığından ziyade kusurların büyümesine ve malzemedeki değişikliklere duyarlı bir yöntemdir. Bu yöntemde kusurlar yalnızca test sırasında gelişirken tanımlandığı için pasif bir tahribatsız teknik olarak kabul edilir. AE tekniğinin pozitif taraflarının aksine zorlayıcı tarafı ise, test operatörünün yapıdan gelen bilgiyi objektif bir şekilde yorumlayabilmesi ve doğru bir hasar kaynağı ile ilişkilendirebilecek donanıma sahip olması gerekliliğidir [82].



Şekil 1.32. Akustik emisyon tekniğinin pasif olmasının şematik gösterimi [88].

1.8.5. Akustik Emisyon Sinyalinin Özellikleri

Bir AE sinyalinin özelliklerini belirleyebilmek için öncelikle sinyal için bir eşik seviyesi belirlenmesi gerekir (Şekil 1.33).



Şekil 1.33. Bir AE sinyalinin özellikleri [89].

- **Eşik (Threshold):** Arka plan seslerini ortadan kaldırmak amacıyla kullanılan bir ayar parametresidir. Bu değer incelenmekte olan malzemeye göre veya kullanıcının deneyimine göre belirlenebilir. Eşik seviyesinin altında kalan sinyaller gürültü olarak değerlendirilirken, gerçek AE olaylarının olduğu sinyaller eşik seviyesinin üzerindeki alan olarak değerlendirilir.

Bir AE olayında genlik, devam süresi, yükselme zamanı, sayım, enerji gibi temel parametreler bulunmaktadır.

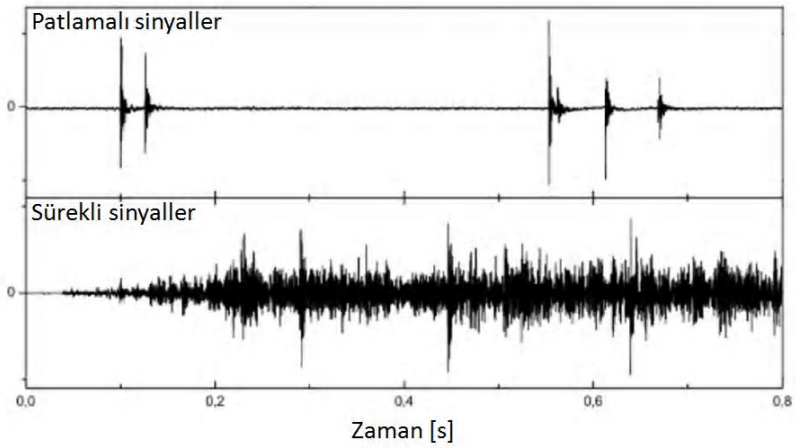
- **Genlik (Amplitude, A):** Bir AE olayında voltaj sinyalinin en yüksek tepe noktasını ifade eder. Genel olarak "dB (desibel)" ile ifade edilir.
- **Devam Süresi (Duration, D):** Eşik seviyesini ilk ve son aşan pikler arasında geçen zamandır.
- **Yükselme Zamanı (Rise Time, R):** Eşik değerini geçen ilk pik ve en yüksek pik arasındaki zamandır.
- **Sayı/Sayım (Count, N):** Eşik seviyesini geçen zirve sayısıdır.

- **Enerji (Marse, E):** Düzeltilmiş sinyal zarfının ölçülen alanı olarak bilinir [77].

Temel olarak 2 tür AE sinyali vardır (Şekil 1.34):

1-Sürekli Tip Sinyaller: Hızla oluşan kaynaklardan gelen sürekli sinyal olan sinyallerdir.

2-Patlama Tip Sinyaller: Geçici tip sinyallerdir. AE olaylarını değerlendirmek için uygun olan sinyallerdir.



Şekil 1.34. Patlama tip ve sürekli tip sinyal gösterimleri [88].

Bir AE olayında verileri görüntülemek için genliği kullanırsak 2 farklı grafik türü kullanırız:

1-Diferansiyel Grafik: Belli bir zamanda belli bir durumda ne kadar AE olayı veya AE sinyali olduğunu gösterir.

2-Kümülatif Grafik: Belirli bir genliği aşan bir dizi vuruş vardır.

AE tekniğinden kompozit malzemelerin testleri esnasında da yararlanılmaktadır. Kompozit yapılarda farklı hasar tipleri oluşabilmektedir (Şekil 1.35). Kompozit malzemelerdeki mekanik karakterizasyonu ortaya koymak ve hasar analizinde faydalanmak amacıyla bu deformasyon tipleri ile akustik sinyaller ilişkilendirilebilmektedir [90-93].



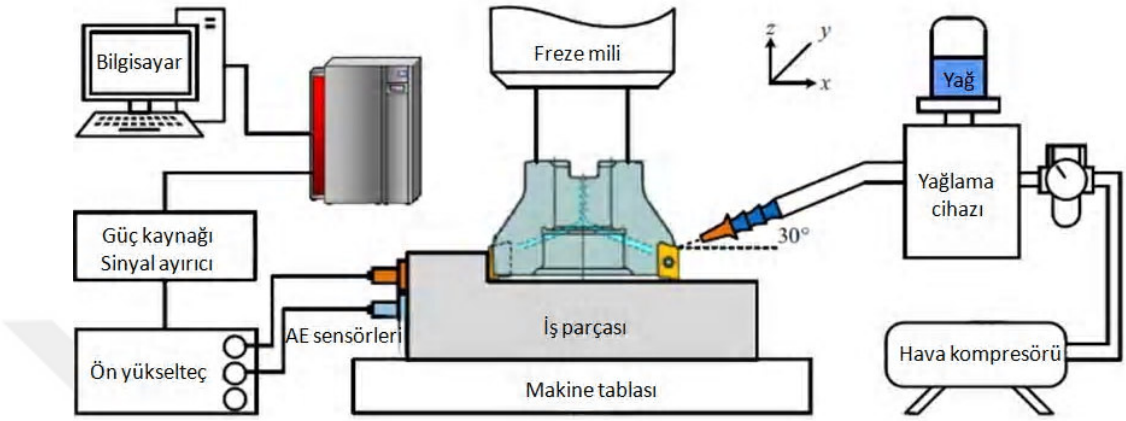
Şekil 1.35. Kompozit malzemelerdeki AE hasar çeşitleri [90].

1.8.6. Akustik Emisyon Testi ile İlgili Çalışmalar

Yalçın ve arkadaşları [81] yaptıkları çalışmada takım tezgahlarından tornalamada AE tekniğinden yararlanarak takım aşınma analizi yapmışlardır. Tornalama sırasında takım durumunu izlemişler ve AE sinyallerini yorumlamışlardır. Sonuç olarak, akustik sinyallerin pik yaptıkları noktalarda takım kırılmasının olduğunu tespit etmişler ve takım kırılması gerçekleşene kadar ufak pikler gözlemlemişlerdir. Ayrıca takım kesme kuvvetlerini de incelemişler ve sonuçta akustik sinyallerin zirve yaptığı noktada kesme kuvvetlerinin sıfıra yaklaştığını ve bu durumun ise takım kırılmasını ifade ettiğini belirtmişlerdir.

Wang ve arkadaşları [94] takım tezgahlarında frezelemde AE tekniğini kullanmışlar ve çalışmalarında minimum miktar yağlama, kırılma ve plastik deformasyon ile oluşan AE sinyallerinin özelliklerini karşılaştırılmışlardır (Şekil 1.36). Sonuç olarak, en yüksek süreli (duration time) ve en yüksek enerjili akustik sinyallerin minimum miktar yağlama (MQL) sonucunda oluştuğunu, en kısa süreli ve daha düşük enerjili sinyallerin kırılma ile ortaya çıktığını ve en düşük voltajlı ve enerjili sinyaller ile en yüksek yükselme zamanlı sinyallerin plastik deformasyon sonucu olduğunu ifade etmişlerdir. Bununla birlikte aynı çalışmada, aşınmış takım ve yeni takım kullanarak akustik sinyalleri karşılaştırmışlardır. Sonuçta, kuru yağlama ve minimum miktar yağlamada, aşınmış

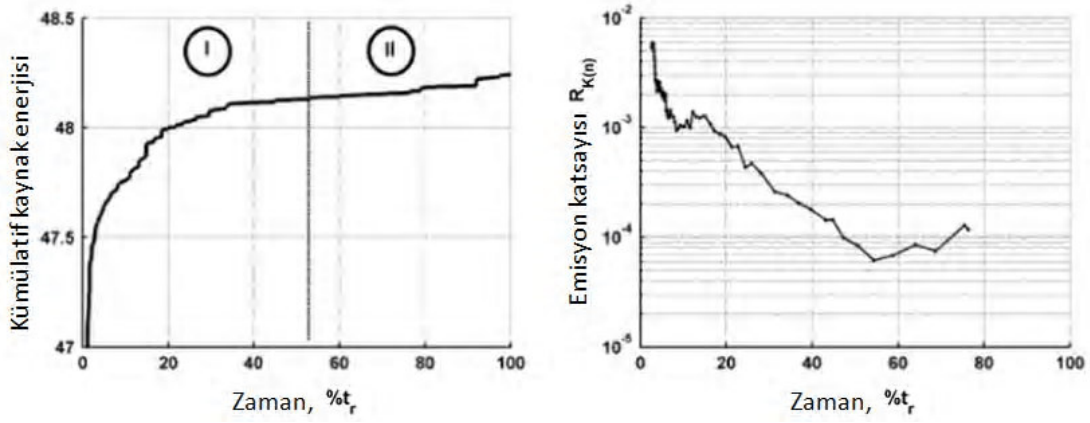
takım sonucu elde edilen AE enerjisinin yeni takım kullanılarak ortaya çıkan AE enerjisinden daha düşük olduğu görülmüştür.



Şekil 1.36. Frezelemede AE testi deneysel düzeneği [94].

Başaltın ve Yaman [95] yaptıkları çalışmada, CNC tipi tornalama takım tezgahında AE testi gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada SAE 1030 dövme çelik ve iki farklı tip kesici karbür takım ucu kullanmışlardır. Farklı sürelerde (5, 10, 15, 20 dk) işlem gerçekleştirmişler ve sonuç olarak farklı karbür uçların kullanıldığı çalışmada sert olan takımın aşınma dayanımının daha yüksek olması nedeniyle daha düşük ses basıncı (dB) oluşturduğunu görmüşlerdir. Deneylerde daha sert olan kesici takım için, sabit ilerleme ve kesme hızında sürenin artışı ile AE dalga genliklerinin arttığı ve buna bağlı olarak takım yanak aşınmasının da arttığı gözlenmiştir.

Maillet ve arkadaşları [96] AE tekniği ile seramik matrisli malzemeler üzerinde yorulma testleri yapmışlardır. Çalışmalarında, iki kanallı Mıstras 2001, Physical Acoustics Corporation'a ait bir veri toplama sistemi, iki adet sensör, 40 dB ön yükseltici ve sinyalleri ortam gürültüsünden filtrelemek için 32 dB eşik seviyesi belirlemişlerdir. Çalışmada frekans aralığı ise 20-1200 kHz'dir. Çalışmada elde edilen, kümülatif enerji/zaman ve emisyon katsayısı/zaman grafikleri Şekil 1.37'de görülmektedir. Elde edilen sonuçlara göre, 1. bölge matris çatlağı, 2. bölge ise yavaş çatlak büyümesi sonucu oluşan lif kopmasıdır. Diğer bir sonuç ise, AE testi ile kalan ömrün tahmin edilebilmesidir.



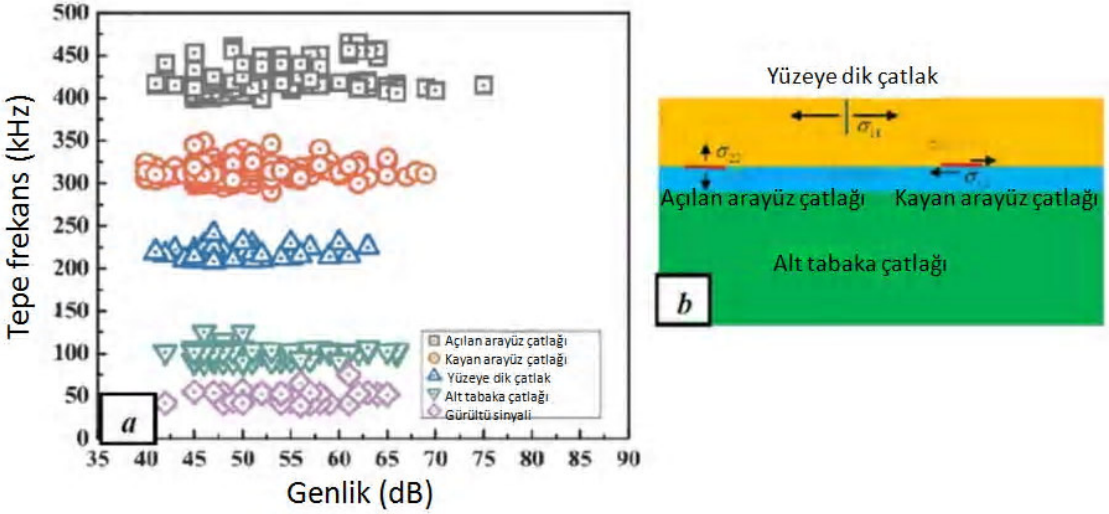
Şekil 1.37. Yorulma testi grafikleri [96].

Arun ve arkadaşları [97] B_4C takviyeli AA8011 Alüminyum alaşımlı metal matrisli kompozit malzemeleri yorulma testi sırasında AE tekniği ile değerlendirmişlerdir. Yaptıkları çalışmada ağırlıkça farklı oranlarda (%0, %1 %1.5 ve %2) B_4C kullanmışlardır. Sonuçta mikrosertlik analizi ile, ağırlıkça artan B_4C oranı ile sertliğin de arttığını ve %1.5 B_4C içeren kompozit malzemede gecikmeli bir AE dalga biçimi (çatlakların daha yavaş başlaması) ortaya çıktığını gözlemlemişlerdir.

Huang ve arkadaşları [90] çalışmalarında kompozit laminat malzemelere çekme yüklemesi uygulayarak AE sinyallerini değerlendirmişlerdir. Yaptıkları çalışmada, örnekleme oranı 5 MHz, ön yükselteç kazancı 40 dB, eşik ise 52 dB olarak seçilmiş ve iki adet AE sensörü kullanılmışlardır. Çalışmalarında AE sinyallerinin frekans aralığı ile hasar modları arasında ilişki kurmuşlardır. Genlik, enerji ve frekans parametrelerinden faydalanmışlardır. Yaptıkları çalışmada, 58-185 kHz aralığının matris hasarını, 307-410 kHz aralığının matris kırığını, 200-290 kHz aralığının arayüz ayrılmasını, 190-290 kHz aralığının delaminasyonu ve 405-455 kHz aralığının ise fiber kırılmasını gösterdiğini belirtmişlerdir.

Zhu ve arkadaşları [91] türbin kanadına kaplanmış olan EB-PVD (elektron ışını fiziksel buhar biriktirme) TBK'ların termal şok deneyi altında hasar gelişim ve analizi için AE tekniğini kullanmışlardır. Çalışmada AE frekans değerleri ile hasar çeşitleri ilişkilendirilerek sonuçlar elde etmişlerdir. Çalışma kapsamında AE testi için, ön amplifikatör eşik genlik değerini 40 dB, örnekleme frekansını 2000 kHz, düşük ve yüksek frekans filtresini 100 kHz ve 1000 kHz olarak belirlemişlerdir. Çalışmada yüksek sıcaklık nedeniyle Nikel-Krom bir dalga kılavuzundan yararlanmışlardır. Sonuç

olarak, 90-110 kHz arası frekans değerinin alt tabaka deformasyonunu, 200-220 kHz arası frekans değerinin yüzey dikey çatlaklarını, 300-325 kHz arası frekans değerinin kayan arayüz çatlaklarını, 400-450 kHz arası frekans değerinin ise açılan arayüz çatlaklarını gösterdiğini gözlemlemişlerdir (Şekil 1.38).



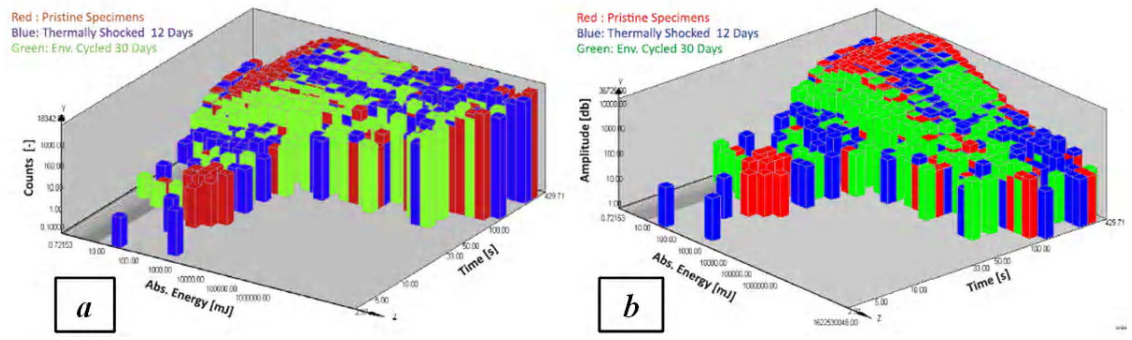
Şekil 1.38 a) Frekans/genlik grafiği ve b) deformasyon türlerinin gösterimi [91].

Yang ve arkadaşları [Y92] TBK'larda AE sinyallerini değerlendirmişlerdir. AE tekniğinden hasar türlerini tespit etmek için yararlanmışlardır. Çalışmada, çekme testinde iki adet sensör (sensörler arası mesafe 46 mm) ve basma testinde ise tek sensör kullanarak uygulama yapmışlardır. Eşik değerini 38 dB, ön yükselteç 40 dB, örnekleme frekansını ise 2MHz değerlerinde testleri gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada hasar türünü ayırt etmek için genlik/voltaj grafikleri elde etmişlerdir. Sonuçta, alt tabaka deformasyonu için 40-150 kHz, kayan arayüz çatlakları için 170-250 kHz, yüzey dikey çatlakları için 260-350 kHz ve açılan arayüz çatlakları için ise 400-500 kHz frekans aralığında değerler elde etmişlerdir.

Lee ve arkadaşları [93] yaptıkları çalışmada şekil hafızalı kompozit malzemeleri 833K sıcaklıkta 60 MPa basınçta 30 dk süre ile sıcak preste üretmişler ve numunelere daldırma yöntemiyle 223 K sıcaklığa 10 dk süre ile soğutma ve sonrasında oda sıcaklığında 10 dk bekletme ile termal şok döngüleri (50, 100, 300, 500, 700 çevrim) uygulamışlardır. Sonrasında ise hasar davranışını AE tekniği ile değerlendirmişlerdir. Sonuçta, bağ ayrılması (debonding) dolayısıyla oluşan AE olayları maksimum frekansta 160 kHZ ve fiber kırılması sonucu oluşan yüksek frekansı ise 220 kHz değerlerinde tespit etmişlerdir.

Lee ve arkadaşları [98] çalışmalarında alümina seramik malzemeyi 20 dk boyunca 595 K' de elektrikli fırında ısıtma ve sonrasında 295 K su tankında soğutma ile tekrarlı termal şoka maruz bırakmışlar ve sonrasında numunenin yüzeyinde mikro çatlak oluşumunu tespit etmişlerdir. Yaptıkları çalışmada yüzey çatlaklarında çatlak başlangıcı ve yayılmasını değerlendirmek amacıyla AE yöntemini de kullanmışlardır. Çalışmada AE tekniğinde sayı, süre, genlik, enerji gibi parametreleri değerlendirmişlerdir. Sonuç olarak, numune yüzeyindeki çatlak başlangıcından kaynaklanan AE sinyallerinin 80 dB genliğin ve 250-400 kHz frekans değerinin üzerinde olduğunu belirtmişlerdir.

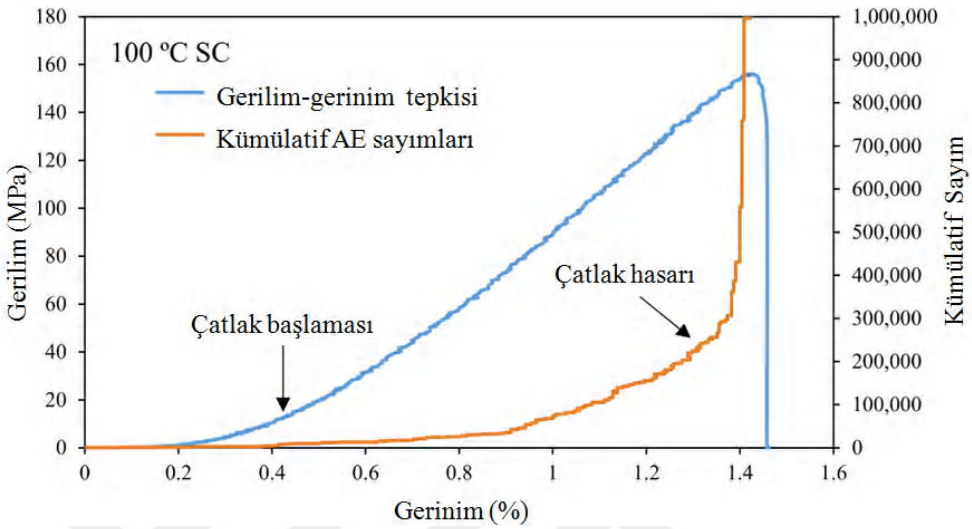
Mouzakis ve Dimogianopoulos [76] havacılıktaki uygulamalara yönelik olarak polimer matrisli karbon fiber takviyeli kompozit malzemeleri farklı sıcaklık ve nem koşullarında 12 gün ve 30 gün boyunca yaşlandırmaya maruz bırakmışlar ve yaşlanmanın malzemeler üzerindeki etkisini incelemek için üç nokta eğme testi altında AE verilerini 3D olarak elde etmişlerdir. Sonuç olarak, en düşük AE sayısını (count) 30 günlük yaşlandırma prosedüründe gözlemlemişlerdir. İkinci olarak ise, bozulmamış numunelerin tüm enerjilerde en yüksek sinyal genliğine sahip olduklarını ve 30 gün yaşlandırma uygulanan numunelerde ise en düşük sinyal genliğini elde etmişlerdir (Şekil 1.39).



Şekil 1.39. AE testi 3D grafikleri; a) sayı/enerji/zaman b) genlik/enerji/zaman [76].

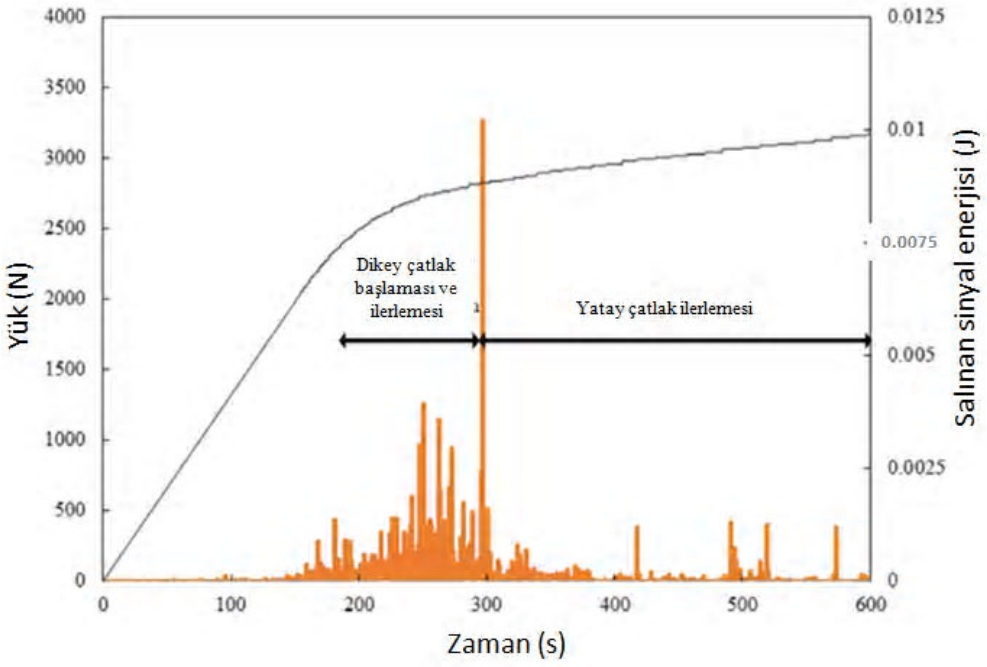
Isaka ve arkadaşları [99] Harcourt granitinin mekanik özelliklerini hızlı ve yavaş soğutma yaparak karakterize etmeyi amaçlamışlardır. 25°C ve 1000°C arasındaki farklı sıcaklıklarda ön ısıtmaya maruz kalan numunelerin tek eksenli basınç testi ile mekanik özelliklerini araştırmışlardır. AE tekniğinden de yararlanmışlardır. Şekil 1.40'ta 100°C'ye kadar ısıtılan ve daha sonra yavaş soğuma etkisinde kalan Harcourt granitinin kümülatif AE sayıları ile gerilim-gerinim tepki grafikleri verilmiştir. AE sayımlarının

artmaya başladığı nokta çatlak başlangıcı olarak değerlendirilmiş ve çatlağın yayılmasıyla AE sayıları atmıştır.



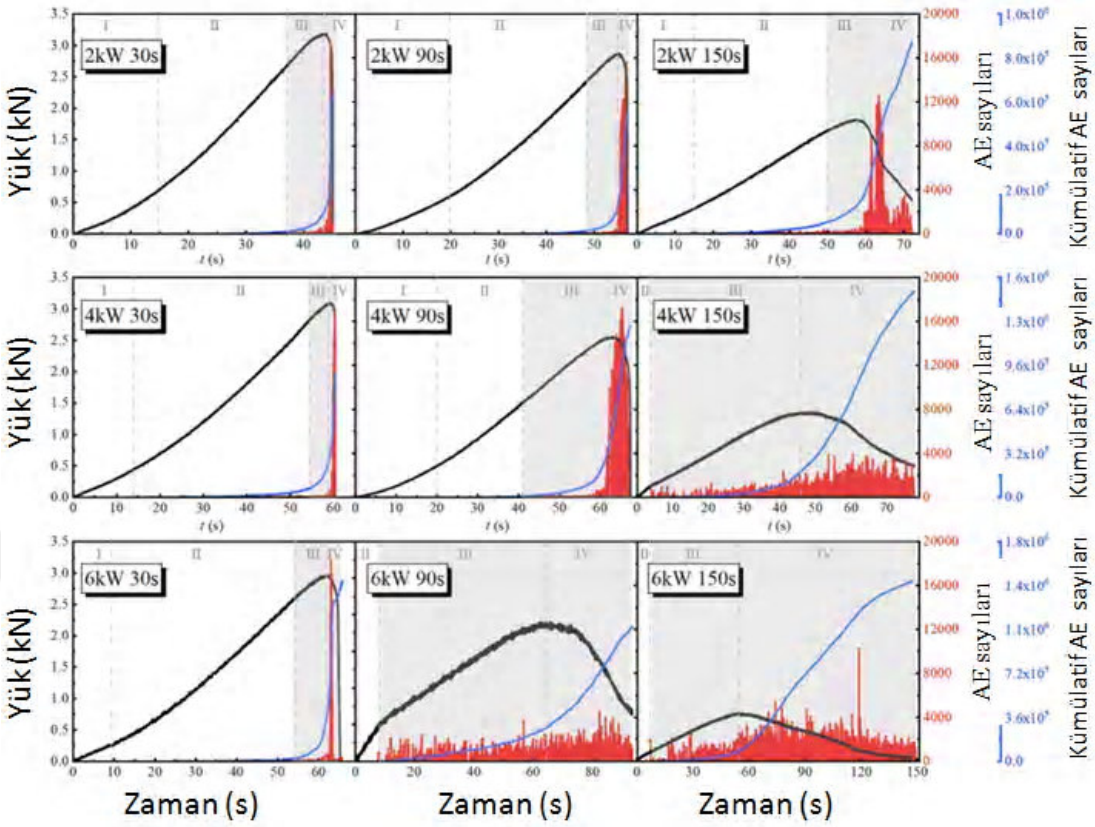
Şekil 1.40. Kümülatif sayım ve gerilim/gerinim grafiği [99].

Khazaeian ve Nakhodchi [100] çalışmalarında alt tabakası Inconel 617 süper alaşımlı plakalar kullanarak oluşturdukları TBK'lara dört noktalı bükme testi uygulamışlardır. Ayrıca yapılan çalışmada oksidasyon etkisini araştırmak amacıyla termal oksidasyona maruz kalan malzemeleri de incelenmişlerdir. Bu nedenle numuneler, 1000°C sıcaklıkta 100 saat boyunca izotermal olarak hava atmosferli bir fırında ısıtılmıştır. Çalışma kapsamında AE verileri de almışlardır. Şekil 1.41'de oksitlenmiş numunenin yayınan sinyal enerjisinin AE grafiği görülmektedir. Burada düşey çatlak başlangıcı, ilerlemesi ve yatay çatlak ilerlemesi gösterilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda ise oksitlenmiş numunelerde hızlı delaminasyon çatlakları olduğu rapor edilmiştir.



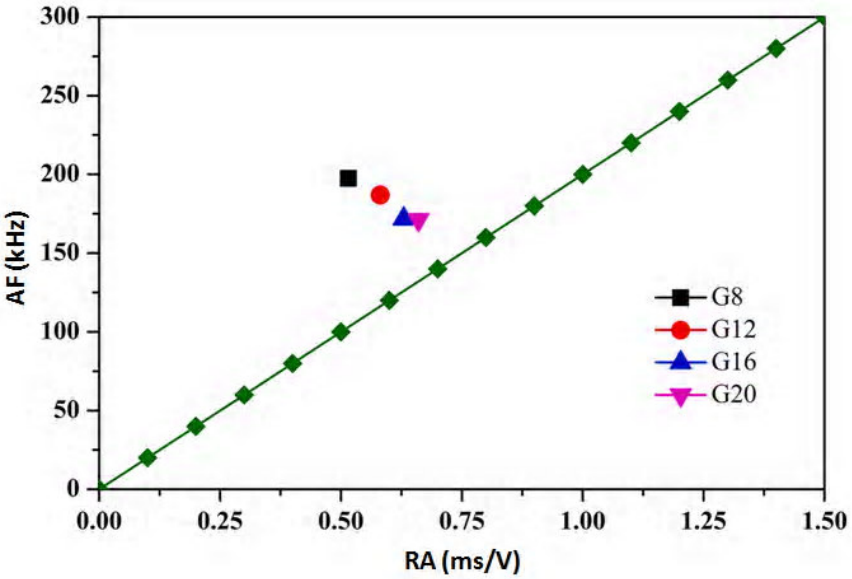
Şekil 1.41. Salınan enerji ve yük/zaman grafiği [100].

Li ve arkadaşları [101] yaptıkları çalışmada mikrodalga ısıtmanın granit malzemenin kırılma davranışı üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Çalışmada 2, 4 ve 6 kW'lık güç seviyelerinde mikrodalga ile ısıtma yapılmıştır. 30 saniyeden 150 saniyeye kadar farklı sürelerde ısıtmalar gerçekleştirilmiştir. Şekil 1.42'de elde edilen grafiklerde I. bölge mikro çatlakların kapanmasını, II. bölge elastik deformasyonu, III. bölge çatlak istikrarlı büyüme aşamasını, IV. bölge de zirve sonrası aşamayı temsil etmektedir. Şekilde gri gölgeyle işaretlenmiş alan ise AE aktif periyodu göstermektedir. Örneğin 4 kW'lık mikrodalga koşullarında işlem gören malzemeler incelendiğinde 30, 90 ve 150 s'lik mikrodalga ışınlanmasından sonra AE aktivite süreleri sırasıyla 6.2 s, 27.5 s ve 75.6 s'dir. Ayrıca mikrodalga ısıtma termal şok etkisiyle mikro çatlakların oluşumuna neden olmuştur.



Şekil 1.42. Kuvvet/zaman/AE sayısı ve kümülatif AE sayı grafiği [101].

Xu ve arkadaşları [102] grafit içeriğinin Mg-O refrakterlerin kırılma davranışı üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Kama yarma testi yapılan bu çalışmada AE tekniğinden de faydalanılmıştır. Çalışmada 50-400 kHz frekans bant genişliğine sahip sensörler AE için kullanılmıştır. Araştırmada, grafit içeriğindeki artışın termal şok direncini artırdığı ve kırılganlığı da azalttığı ifade edilmiştir. Yapılan çalışmada grafit içeriği en fazla olandan en az olan numuneye doğru sıralama G20, G16, G12 ve G8 şeklindedir. Araştırmada Şekil 1.43'te görülen AF-RA grafiği elde edilmiştir. AF değeri, AE tekniğindeki vuruş (hit)/süre (duration) oranını ifade ederken, RA değeri ise, yükselme zamanı (rise time)/genlik (amplitude) oranını ifade eder. Sonuç olarak, MgO-C refrakterdeki grafit içeriğindeki artış ile AE sinyalinin ortalama AF/RA oranının kademeli olarak azaldığı ve AE enerji yayılımının patlamalı tipten yavaş salınım tipine dönüştüğü rapor edilmiştir.



Şekil 1.43. Numunelerin AF/RA grafiği [102].

Yuan ve arkadaşları [103] çalışmalarında yüksek sıcaklıktaki granitin farklı soğutma etkileri altında AE özelliklerini incelemişlerdir. Isıtma numunelerin 1 saat süre ile 600°C sıcaklıkta bir fırında tutulmasıyla yapılır. Soğutma ise farklı yöntemlerle yapılmıştır. Granitteki hasarı izlemek amacıyla AE tekniği de kullanılmıştır. AE testinde eşik değer ise 40 dB olarak ayarlanmıştır. Isıtma işlemindeki granitin kümülatif AE sayılarının soğutma işlemindeki granitin kümülatif AE sayılarından daha küçük olduğu belirtilmiş ve ısıtma hasarının soğutma hasarına göre daha büyük olduğu görülmüştür.

2. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

Deneysel çalışmada sırasıyla; katmanlı ve fonksiyonel kademelendirilmiş numunelerin üretimi, numunelerin belli bir sıcaklıkta ve sürede sinterlenmesi, sinterlenen numunelere ön deneme amaçlı doğru parametre tespiti için termal şoklama yapılması, belirlenen parametreler kullanılarak termal şok testlerinin numunelere uygulanması, mikroyapı incelemesi, sertlik incelemesi, sonrasında ise yeni numunelere tekrar termal şok testi sırasında akustik emisyon tekniği ile malzeme muayenesi metodu uygulanmıştır.

2.1. Katmanlı ve Fonksiyonel Kademelendirilmiş Numunelerin Üretimi

Tez çalışmasının bu bölümünde toz metalurjisi yöntemiyle Fe ve seramik bazlı olan B_4C tozları kullanılarak FKM ve tabakalı numuneler karıştırma, istifleme ve sıkışrırma aşamalarıyla yarı mamül olarak üretilmiştir. Üretilen numuneler için 45 µm Fe ve 2-7 µm B_4C tanecik boyutlu tozlar kullanılmıştır (Tablo 2.1). Üretim için, erkek ve dişi parçalardan oluşan ayrılabilen H13 sıcak iş takım çeliğinden üretilmiş silindirik kalıp kullanılmıştır. Kalıp içerisine tozlar elle serilerek her katman 1 mm'lik yüksekliğe sahip toplam 10 katmandan oluşan silindirik numuneler üretilmiştir. Böylelikle, numunelerin nihai kalınlığı 10 mm olurken çapı ise 30 mm'dir.

Tabakalı numuneler; toplamda iki katmandan oluşturulmuştur. Alt katman takviyesiz Fe, üst katman ise farklı kalınlıklarda (1, 2, 3 mm) ve %20 oranında B_4C ile takviyelendirilmiş Fe+B_4C karışımından oluşmaktadır.

Fonksiyonel kademelendirilmiş malzemeler için, birinci katman hariç malzemenin her katmanında farklı oranlarda Fe ve B_4C toz karışımları kullanılmıştır. Her katmanı toplamda aynı hacimde olan FKM numunesinin tek katmanı 1 mm'lik kalınlıktan oluşmaktadır. Katmanlardaki değişim oranının nasıl olacağı "n" (fonksiyonel gradyant) ile belirlenir. Kompozisyonel gradyant değerinin malzeme içerisinde nasıl değişeceğini ifade eden n üstel değeri malzeme içerisindeki % takviye oranının katmanlara göre nasıl

olacağı hakkında bilgi verir. FKM malzemeler, hacimsel gradyant "n" 0.1 ve 1 olacak şekilde üretilmiştir. Tüm numunelerin en üst katmanında %20 B_4C ve %80 Fe bulunurken, en alt katmanında ise takviyesiz Fe bulunmaktadır. Üretilen malzemelerde hacimsel oran olarak metal (m) ve seramik (c) tozları arasındaki ilişki

$$V_c + V_m = 1 \tag{2}$$

eşitliği ile gösterilir. Seramik bileşenin herhangi bir z mesafesindeki hacimsel oranı ise;

$$V_c(z) = \left[\frac{z}{h}\right]^n \tag{3}$$

şeklinde ifade edilebilir. Burada h numunenin kalınlığını, z herhangi bir mesafeyi, n ise fonksiyonel gradyant değerini ifade etmektedir. 'n' değerinin '1' olması demir katmandan seramik katmana doğru lineer bir B_4C yoğunluk artışı ile geçişi ifade ederken '0.1' olması son katmana geçişin daha hızlı bir geçiş (non-lineer) olmasını ifade eder. Malzemenin toplamda içerisinde bulundurduğu B_4C miktarını karşılaştıracak olursak n=1 malzemesi n=0.1 malzemesine göre hacimce daha fazla oranda B_4C tozu bulundurmaktadır. Tablo 2.2 ve Tablo 2.3'te üretilen numunelerin özellikleri gösterilmektedir.

Bu çalışmada, 'n' gradyant değeri '5' olan FKM de üretilmiş fakat bu numune diğerlerine göre daha çok seramik yoğun malzeme özelliği taşıdığı için sinterleme sonrasında çatlamalar gözlenmiş ve bu nedenle n=1 ve n=0.1 konfigürasyonları lineer ve non-lineer olarak belirlenmiştir.

Daha önce Fe ve B_4C ile yapılan literatür çalışmasında B_4C oranının %20 değerinin üzerine çıkıldığında poroziteyi daha fazla artırdığı ve borun difüzyonu sonucu oluşan yapının bu oranı geçtiğinde kırılganlık seviyesini daha da artırdığı bilgisine dayanarak malzemelerde en üst katmandaki B_4C en yüksek değeri %20 olarak belirlenmiştir.

Tablo 2.1. Deneylerde kullanılan tozlar ve tane boyutları.

Toz Malzemesi	**Tane Boyutu**
Fe (Demir)	45 µm
B_4C (Bor karbür)	2-7 µm

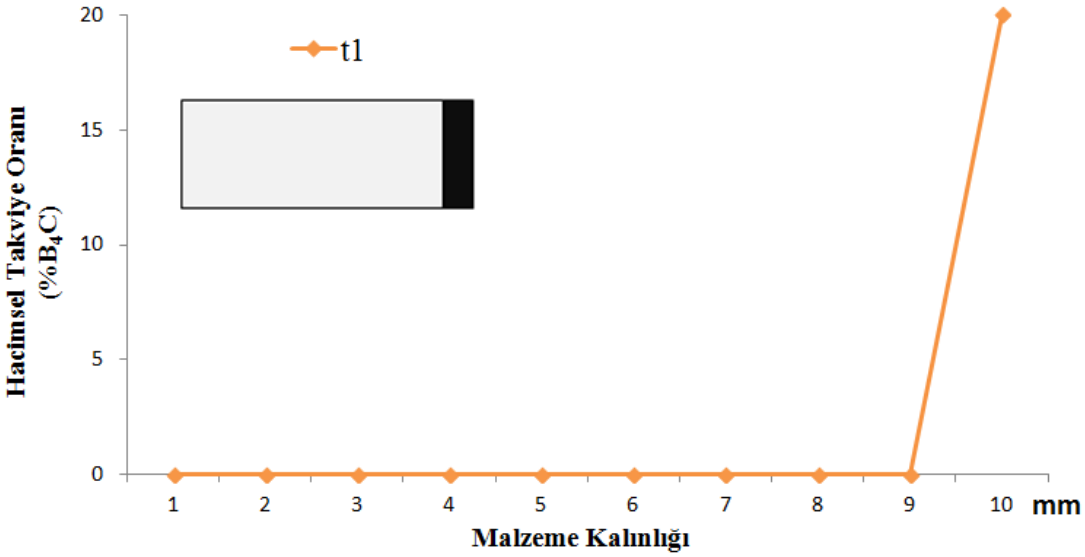
Tablo 2.2. FKM numunelerinde "n" gradyantına göre değişen hacimsel B_4C oranları.

Katmanlar	n=0.1 Hacimsel Oran (%B_4C)	n=1 Hacimsel Oran (%B_4C)
1. Katman	0	0
2. Katman	0.2	2.2
3. Katman	0.5	4.4
4. Katman	0.8	6.7
5. Katman	1.1	8.9
6. Katman	1.6	11.1
7. Katman	2.1	13.3
8. Katman	2.8	15.6
9. Katman	3.9	17.8
10. Katman	20	20
Toplam	%3.3 B_4C %96.7 Fe	%10 B_4C %90 Fe

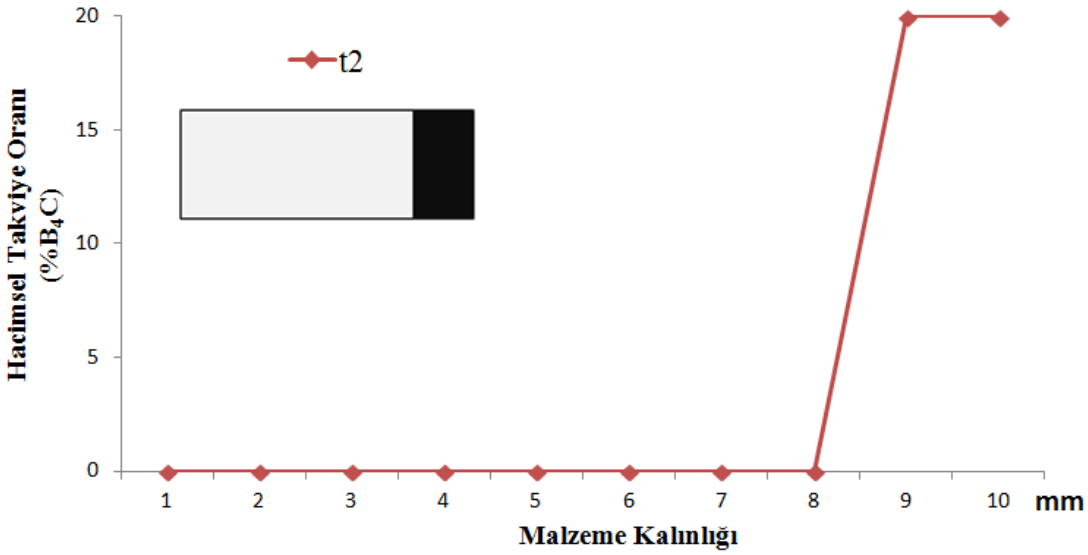
Tablo 2.3. Tabakalı numunelerde katman kalınlığı ve toplam oranlar.

Numune Kodu	**Katman Sayısı**	**Ana Malzeme**	**Yüzey Katmanı**	**Toplam Oran**
t1	2	Fe	1 mm: (%20B_4C)+Fe	%2 B_4C %98 Fe
t2	2	Fe	2 mm: (%20B_4C)+Fe	%4 B_4C %96 Fe
t3	2	Fe	3 mm: (%20B_4C)+Fe	%6 B_4C %94 Fe

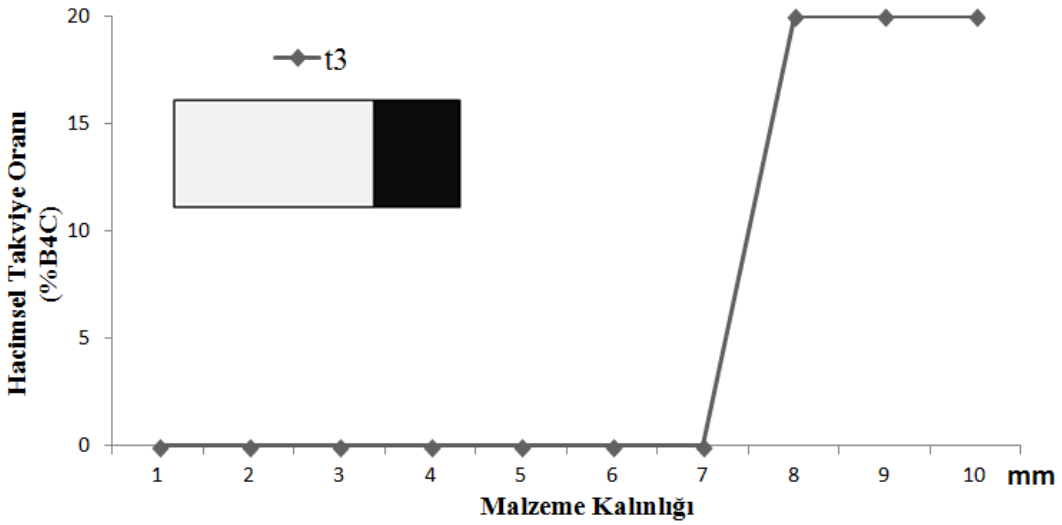
Aşağıdaki grafiklerde 1, 2 ve 3 mm tabakalı kompozit numunelerin ve n=0.1, n=1 kompozisyonel gradyantlı FKM numunelerinin kalınlık boyunca değişen B_4C oranları gösterilmiştir (Şekil 2.1, Şekil 2.2, Şekil, 2.3, Şekil 2.4, Şekil 2.5).



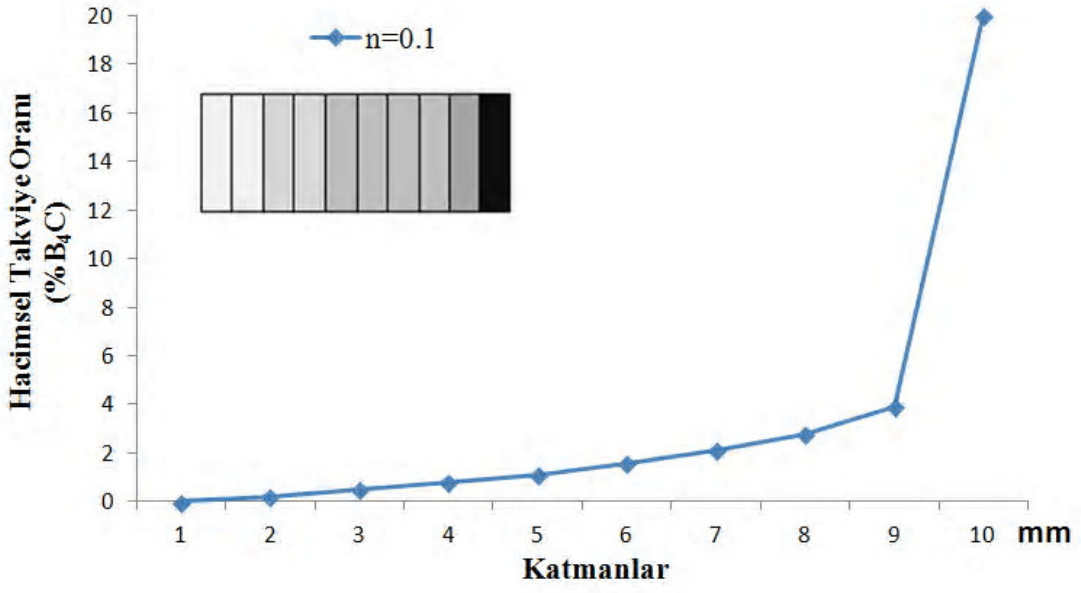
Şekil 2.1. 1 mm tabakalı numunenin kalınlığı boyunca hacimsel B_4C yoğunluk değişim grafiği.



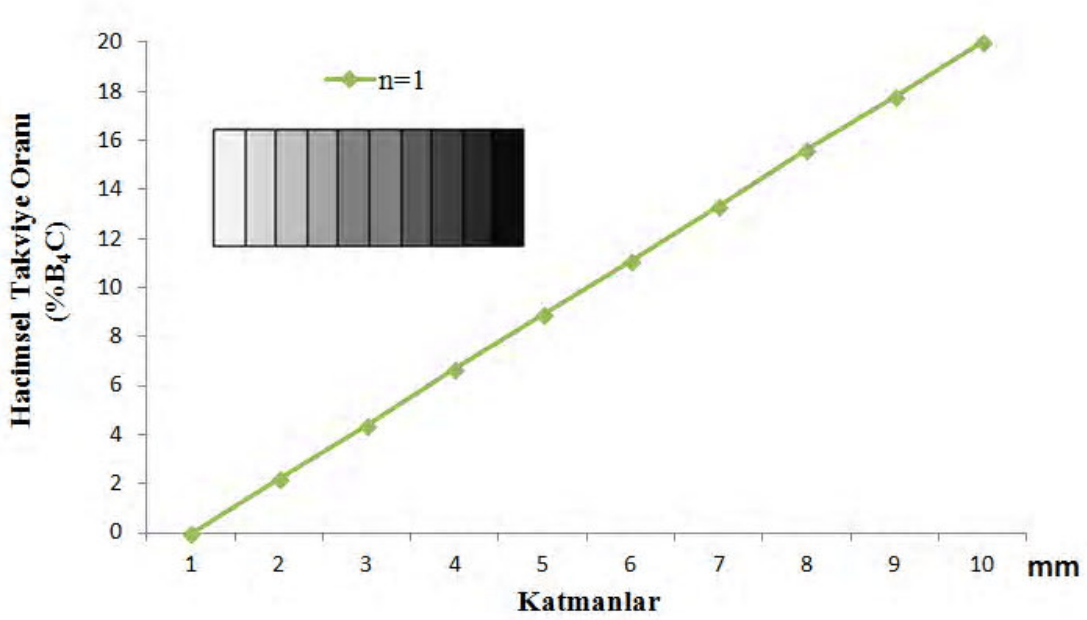
Şekil 2.2. 2 mm tabakalı numunenin kalınlığı boyunca hacimsel B_4C yoğunluk değişim grafiği.



Şekil 2.3. 3 mm tabakalı numunenin kalınlığı boyunca hacimsel B_4C yoğunluk değişim grafiği.

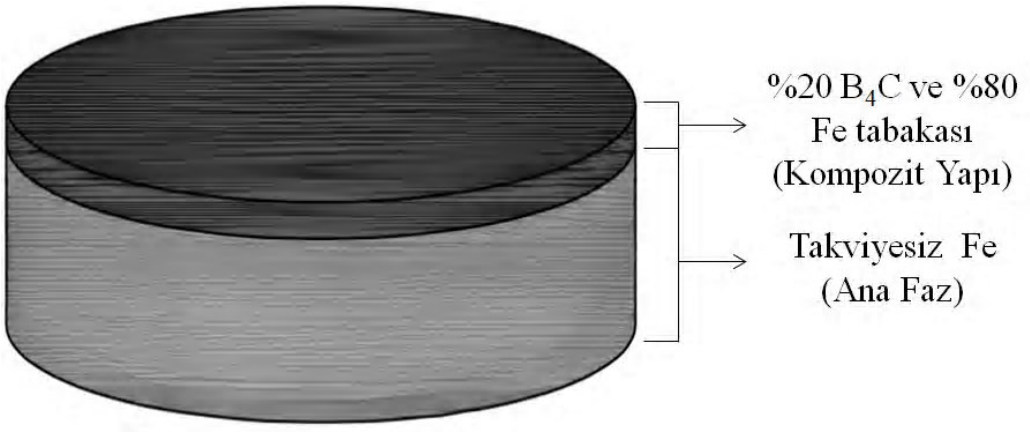


Şekil 2.4. n=0.1 gradyant değerine göre üretilen FKM'nin katmanlara göre hacimsel B_4C yoğunluk grafiği.



Şekil 2.5. n=1 gradyant değerine göre üretilen FKM'nin katmanlara göre hacimsel B_4C yoğunluk grafiği.

Üretilen tabakalı ve FKM kompozit numunelerin genel gösterimleri, hacimce takviye oranları ve tabaka kalınlıkları dikkate alınarak verilmiştir. Şekil 2.6'da tabakalı numunelerin genel gösterimi, Şekil 2.7'de 1 mm tabakalı numunenin gösterimi, Şekil 2.8'de 2 mm tabakalı numunenin gösterimi, Şekil 2.9'da 3 mm tabakalı numunenin gösterimi, Şekil 2.10'da FKM'lerin genel gösterimi, Şekil 2.11'de n=1 kompozisyonel gradyantlı FKM gösterimi, Şekil 2.12'de n=0.1 kompozisyonel gradyantlı FKM gösterimleri yer almaktadır.



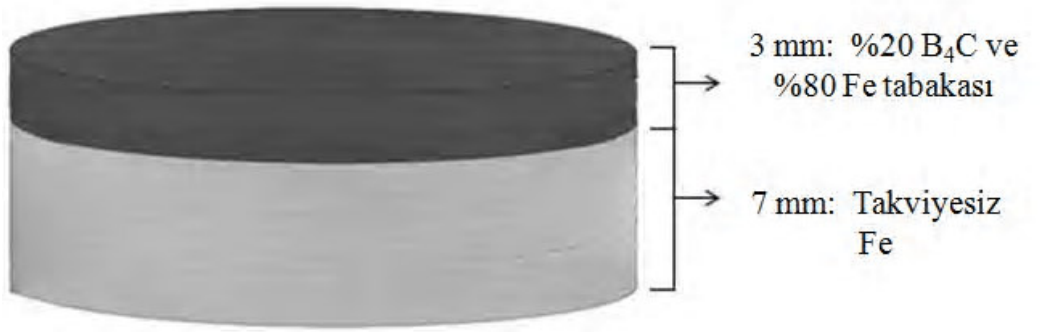
Şekil 2.6. Tabakalı numunenin genel gösterimi.



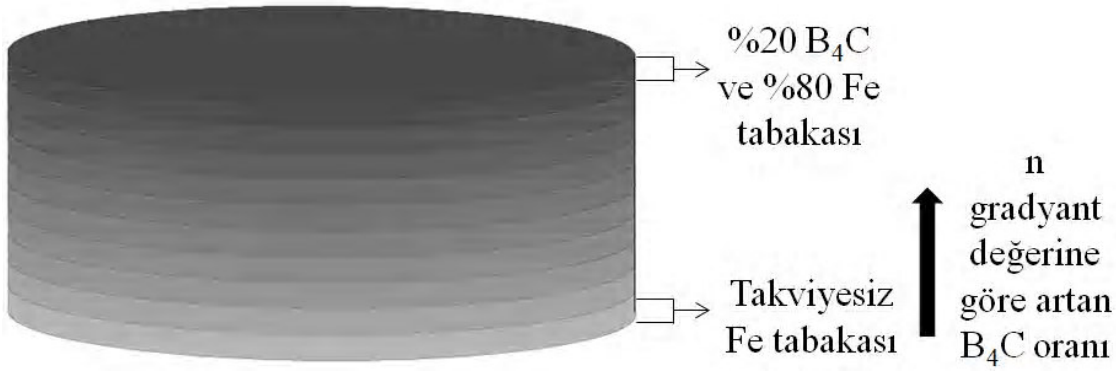
Şekil 2.7. 1 mm tabakalı numunenin gösterimi.



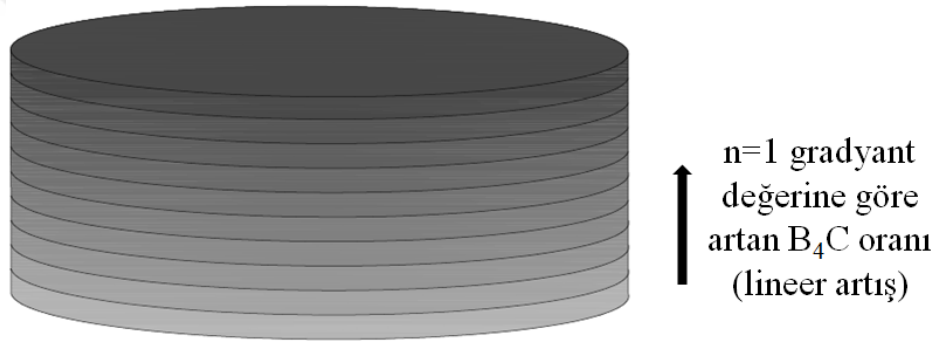
Şekil 2.8. 2 mm tabakalı numunenin gösterimi.



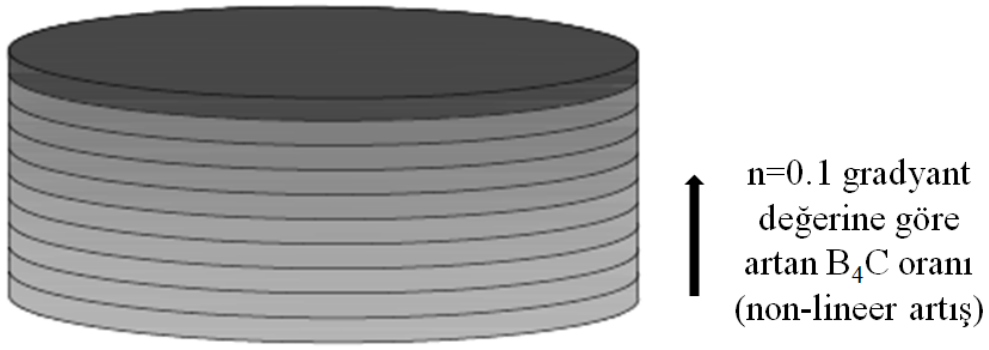
Şekil 2.9. 3 mm tabakalı numunenin gösterimi.



Şekil 2.10. FKM genel gösterimi.



Şekil 2.11. n=1 FKM gösterimi.



Şekil 2.12. n=0.1 FKM gösterimi.

Şekil 2.13'te gösterilmiş olan Fe ve B_4C tozları üretilecek numune özelliği esas alınarak her katmanın aynı hacimde kalmasını sağlayan karışım kuralına göre toz bileşenlerinin olması gereken ağırlıklar hesaplanmış ve Şekil 2.14'teki hassas terazide tartılarak Şekil 2.15'teki numune kaplarına dökülmüştür. Daha sonra her katman için ayrıca hazırlanan

ve içerisinde toz karışımı bulunan numune kapları homojen bir karışım sağlamak için Şekil 2.16'daki toz karıştırma ünitesinde 1 saat süreyle karıştırılmıştır.



Şekil 2.13. Deneylerde kullanılan a) B_4C (2-7µm) ve b) Fe (45µm) tozları.



Şekil 2.14. Toz karışımlarının tartıldığı hassas terazi.



Şekil 2.15. n=0.1 ve n=1 FKM'lerin her katmanı için hazırlanan kaplardaki Fe ve B_4C toz karışımları.

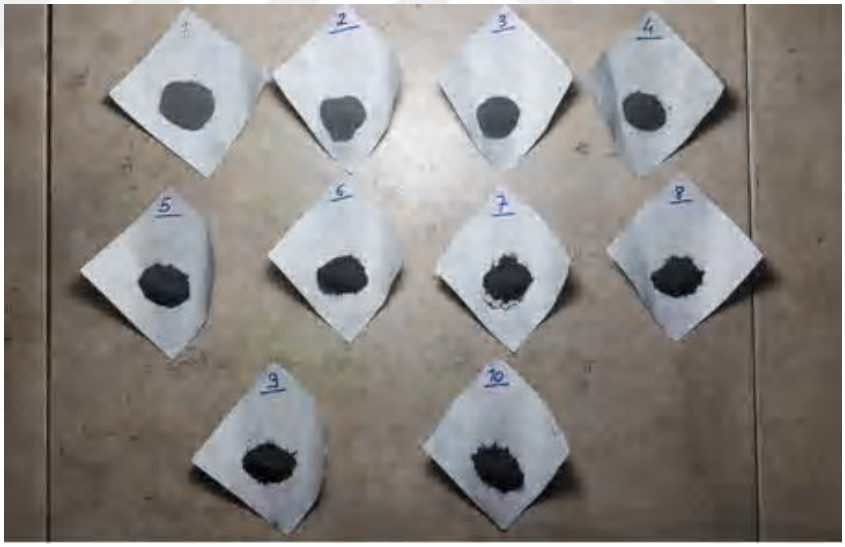


Şekil 2.16. Numune kaplarındaki tozların karıştırıldığı Turbula toz karıştırma ünitesi.

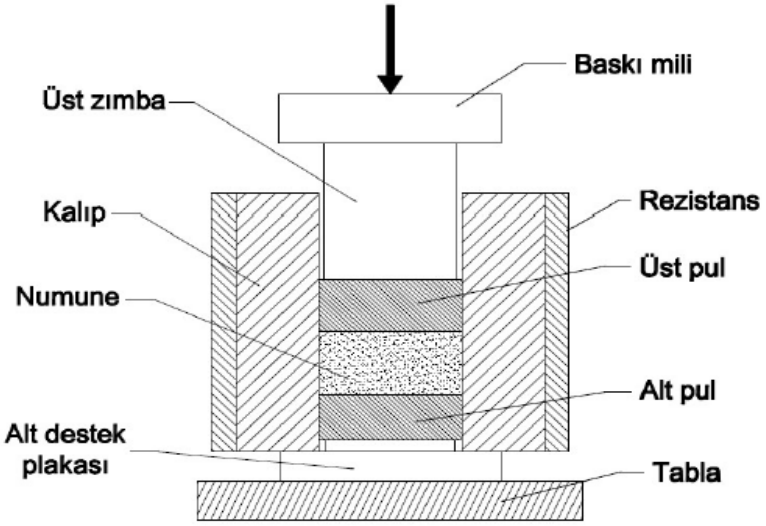
Daha sonraki aşama, fazla numune üretebilmek amacıyla karıştırılan fazla miktarda tozun kap içerisinden alınarak bir numune üretimi için hassas terazide ölçülüp malzemesi takım çeliği olan kalıba dökülerek sıcak preslenmesi aşamasıdır. Bir numune üretmek amacıyla her katman için numune kaplarında hazırlanan ve karıştırılan

tozlardan hesaplanan miktarlarda tartılarak hazırlanmıştır (Şekil 2.17). Her katman için hazırlanan tozlar sırayla en alt katman takviyesiz Fe olacak şekilde ve sonrasında artan B_4C ilave edilmiş toz karışımından başlayarak sırasıyla artan takviye oranlarında kalıp içerisine serilmiş ve Al (Alüminyum) zımba ile bastırılarak kalıp içerisine el kuvveti ile sıkıştırılmıştır. Kalıbın en alt katında pul bulunmaktadır (Şekil 2.18). Pul üzerine tozlar serilerek en üst katmandan sonra tekrar pul kullanılır. Zımba ise pul üzerine yerleştirilir. 2 adet numune üretimi için de uygun olan kalıpta çift numune üretmek için ilk numunenin tüm katmanları serildikten sonra kalıp içerisine pul yerleştirilip aynı işlemler ikinci numune için tekrarlanmıştır. En sonunda en üst numune katmanının üzerine tekrar pul yerleştirilmiştir.

Kullanılan kalıp parçaları, kalıp ve sıkıştırma işlemleri sırasıyla Şekil 2.19, Şekil 2.20 ve Şekil 2.21'de gösterilmiştir. Daha sonra kalıp üzerine zımba konularak sıcak preslemeye geçilmiştir (Şekil 2.22).



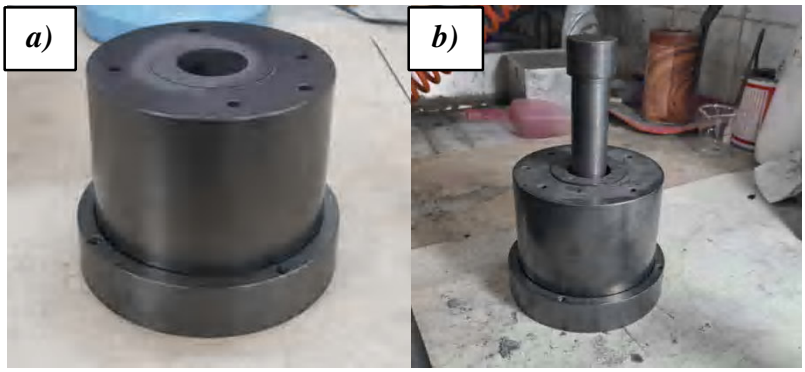
Şekil 2.17. Numunenin her katmanı için hassas terazide tartılarak hazırlanan toz karışımları.



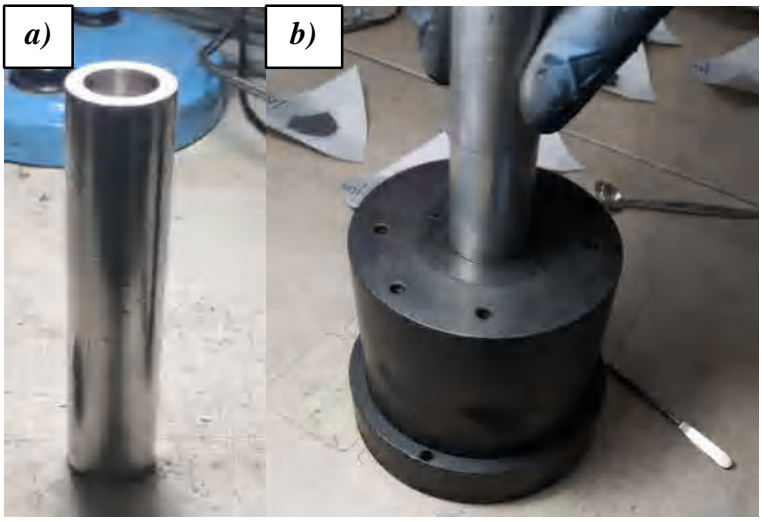
Şekil 2.18. Preslemede kullanılan kalıp ve zımba kesit görüntüsü [62].



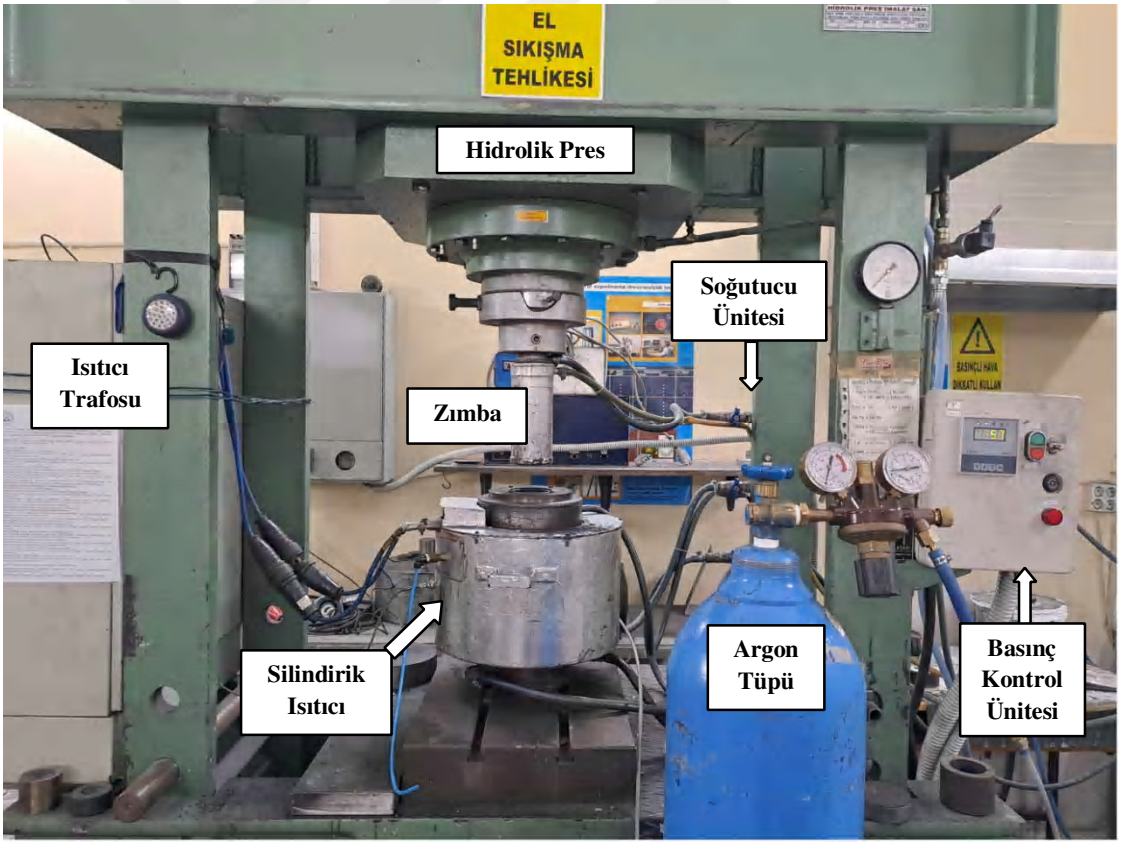
Şekil 2.19. Numune üretimi için kullanılan çelik kalıp parçaları.



Şekil 2.20. a) H13 sıcak iş takım çeliği kalıp ve b) çelik kalıp üzerindeki zımba.



Şekil 2.21. a) Al zımba ve b) tozların kalıpta Al zımba ile sıkıştırılması.



Şekil 2.22. Sıcak pres ünitesi.

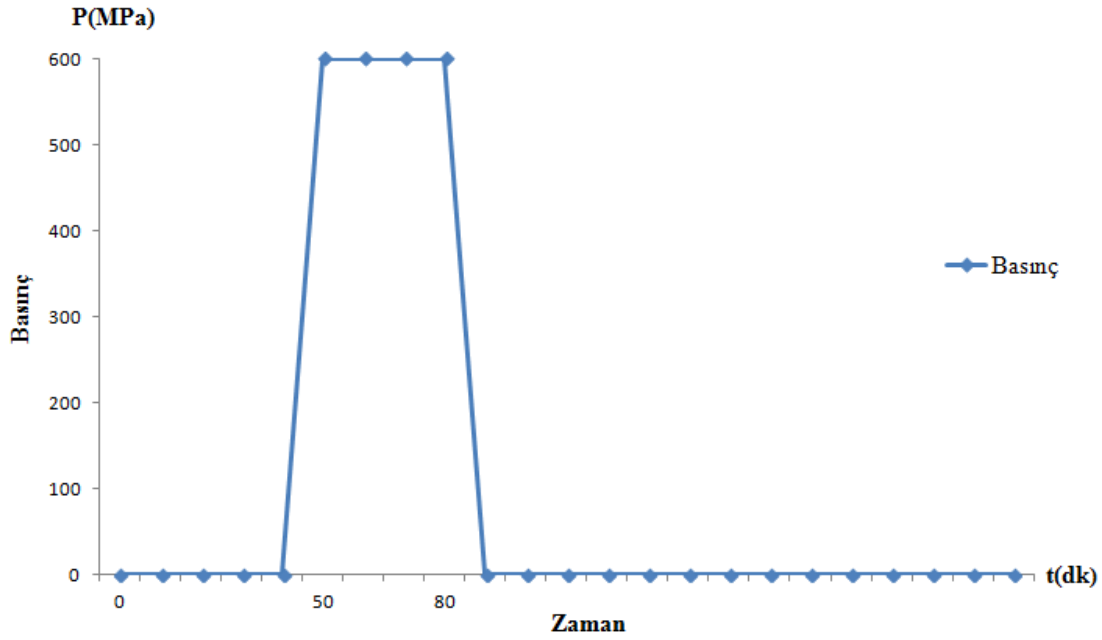
Çelik kalıp içerisine toz serme işlemi bittikten sonra çelik kalıp sıcak presleme işlemi uygulanmak üzere tübüler fırın içerisine yerleştirilmiştir (Şekil 2.23). Fırın kapağı ve baskı mili ile fırın üzeri tamamen kapatılıp, ünite malzemeye pres uygulanacak şekilde

hazır hale getirilmiştir. İlk olarak fırın ile kalıp içerisindeki tozlar 500°C sıcaklığa çıkartılmış ve bu sıcaklığa ulaşıldığında numunelere 30 dakika boyunca 600 MPa (50 bar) sabit basınç uygulanmıştır. Sıcaklık ise termokupl ile kontrol edilmiştir. Fırın sıcaklığının artırılması ile beraber istenmeyen reaksiyonları önlemek için fırın içerisine Ar (argon) gazı verilmiştir. 30 dakika sonunda basınç ve sıcaklık uygulaması eş zamanlı olarak sonlandırılmış ve kalıp kendiliğinden soğumaya bırakılmıştır.

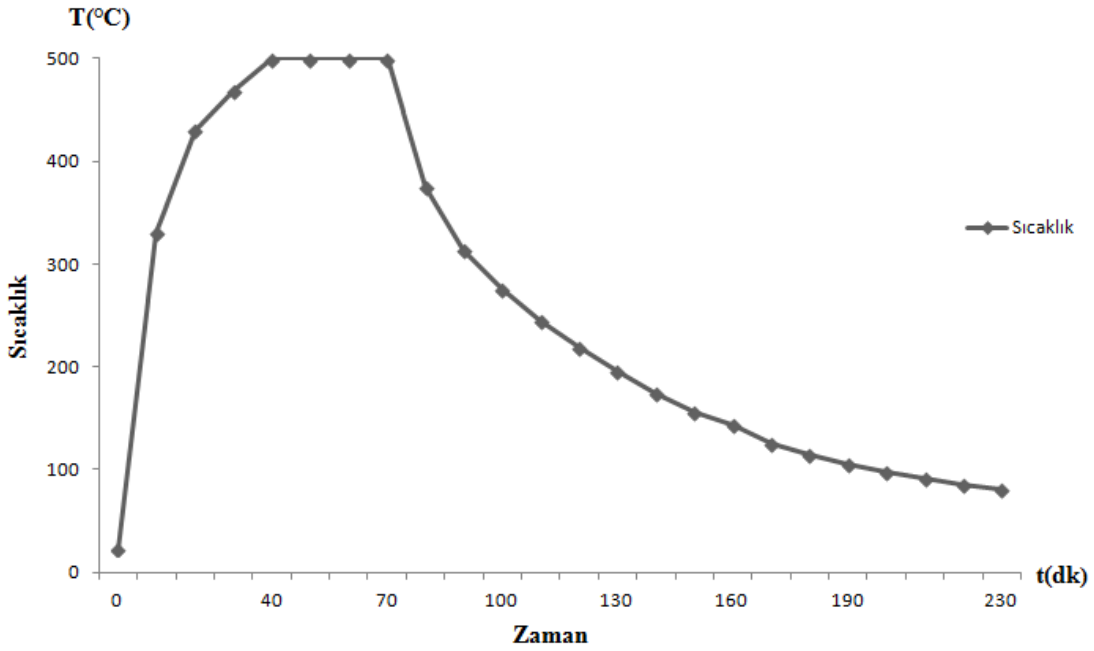


Şekil 2.23. Kalıbın tübüler fırın içerisine yerleştirilmesi.

Sıcak preste uygulanacak işlemler sırasıyla gerçekleştirilirken basınç ve sıcaklıktaki değişimlerin zamanla değişim grafikleri Şekil 2.24 ve Şekil 2.25'te gösterilmiştir.



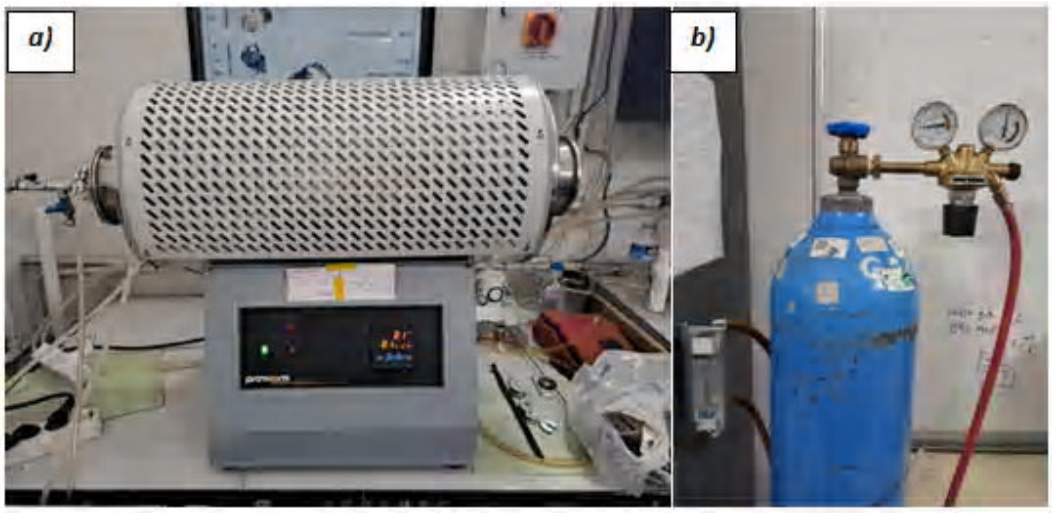
Şekil 2.24. Tozların preslenmesi aşamasındaki basınç/zaman grafiği.



Şekil 2.25. Fırın içindeki tozların sıcaklık/zaman grafiği.

2.2. Sinterleme İşlemi

Tozların sıcak preste istiflenmesi sonrasında numunelere sinterleme işlemi uygulanmıştır. Sinterleme işlemindeki amaç malzemeyi yüksek sıcaklığa maruz bırakarak temas halinde olan parçacıkların birbirlerine daha iyi bağlanmasını sağlamaktır. Bu nedenle malzemeler sinterlenmiştir (Şekil 2.26). Kullanılan sinterleme fırını maksiumum 1200°C'de sinterleme yapan atmosfer kontrollü fırındır.



Şekil 2.26. a) Protherm sinterleme fırını ve b) argon tüpü.

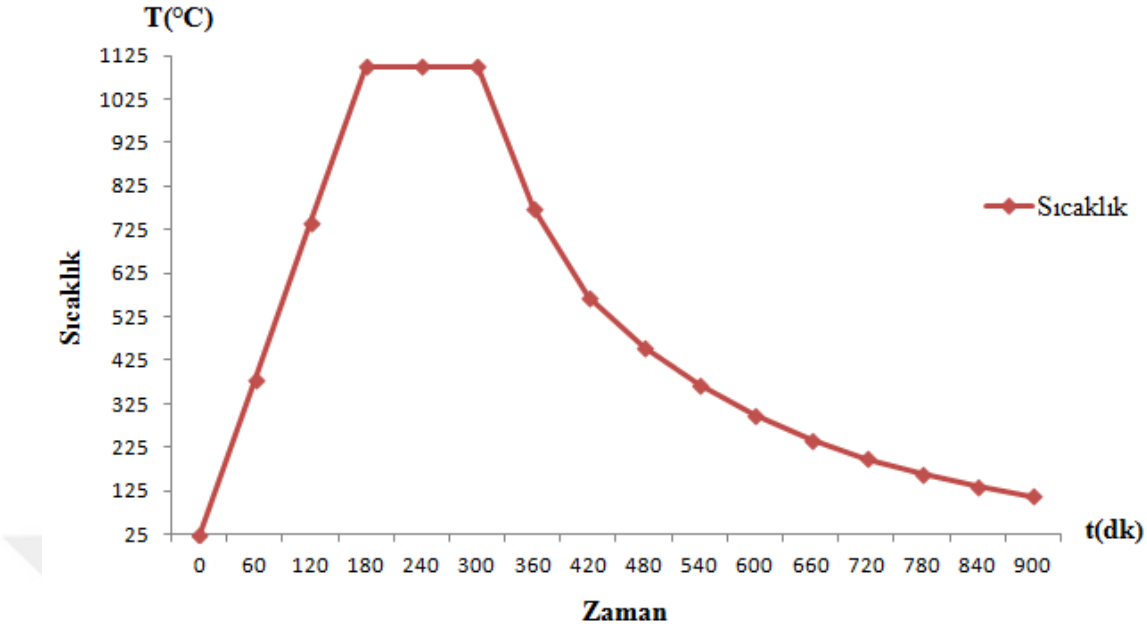
Üretilen numuneler Şekil 2.27'de gösterildiği gibi silikat malzeme üzerine konularak fırın içindeki seramik hazneye yerleştirilmiştir (Şekil 2.28). Sinterleme işlemi öncesinde fırın içerisi vakumlanmıştır. Sinterleme sıcaklığı 1100°C, sinterleme süresi ise 2 saat olarak belirlenmiştir. Numuneler fırın içerisinde 3 saatte 1100°C sıcaklığa çıkarılmış ve bu sıcaklıkta 2 saat süresince bekletilmiştir. Fırın içerisinde istenmeyen reaksiyonların olmaması için sistem içerisine sürekli Ar gazı gönderilmiştir. Soğuma bitene kadar Ar gazı kullanılmıştır. Sinterleme işleminin başlamasından bitişine kadar malzemelerin sıcaklık/zaman grafiği ise Şekil 2.29'da verilmiştir.



Şekil 2.27. Sıcak preste istiflenmiş yarı mamül numuneler.



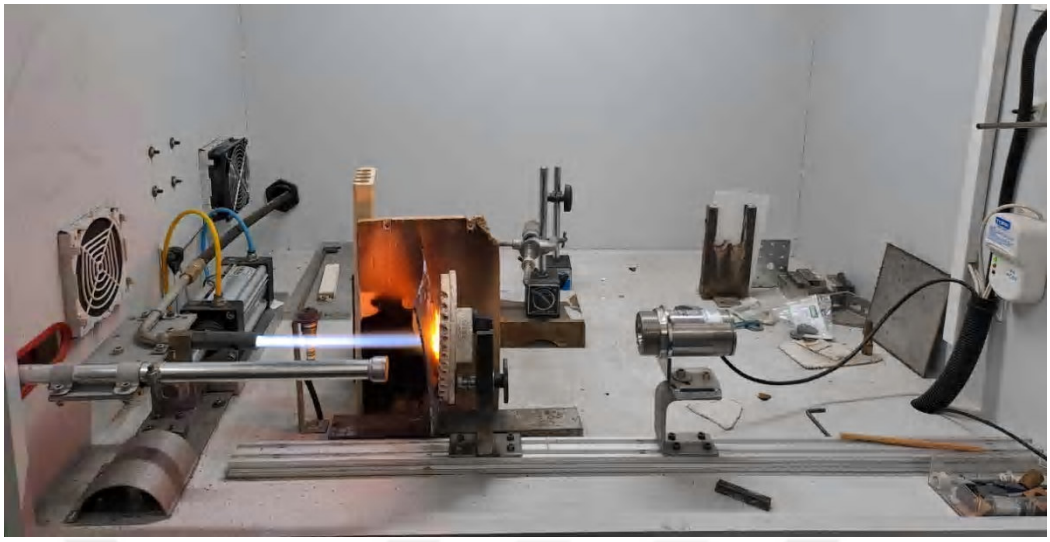
Şekil 2.28. Numunelerin fırına yerleştirilmesi.



Şekil 2.29. Sinterleme aşamasındaki numunelerin sıcaklık/zaman grafiği.

2.3. Termal Şok Testi

Termal şok test yönteminde genellikle ısıtma ve soğutma termal şoku olmak üzere iki tip şoklama prosesi bulunmaktadır. Isıtma termal şok prosesinde; gaz alevli şok üniteleri, sıvı-sıvı veya hava-hava çevrimli termal şok fırınları ve jet motoru şok ünitesi gibi teknikler uygulanır. Soğutma termal şoku ise sıcak yüzeye su jeti veya soğuk hava ve su içerisinde soğutma uygulamalarını içerir. Termal şok testleri numune üzerine hızlıca sıcaklık değişimlerini uygulamak amacıyla yazılım kontrollü, gaz alevli, numunenin sabit kaldığı termal şok cihazında yapılmıştır (Şekil 2.30). Kullanılan termal şoklama ünitesinde ısıtmak için gaz alevi olarak oksijen ve propan, soğutmak için ise hava ve su püskürtme yöntemleri uygulanabilmektedir. Testler; numunenin sabit bir pabuç üzerine yerleştirilmesiyle gerçekleştirilmiş ve pirometre yardımıyla sıcaklık değerleri ölçülmüştür. Alt ve üst limit sıcaklık değerleri ve çevrim sayısı gibi parametreler kontrol ünitesinden girilerek testler yapılmıştır. Isıtma sırasında alev, numunenin en yoğun B_4C içeren yüzeyine uygulanmıştır (Şekil 2.31). Sıcaklık verileri ise pirometre ile numunenin takviyesiz Fe olan arka yüzeyinden alınmıştır (Şekil 2.32). Termal şoklama sisteminin şematik görünümü ise Şekil 2.33'de gösterilmiştir.

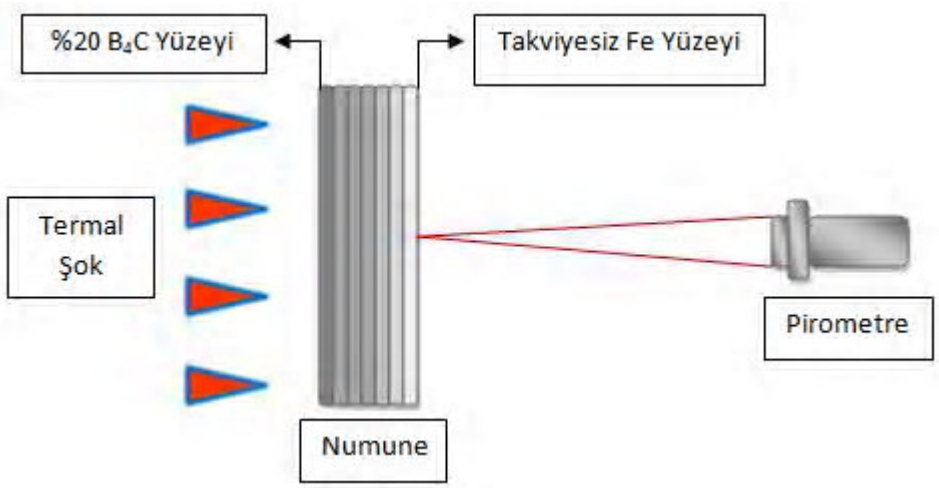


Şekil 2.30. Termal şoklama sistemi test düzeneği.

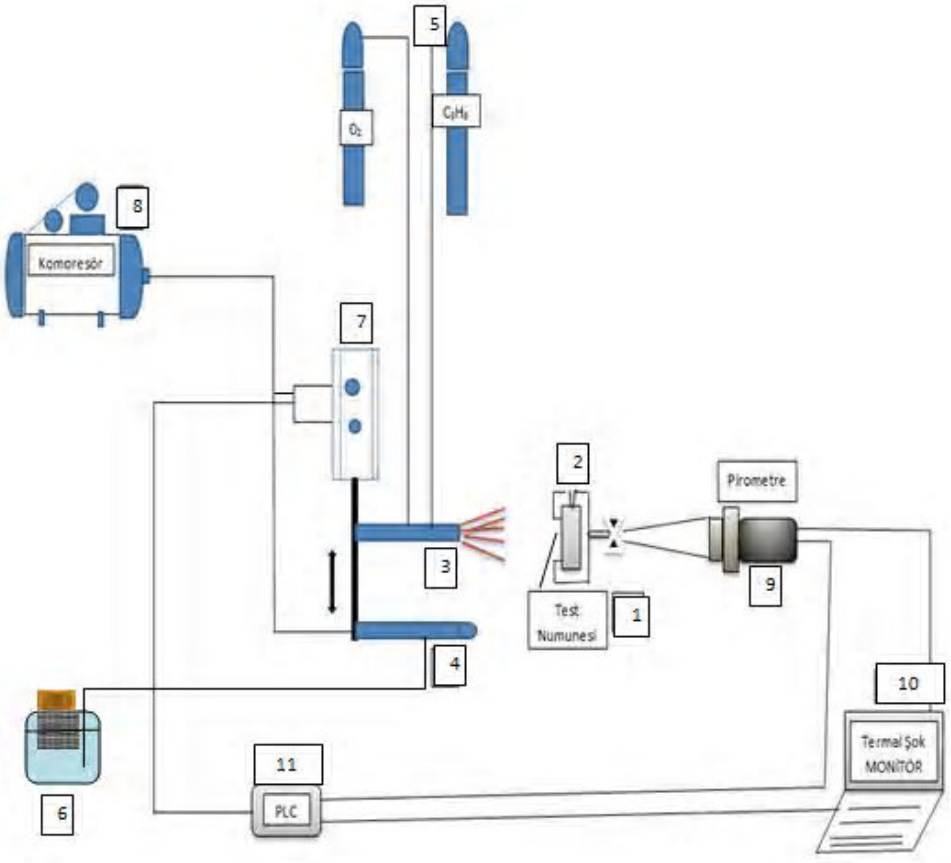
Deneylerde ısıtma torcu ile numune arası mesafe 23 cm, soğutma torcu ile numune arası mesafe 9 cm, pirometre ile numune arası mesafe ise 19 cm olarak ayarlanmıştır.



Şekil 2.31. Malzemenin ön yüzeyinden şoklanması.



Şekil 2.32. Numunelere şematik termal şok tatbiki.



Şekil 2.33. Termal şok deney sistemi şematik gösterimi.

Termal şok deney sistemi elemanları ve görevleri;

1. Deney numunesi: 30 mm çapında ve 10 mm kalınlığındaki katmanlı ve fonksiyonel kademelendirilmiş numuneler pabuç üzerine sabitlenerek ısıtma ve soğutma nozulları karşısına yerleştirilmiştir.

2. Pabuç: Numunenin üzerine bağlandığı aparattır. Ray üzerinde konumu değiştirilerek mesafe ayarı yapılabilmektedir.

3. Isıtma torcu: Isıtma işleminde oksi-propan torcu kullanılmıştır. Isıtma çevriminde gaz akışının devreye girmesiyle gaz karışımı buji yardımıyla otomatik olarak ateşlenmektedir.

4. Soğutma torcu: Isıtma işleminden sonra numuneyi soğutma aşamasında kullanılan hava veya su soğutma yapabilen torçtur.

5. Oksijen ve propan tüpleri: İçerisinde oksijen ve propan gazı depolayan ısıtma aşamasında kullanılan gaz tüpleridir.

6. Su haznesi: Soğutma aşamasında püskürtülecek suyu içerisinde bulunduran haznedir.

7. Pnömatik piston: Yazılıma girilen termal şok parametrelerine göre ısıtma ve soğutma torçlarını hareket ettirir.

8. Kompresör: Basınçlı havayı soğutma nozuluna gönderir ve piston silindirinin ileri-geri hareket etmesini sağlar.

9. Pirometre: Numunenin sıcaklık değişimleri pirometre ile temassız olarak anlık ölçülmüştür. Pnömatik piston hareketi PLC yazılımının pirometreden aldığı veriler ile sağlanmıştır.

10. Bilgisayar: Sıcaklık değişim grafikleri ise yazılım ile bilgisayara kaydedilmiştir.

11. PLC: Isıtma ve soğutma torçlarının hareketleri ve ısıtma ve soğutma işleminin gerçekleştirilmesi, sıcaklık değerleri ve çevrim sayısı gibi termal şok parametrelerinin PLC yazılımına girilmesiyle sağlanmıştır.

2.4. Termal Şok Parametreleri

Termal şok testinde alt ve üst sıcaklık değerleri ($T_{üst}$ ve T_{alt}), sıcaklık farkı (ΔT), çevrim sayısı (N) ve malzemeyi soğutma şekli gibi parametreler değiştirilerek en uygun deney

şartları belirlenmeye çalışılmıştır. Termal şoklamada bazı değişkenler ve anlamları şöyledir:

$T_{üst}$ ve T_{alt}: Malzemenin ısıtılıp soğutulduğu en yüksek ve en düşük sıcaklık değerlerini ifade eder.

ΔT: $T_{üst}$-T_{alt} olarak ifade edilmiştir. En yüksek ve en düşük sıcaklık farkını gösterir.

N: Tekrar sayısı olarak ifade edilir. Her ısıtma-soğutma ikilisi bir tekrar anlamına gelir. Çevrim sayısı ve döngü sayısı olarak da adlandırılır.

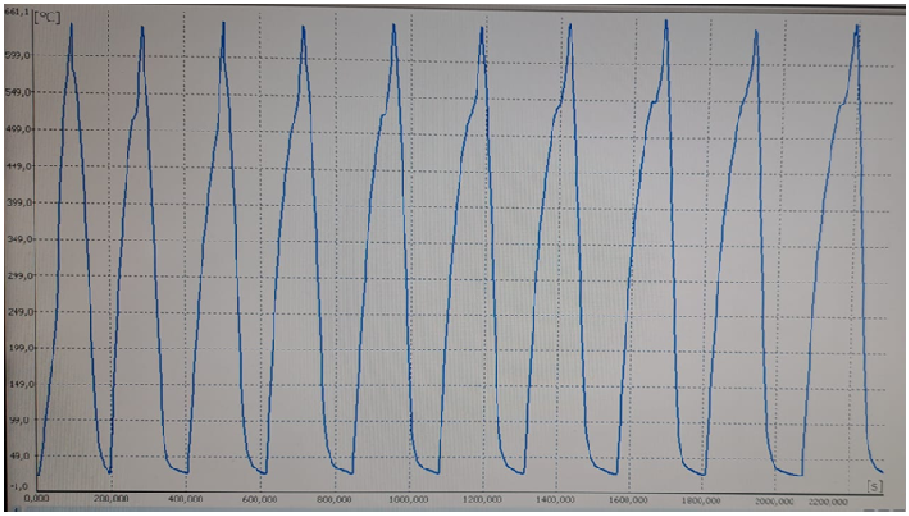
Soğutma şekli: Termal şok uygulamalarında farklı soğutma yöntemleri vardır. Bu çalışmada ise hava ile soğutma ve su püskürtme ile soğutma yapılmıştır. En sonunda ise hava ve su püskürtme beraber yapılmıştır.

Tüm yapılan ön deneme testlerinden sonra termal şoklama deneylerinde $T_{üst}$=650°C ve T_{alt}=25°C (ΔT=625°C) ve termal şoklama testleri deneylerin ilk aşamasında 3xN10 ve ikinci aşamada N30 çevrimde su püskürtme ile soğutma yapılacak şekilde belirlenmiştir. Belirlenen parametreler termal şoklama sisteminin yazılım otomasyonuna girilerek deneyler yapılmıştır (Şekil 2.34).



Şekil 2.34. Otomasyon sistemine parametrelerin girilmesi.

Termal şoklamada çevrimler sonrası oluşan şoklama grafiklerinden bir tanesi Şekil 2.35'te görülmektedir.



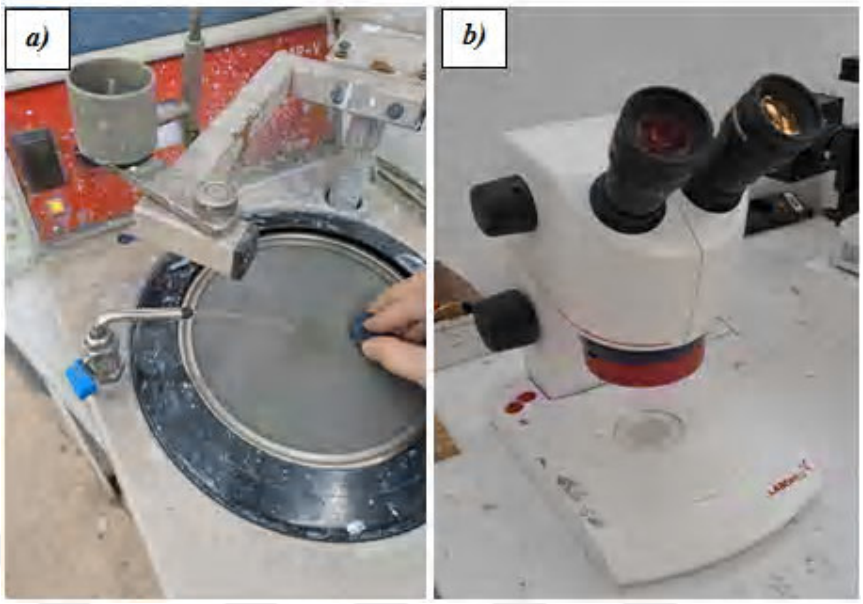
Şekil 2.35. Termal şoklamada oluşan çevrim grafiği.

2.5. Numunelerin Metalografik İncelenmesine Hazırlık

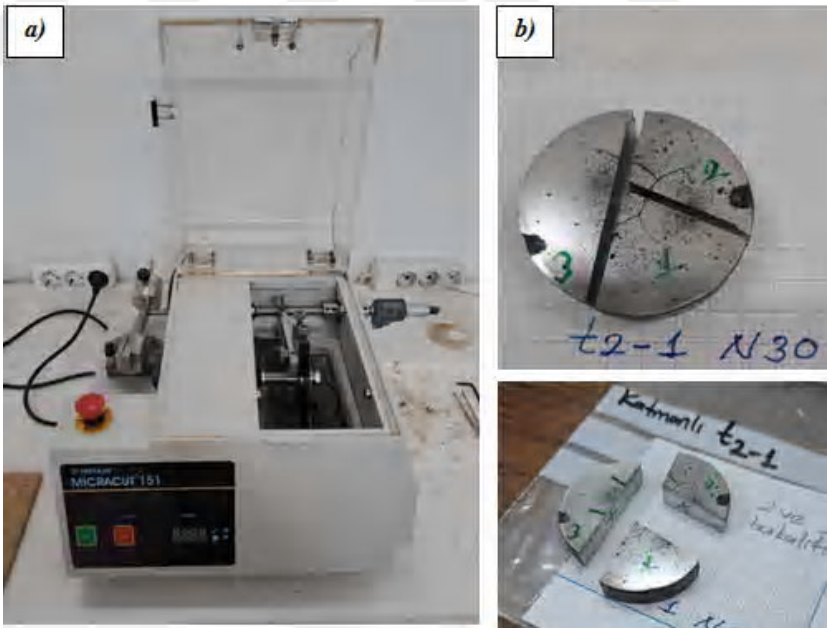
Numunelerin makroskop ve mikroskop altında incelenebilmesi için zımparalama işlemi yapılır. Yüzey pürüzlülüğünü ortadan kaldırmak için yapılan bu işlemde zımpara numarası arttıkça zımpara incelir. Zımparalama işlemi küçük numaralı zımpadan başlanarak büyük numaralara doğru kademeli olarak yapılır. Zımparalama yapılırken, numunenin ısınmasını önlemek amacıyla zımpara kağıdı üzerine su akıtılır.

Numunelere termal şoklama yapıldıktan sonra zımparalama cihazında 400 P, 600 P, 800 P, 1000 P, 1200 P ve 2000 P'lik kalınlıklarda zımpara kağıtları kullanılarak yüzeyler zımparalanmıştır.

Her 10 termal şoklama sonrası, numunelerin zımpara ile yüzeyleri parlatılmış ve yüzey görüntüleri makroskopta alınmıştır (Şekil 2.36). Tüm şoklamaları biten numunelerin alt katmanlarındaki çatlak ilerlemelerinin incelenmesi için kesitleri alınmıştır (Şekil 2.37). Numunelerin kesim işlemleri tamamlandıktan sonra bakalitlenmiştir.



Şekil 2.36. a) Zımparalama cihazı (Struers) b) makroskop (Labomed).



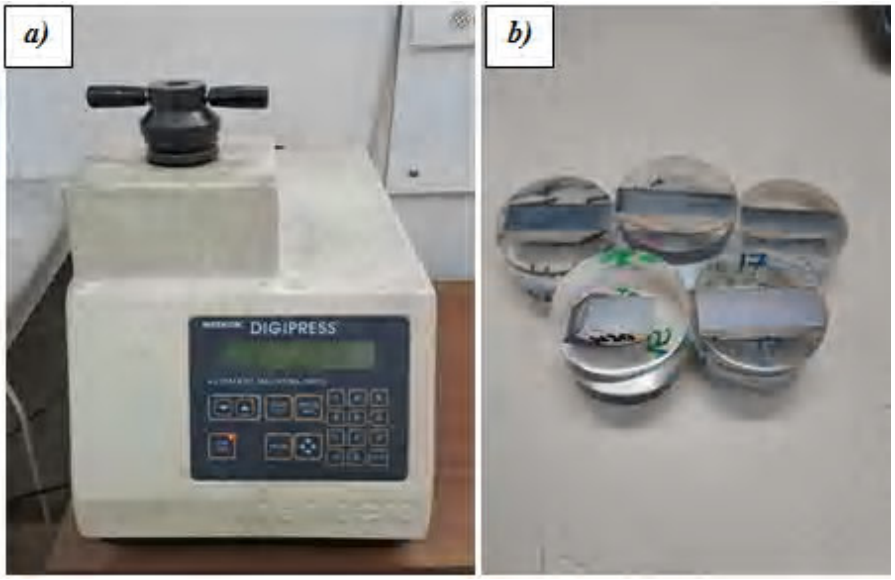
Şekil 2.37. a) Hassas kesim cihazı (Metkon-Micracut) b) kesilmiş numune örneği.

Bakalitleme (kalıplama) işlemi numuneye şekil kazandırmak için yapılan bir işlemdir. Özellikle küçük boyutlu numunelerin zımparalama ve parlatma işlemlerini daha sağlıklı gerçekleştirmek için numuneler kalıplanır. Sıcak ve soğuk kalıplama olarak iki çeşit kalıplama vardır. Sıcak kalıplama işleminde genellikle polimer tozlar tercih edilir. En yaygın kullanılan polimer bakalittir. Eğer kalıba alınacak malzemenin sıcaklık etkisiyle

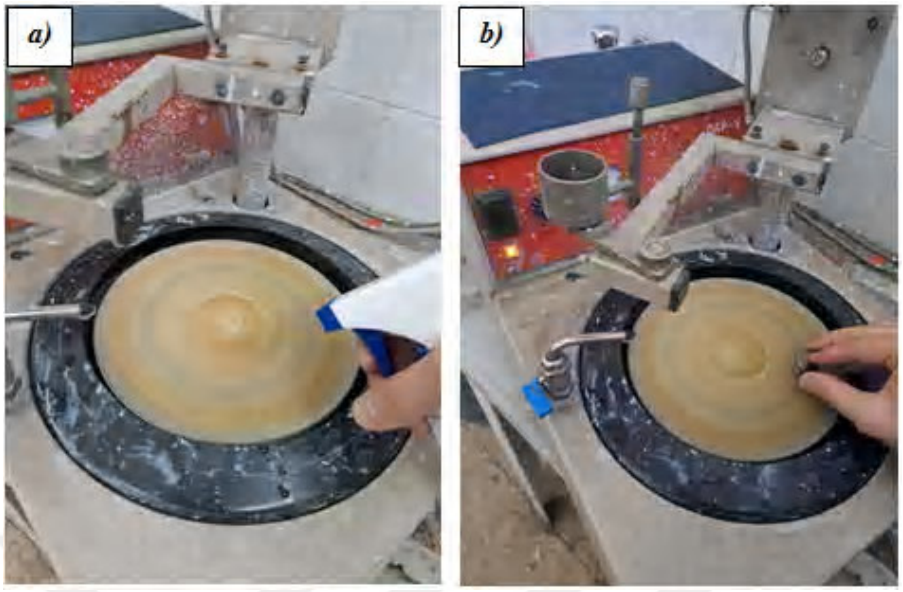
içyapısında değişim meydana gelecek olursa soğuk kalıplama tercih edilir. Soğuk kalıplama basınçsız olarak oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Çalışmada sıcak kalıplama ile numuneler bakalite alınmıştır (Şekil 2.38).

Kesilen numuneler bakalite alındıktan sonra kesilen yüzeyler zımparalanmış ve ardından bu yüzeylere parlatma ve dağlama işlemleri uygulanmıştır. Zımparalama sonrası daha düzgün bir yüzey elde etmek için yapılan son işlem parlatmadır. Bu aşamada farklı tip kumaşlar tercih edilebilir. Çalışmada, bakalitlenen numuneler de zımparalandıktan sonra kadife kumaş ile parlatılmıştır. Nihai parlatma işlemi için 1 µm ve 0.3 µm elmas solüsyonlar kullanılmıştır (Şekil 2.39).

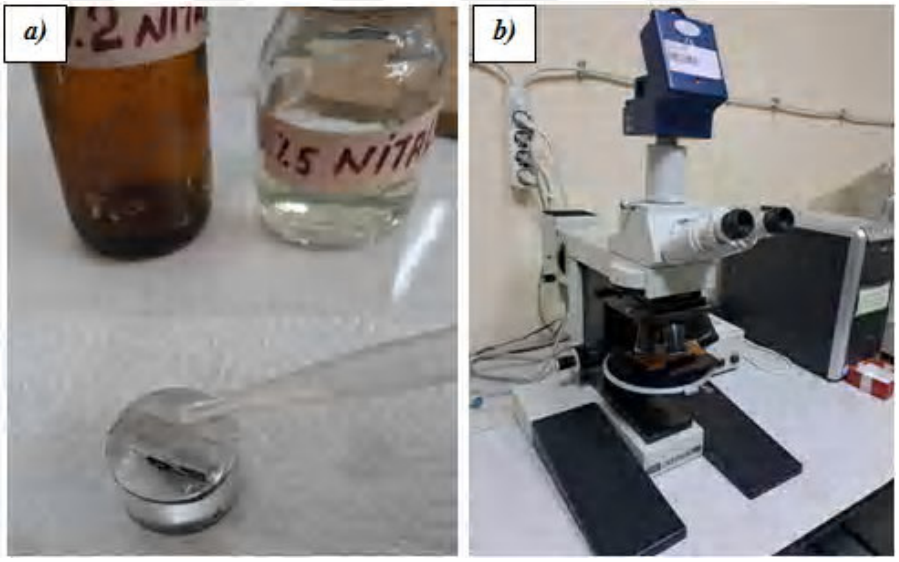
Mikroskop altında yapının detaylarını daha iyi görebilmek amacıyla parlatılmış yüzeylere dağlama işlemi uygulanır. Dağlama işlemi numunenin yapısındaki farklı özelliklerin ortaya çıkarılması için yapılan bir prosestir. Farklı dağlama çeşitleri bulunur. Çalışma kapsamında metalografik incelemelerin yapılabilmesi amacıyla parlatılmış yüzeylere nital çözeltisi (%5 nitrik asit-HNO_3- %95 etil alkol-C_2H_5OH) (%2, %5) damlatılarak dağlama işlemi uygulanmıştır (Şekil 2.40).



Şekil 2.38. a) Bakalitleme cihazı (Metkon) b) bakalitlenmiş numune örnekleri.



Şekil 2.39. a) Parlatma işleminde elmas solüsyon kullanımı b) numunenin parlatılması.



Şekil 2.40. a) Yüzeyi dağlamak için nital damlatılması b) optik mikroskop (Jenavert).

Dağlama işlemi sonrasında mikroyapı incelemesine hazır hale gelen numuneler optik mikroskopta incelenmiş ve görüntüleri alınmıştır (Şekil 2.40).

2.6. Sertlik Ölçümü

Sertlik ölçümleri için katmanlı t3 ile FKM n=0.1 ve n=1 numunelerin mikro sertlik ölçümleri Vickers sertlik skalasına göre 100 g yük altında (HV0.1) gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.41).

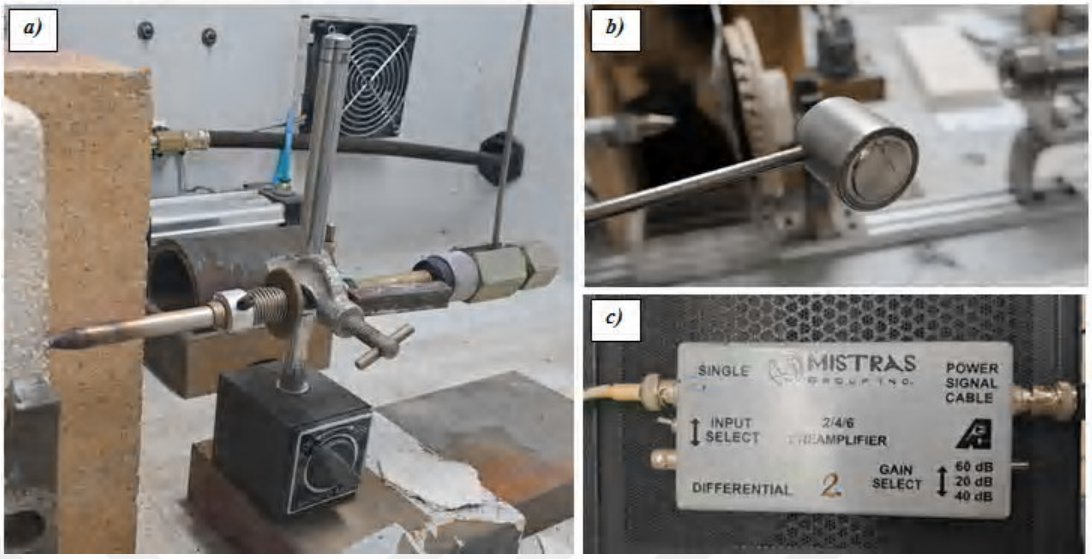


Şekil 2.41. Struers Vickers Mikrosertlik ölçüm cihazı.

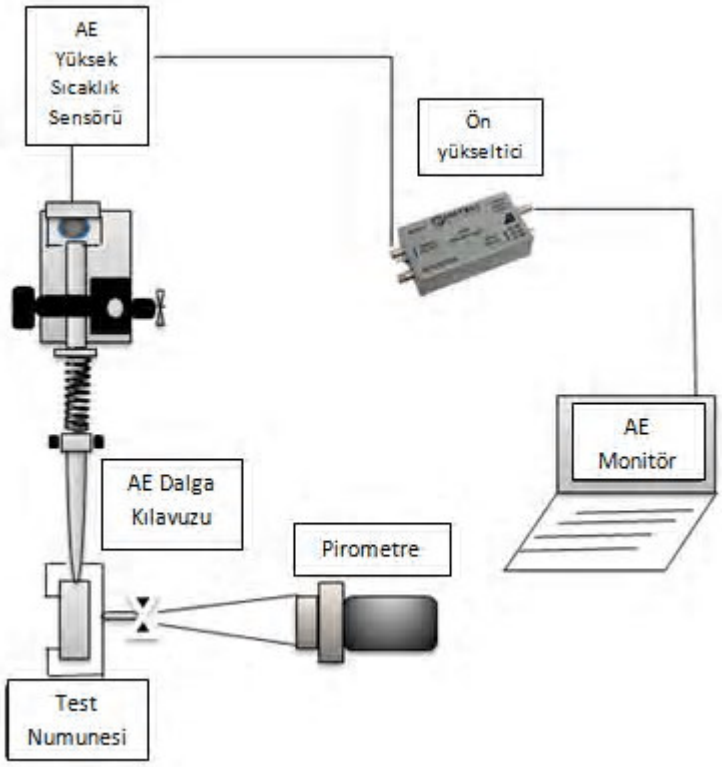
2.7. Akustik Emisyon (AE) Tekniği

Çalışmanın en son aşamasında önceden teste tabi tutulmamış aynı şartlarda üretilmiş ve sinterlenmiş katmanlı ve FKM numunelere tek seferde N30 çevrim olacak şekilde tahribatsız malzeme muayenesi yöntemi olan akustik emisyon tekniği ile termal şok testi birlikte uygulanmıştır.

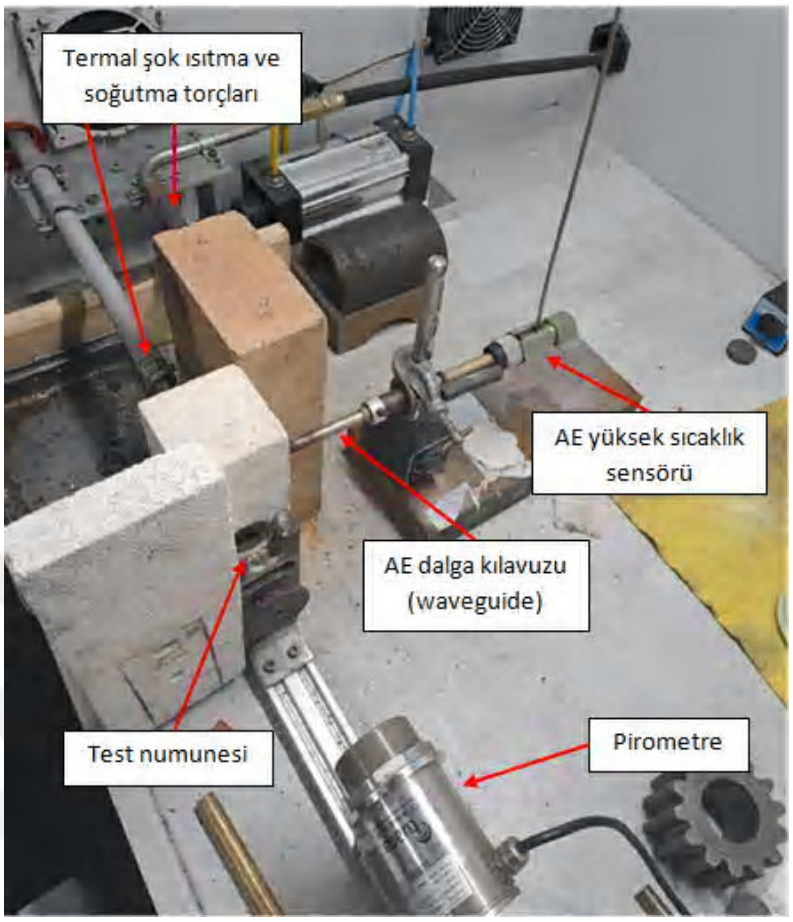
Termal şok sürecinde eş zamanlı olarak numunelerden akustik emisyon sinyallerinin alınması sırasında, numunenin maruz kaldığı yüksek sıcaklığın sensörün kullanılabileceği üst sıcaklık limit değerinin (545°C) üzerinde olması sebebiyle dalga kılavuzu (waveguide) kullanılarak testler gerçekleştirilmiştir. AE testi için kullanılan dalga kılavuzu, sensör ve ön yükselteç ise Şekil 2.42'da görülmektedir. AE deney ekipmanının şematik görünümü Şekil 2.43'te verilmiştir. Şekil 2.44'te akustik emisyon ve termal şoklama deney sistemi daha net görünmektedir. AE ile muayene sırasında kaydedilen ve monitörde görülen bir sinyal örneği ise Şekil 2.45'deki gibidir. Tüm sistemin ayrıntılı şematik görünümü ise Şekil 2.46'da verilmiştir.



Şekil 2.42. AE test ekipmanları; a) Dalga kılavuzu (waveguide) b) yüksek sıcaklık sensörü c) ön yükselteç (preamplifier).



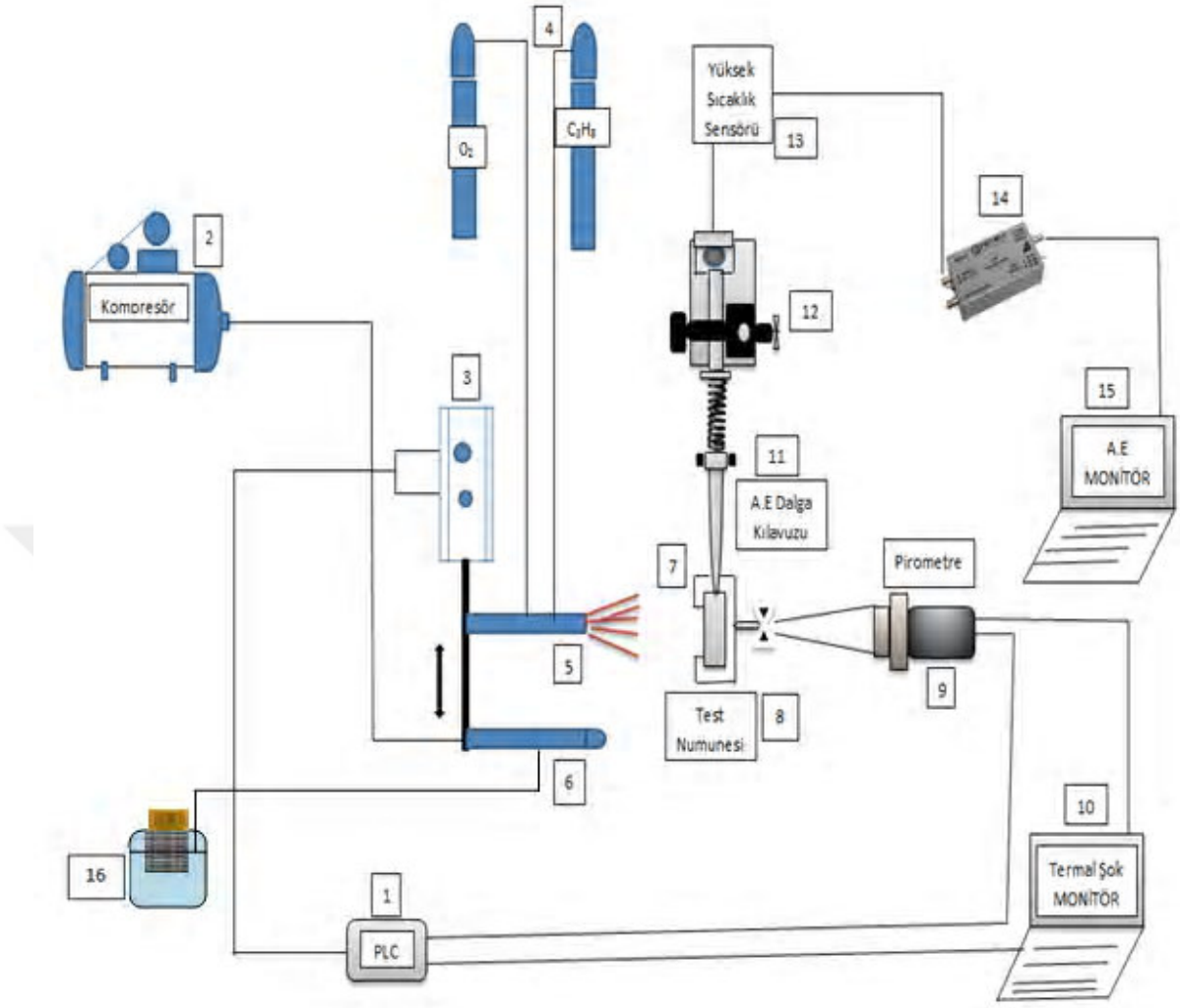
Şekil 2.43. AE deney sistemi şematik gösterimi.



Şekil 2.44. Termal şok ve AE testi deney sistemi.



Şekil 2.45. AE testi sırasında monitörde görüntülenen AE sinyalleri.



Şekil 2.46. Termal şoklama ve AE test sistemi şematik gösterimi.

3. BÖLÜM

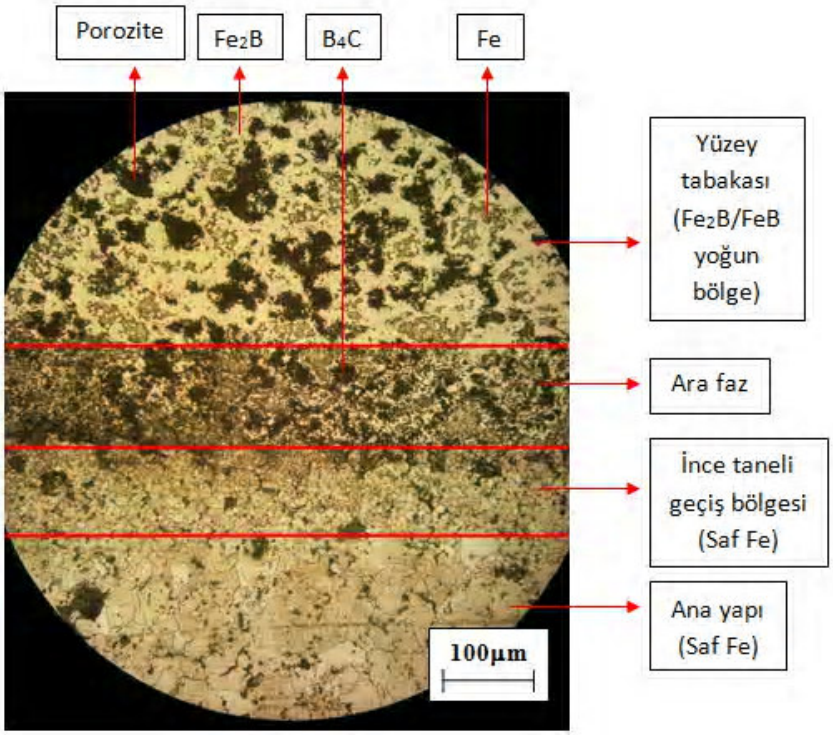
BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

Çalışmada ilk aşamada, tabakalı (t1, t2, t3) ve FKM (n=0.1 ve n=1) numunelerine belirlenen deney şartlarında (T_{max}=650°C, T_{min}=25°C ve N10 çevrimde) termal şok testi yapılmıştır. Toplamda bir numuneye tek seferde 10 çevrim olmak üzere 3 defa şoklama deneyi yapılmıştır (3xN10). Her 10 çevrimlik şoklama sonrası numunelerin yüzey görüntüleri alınarak yüzeyde çatlak oluşumu ve tekrar sayısına bağlı olarak çatlak seyri değerlendirilmiştir. N30 çevrim sonrasında ise çatlaklar üzerinden kesitler alınarak numune kesitinde çatlak oluşumları değerlendirilmiştir. Sonrasında ise kesitler üzerinden sertlik ölçümleri alınmıştır.

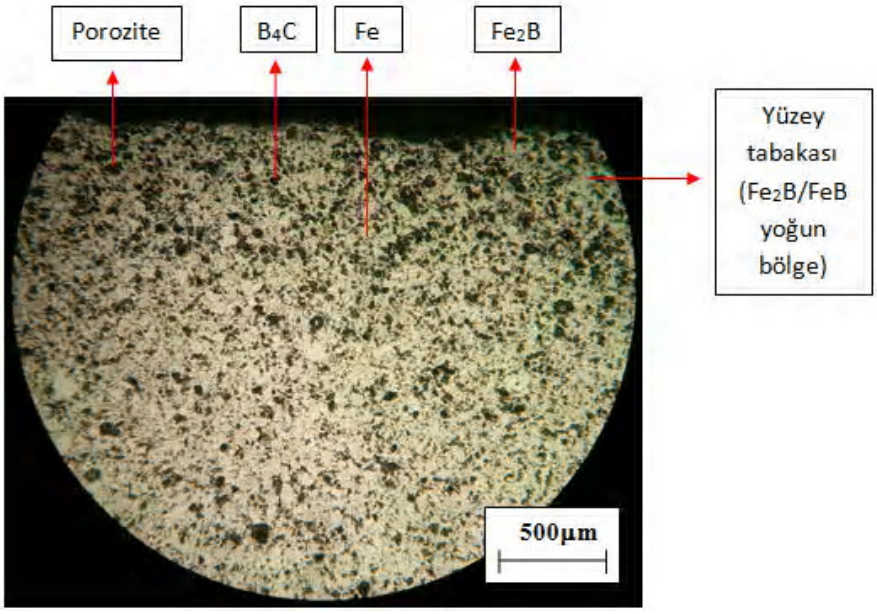
3.1. Metalografik Analizler

Çatlakların mikro incelemeleri sırasında Şekil 3.1 ve 3.2'deki yapılar gözlenmiştir. Fe ile B_4C üretimi esnasında sert bir faz olan demir borür fazları (Fe_2B ve FeB) oluşur. Ana yapıda taneler daha iri ve dolayısıyla tane sınırları daha azdır. Ana fazdan seramik fazlı bölgeye geçişte özellikle katmanlı numunelerde net olarak görülen ara faz bölgesine rastlanmıştır. Tabakalı numunelerde, seramik (takviye elemanı) yoğun bölgeye doğru daha ince taneli bir yapının olduğu geçiş bölgesi gözlenmiştir. Her iki numune tipinde de porozite, aglomerasyon (topaklanma), dağılma gibi durumlara, Fe_2B yapısının en çok olduğu yüzey tabakasında rastlanmıştır.

Fe ile seramik fazın arasındaki termal genleşme farkından dolayı ise FKM'deki katman geçişleri bu farklılığı daha yumuşak sağlar. Bu durum FKM'lerde daha verimli bir malzeme kompozisyonu olarak değerlendirilir.



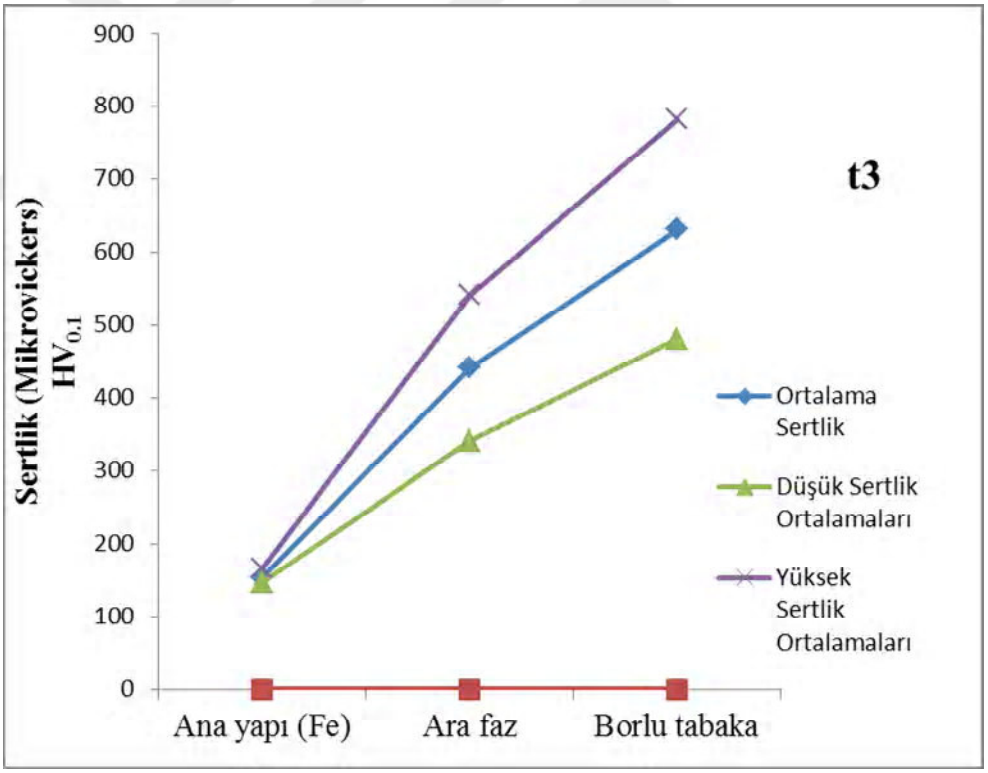
Şekil 3.1. t1 tabakalı numunede genel metalografik dağılım.



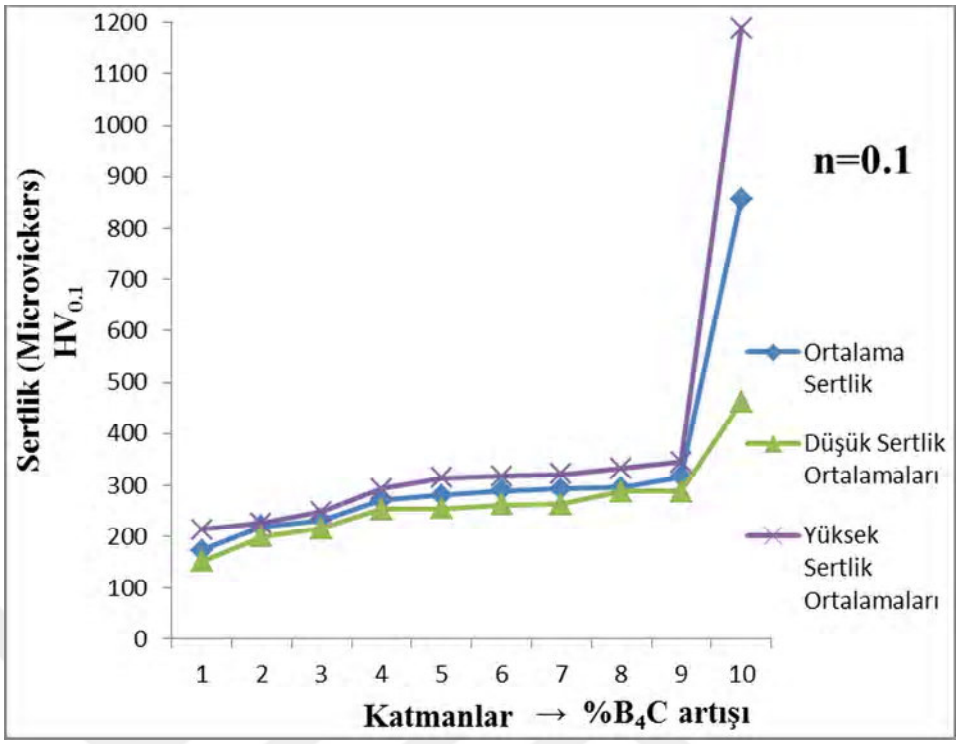
Şekil 3.2. n=1 FKM'de genel metalografik dağılım.

3.2. Sertlik Ölçümleri

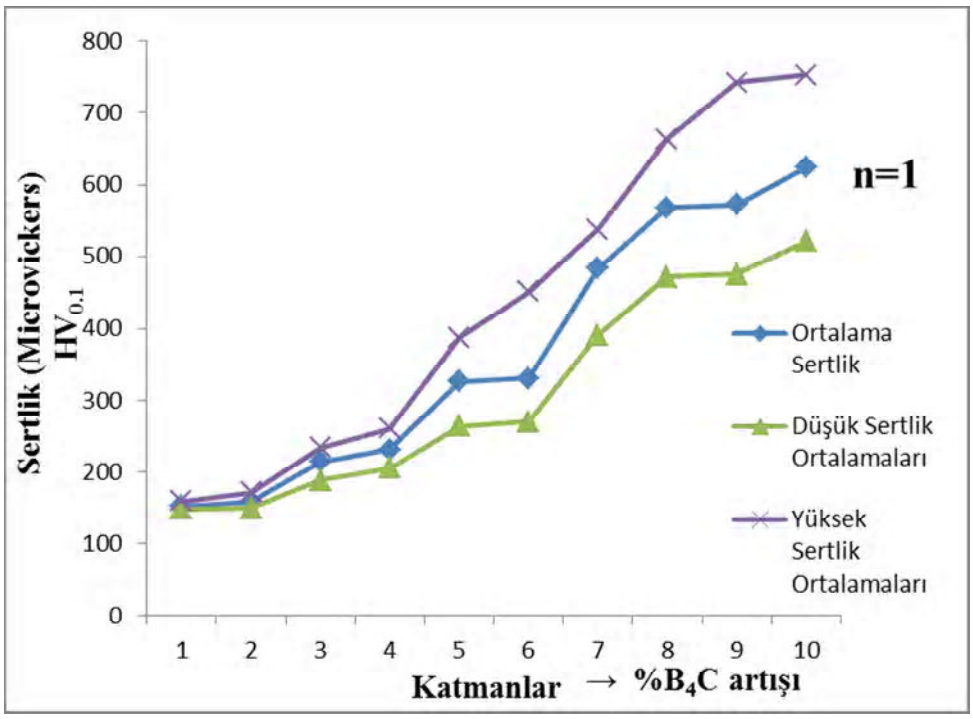
Çalışmanın diğer aşamasında sertlik ölçümleri alınmıştır. Sertlik ölçümleri için Vickers sertlik skalasına göre mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Ölçümler 100 gram yük ile yapılmıştır. Sertlik ölçümleri t3, n=0.1 ve n=1 numuneleri için değerlendirilmiştir. FKM numunelerinin her katmanından, tabakalı numunelerin takviyesiz Fe bulunduran fazlarından ve takviyeli üst katmanlarından birden çok sertlik ölçümü alınmış ve ortalama değerler hesaplanarak grafiklerde verilmiştir. Ölçümler, demir yoğun fazdan üst tabakaya doğru aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. Her katmanın kendi içinde ortalama değeri alınmıştır. Numunelerde takviyesiz demir fazından seramik yoğunlaşan faza doğru sertlik değerlerinde artış gözlenmiştir. Şekil 3.3, Şekil 3.4. ve Şekil 3.5'te elde edilen sertlik grafikleri gösterilmektedir.



Şekil 3.3. Tabakalı t3 numunesinin sertlik değerleri.



Şekil 3.4. FKM n=0.1 numunesinin katmanlara göre ortalama sertlik değerleri.



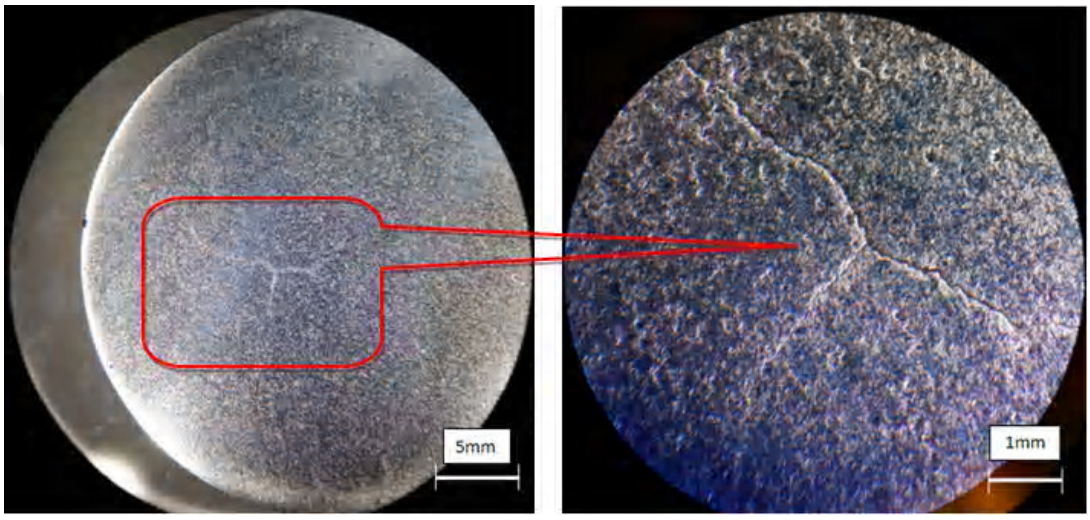
Şekil 3.5. FKM n=1 numunesinin katmanlara göre ortalama sertlik değerleri.

3.3. Termal Şok Sonrası Hasar Analizleri

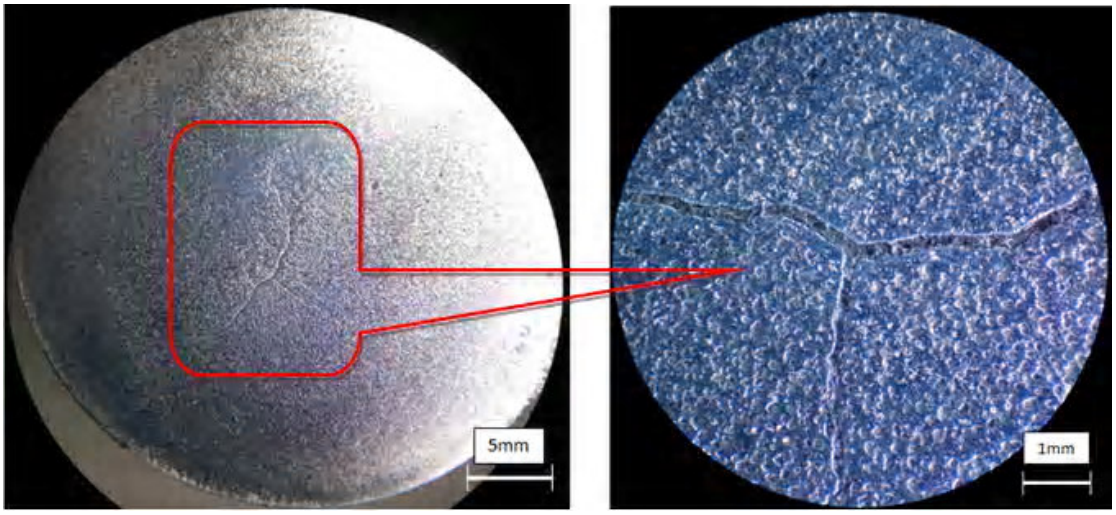
3.3.1. Makroskobik Yüzey Hasar Analizleri

Termal şoklamaya maruz kalan numunelerin (3xN10 çevrim sonrası) yüzey hasarı sonucu oluşan çatlak görüntüleri her 10 çevrim sonunda makroskop altında incelenmiştir.

t1 numunesinde ilk 10 çevrim sonrası oluşan çatlağın ikinci 10 çevrim sonunda (toplam 20 çevrim sonunda) daha da belirginleştiği gözlenmiştir (Şekil 3.6, Şekil 3.7).

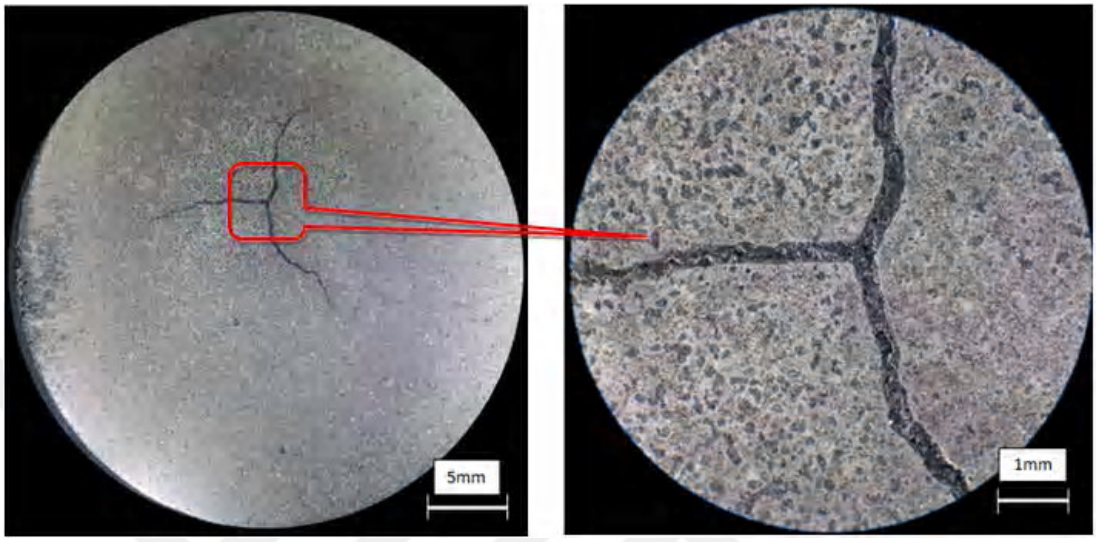


Şekil 3.6. t1 katmanlı numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.



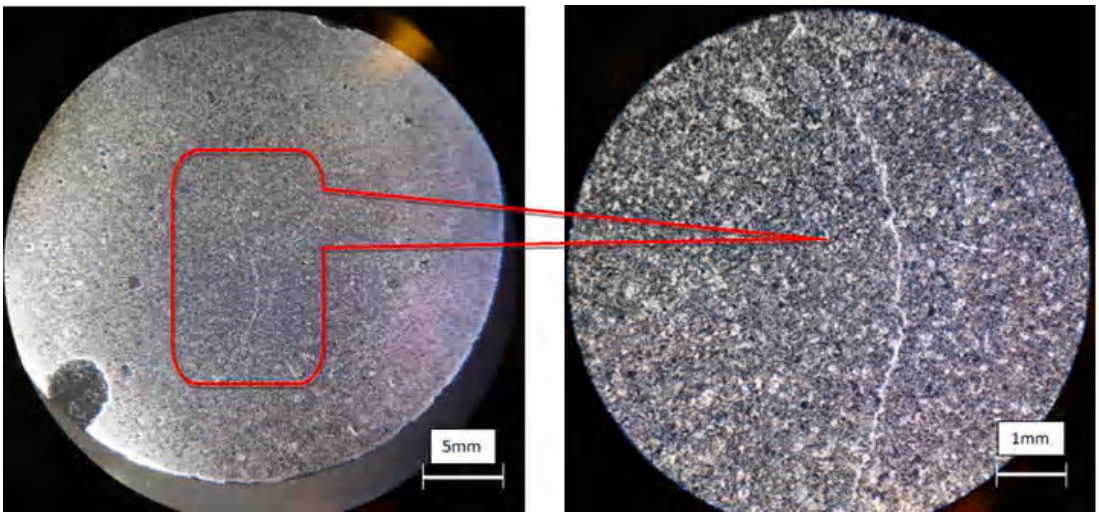
Şekil 3.7. t1 katmanlı numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

t1 numunesi yüzey çatlakları incelendiğinde ilk 10 çevrimde oluşan çatlak 30 çevrim sonunda daha da belirginleşmiştir. Çatlak alanı ise son çevrime doğru artmıştır (Şekil 3.8).

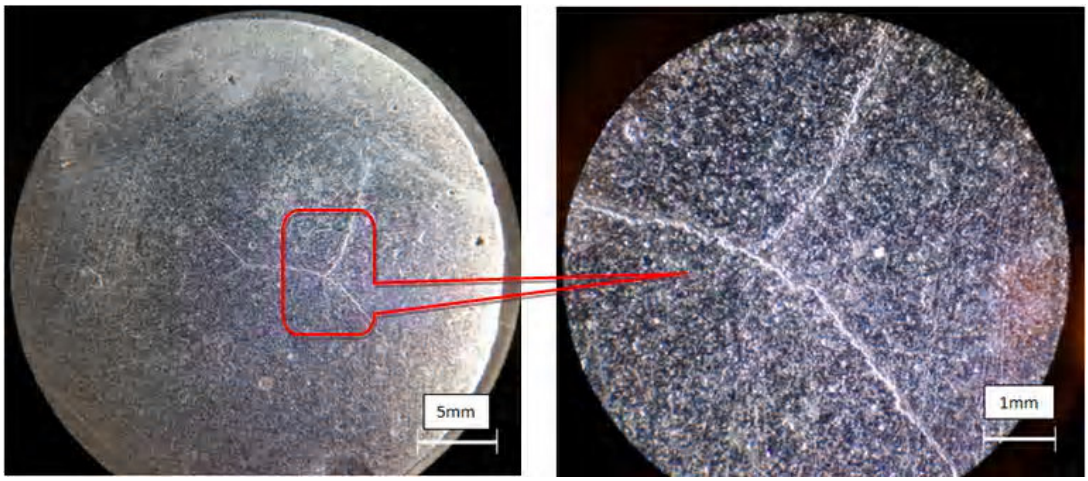


Şekil 3.8. t1 katmanlı numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

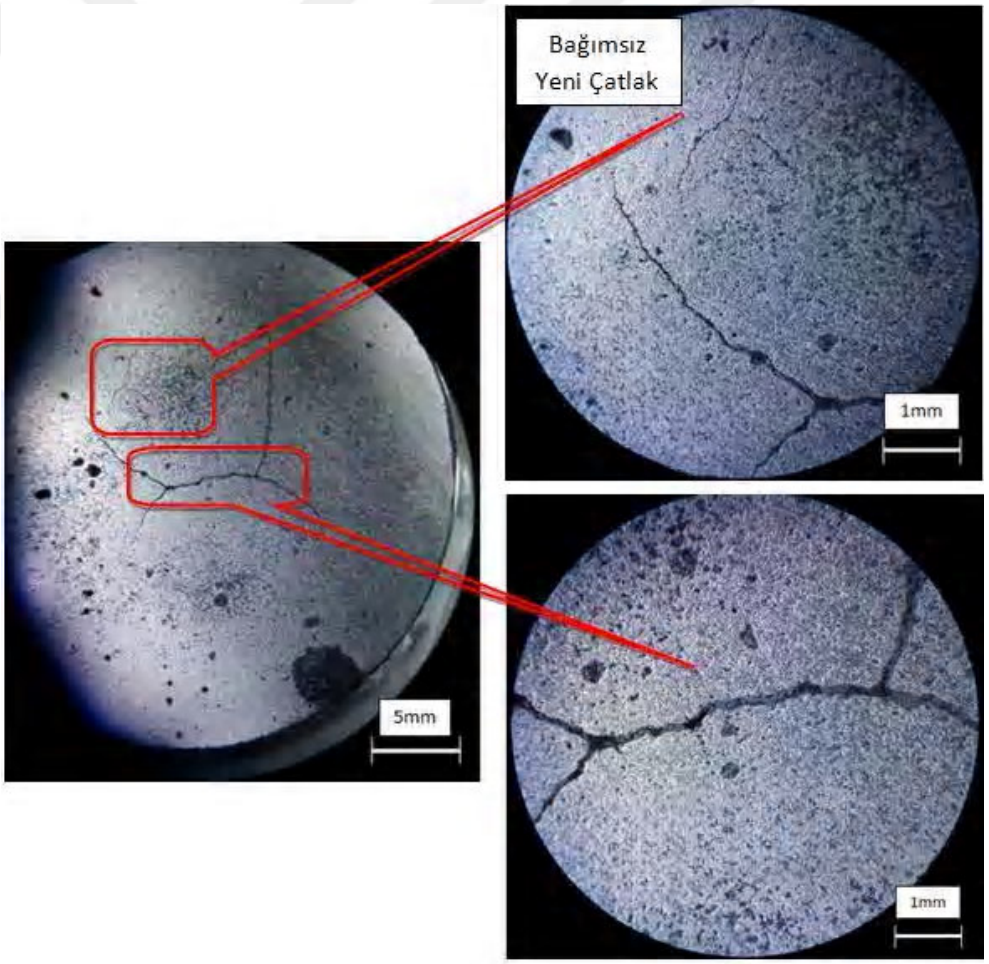
t2 örneği için, Şekil 3.9 ve Şekil 3.10 incelendiğinde çatlak kalınlığının daha da arttığı görülmektedir. t2 numunesindeki yüzey incelemelerinde, çevrim aralıklarında (ilk 10 çevrim, ikinci 10 çevrim ve üçüncü 10 çevrim) çevrim sayısının artmasıyla çatlakların boylarının ve genişliklerinin arttığı, ayrıca ilk çatlak kaynağından bağımsız farklı bölgede yeni çatlak oluşumunun meydana geldiği görülmektedir (Şekil 3.11).



Şekil 3.9. t2 katmanlı numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.



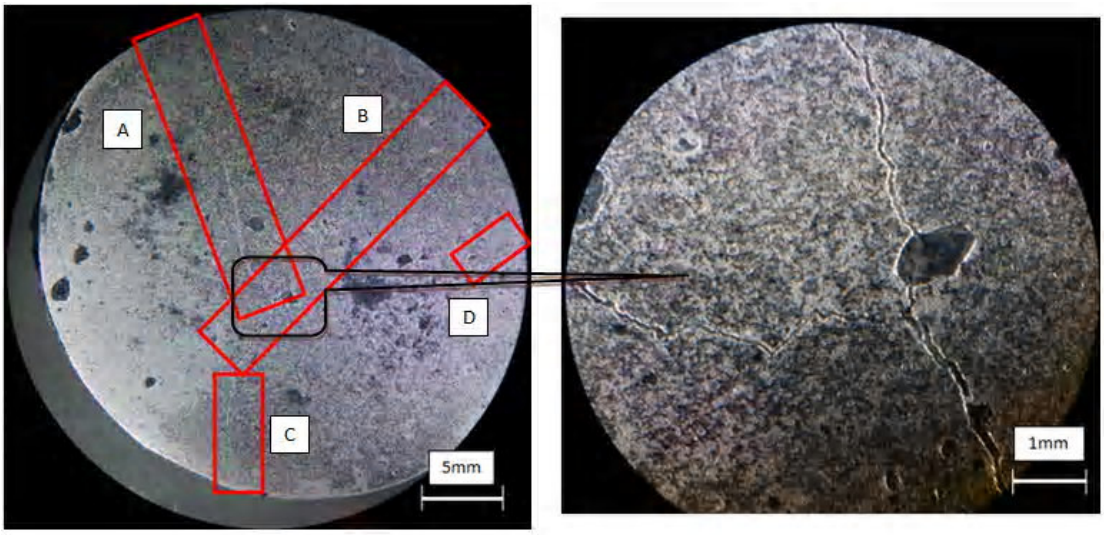
Şekil 3.10. t2 katmanlı numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.



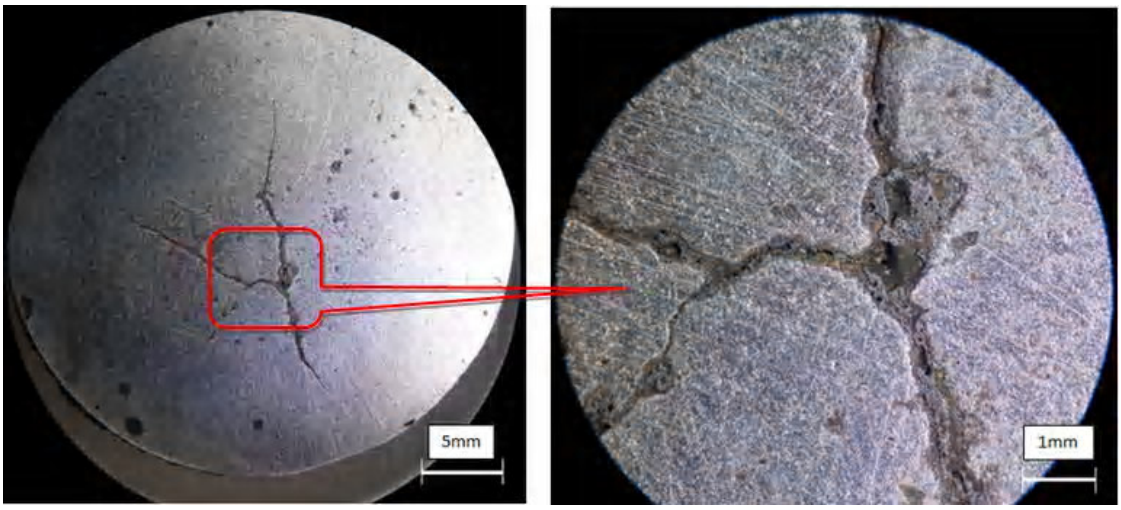
Şekil 3.11. t2 katmanlı numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

t2 numunesi incelendiğinde her 10 çevrimden sonra çatlak daha da belirgin hale gelmiştir. Çatlak alanı ikinci 10 çevrimden sonra son şeklini almıştır. Son 10 çevrimle beraber yüzeyde çatlak genişliğinin arttığı net olarak görülmektedir.

t3 malzemesinde ilk 10 çevrim sonunda malzemenin yüzeyine yayılmış genellikle birbirine bağlı ve bağımsız çatlaklar görülmüştür (Şekil 3.12). İkinci 10 çevrim sonunda ise çatlaklar daha da kalınlaşmış ve belirginleşmiştir (Şekil 3.13).



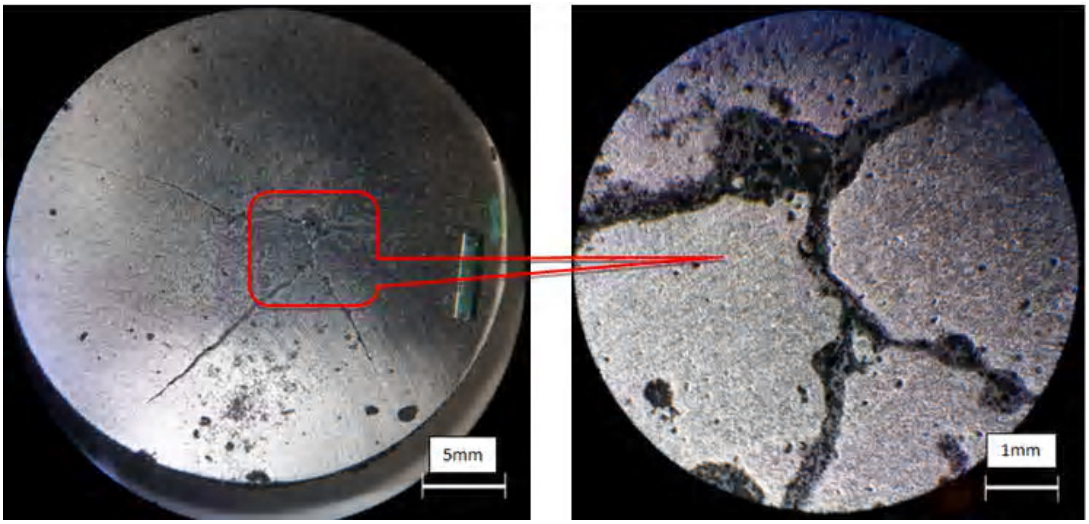
Şekil 3.12. t3 katmanlı numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.



Şekil 3.13. t3 katmanlı numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

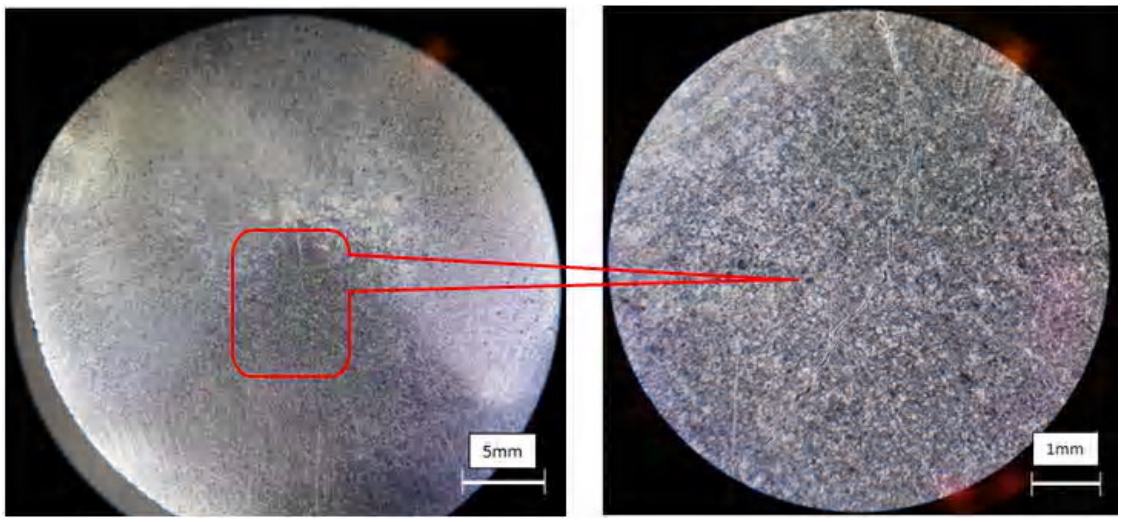
t3 numunesinin yüzey görüntüleri incelendiğinde ise malzemenin kenar noktalarına kadar yayınabilmiş çatlaklar görülmektedir. Çevrim sonrası çatlak dallanmaları daha da belirginleşmiştir. Çatlak genişliği ve uzunluğundaki artış çatlak alanını daha da artırmıştır (Şekil 3.14).

Porozite ve topaklanma bölgelerinin, çatlak oluşumunu başlattığı ve çatlakların dallanmasına sebep olduğu görülmektedir.

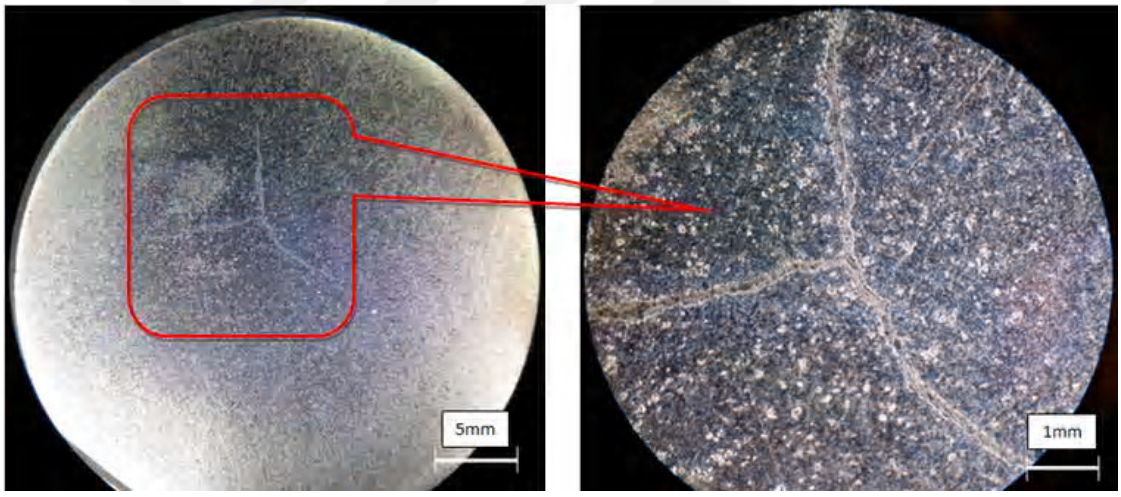


Şekil 3.14. t3 katmanlı numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

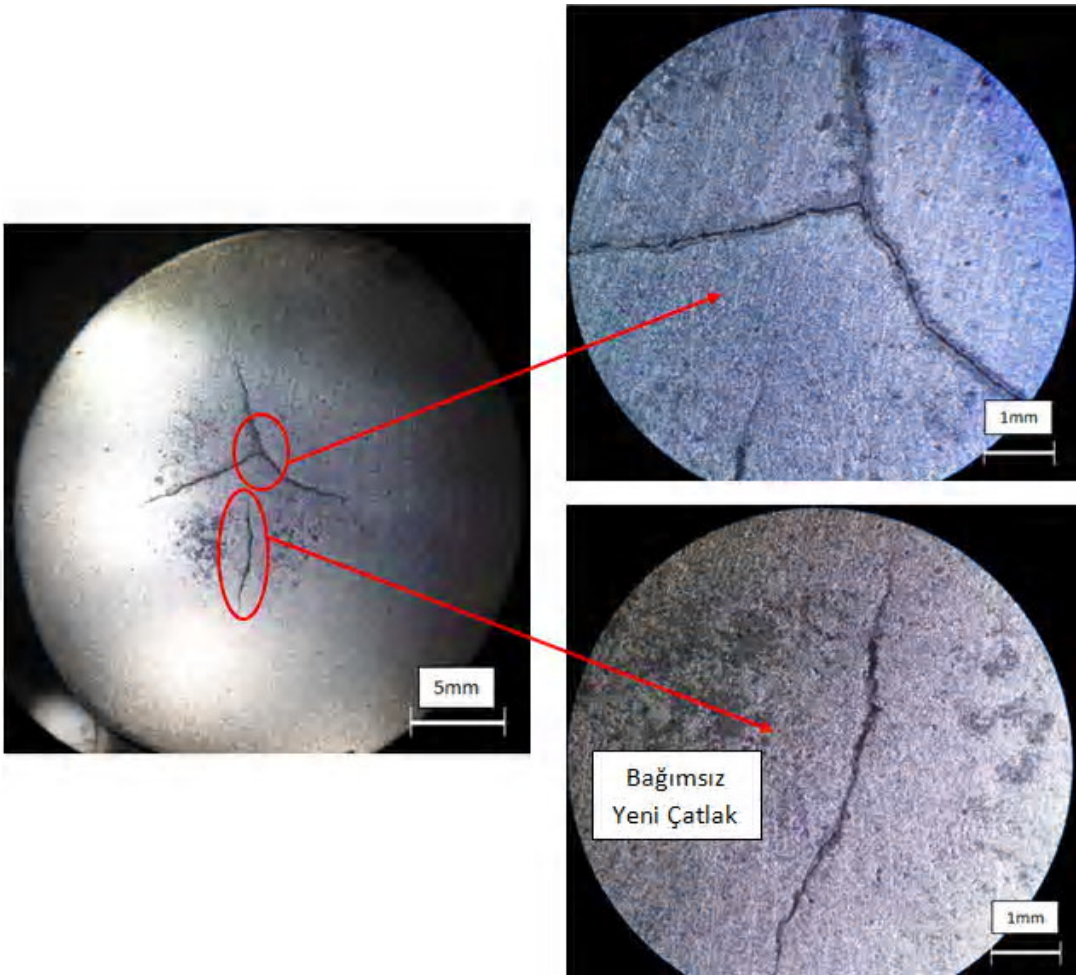
n=0.1 numunesi makro yüzey görüntüleri incelendiğinde, çatlak uzunluğu ilk 10 çevrim sonrası genel görünümünü almış ve sonrasında çok fazla değişmemiştir (Şekil 3.15). ilk 10 çevrim sonunda çatlak çok net görülmemekle birlikte her çevrim sonrası çatlakların daha da belirginleştiği gözlenmiştir (Şekil 3.16). Çatlak uç kısımları kenar bölgelerine ulaşamamıştır. Son 10 çevrimde bağımsız yüzey çatlağı oluşmuştur (Şekil 3.17). Çatlaklar genel görüntü itibariyle tüm alana yayılamamıştır. Her 10 çevrim sonrası çatlak genişlikleri artmıştır.



Şekil 3.15. n=0.1 FKM numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

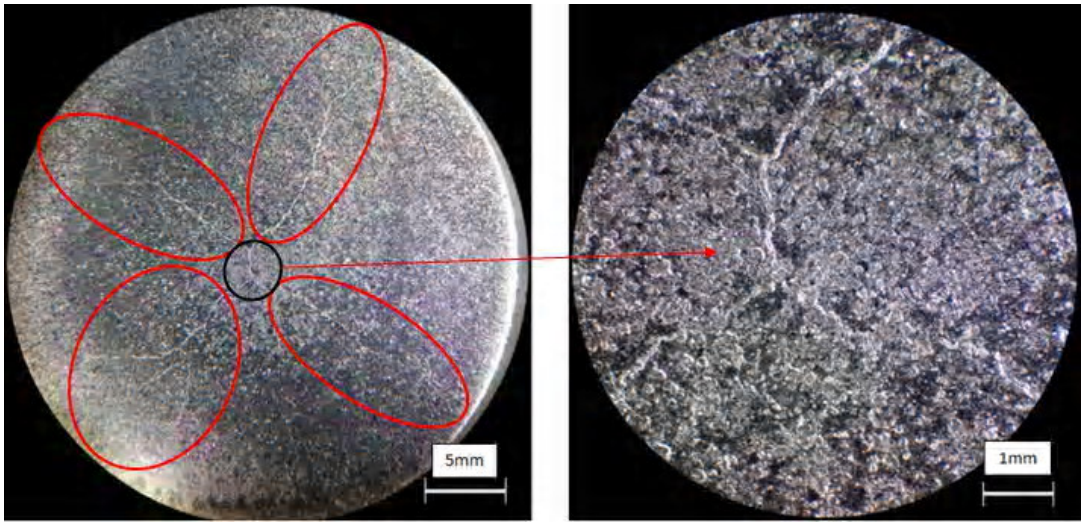


Şekil 3.16. n=0.1 FKM numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

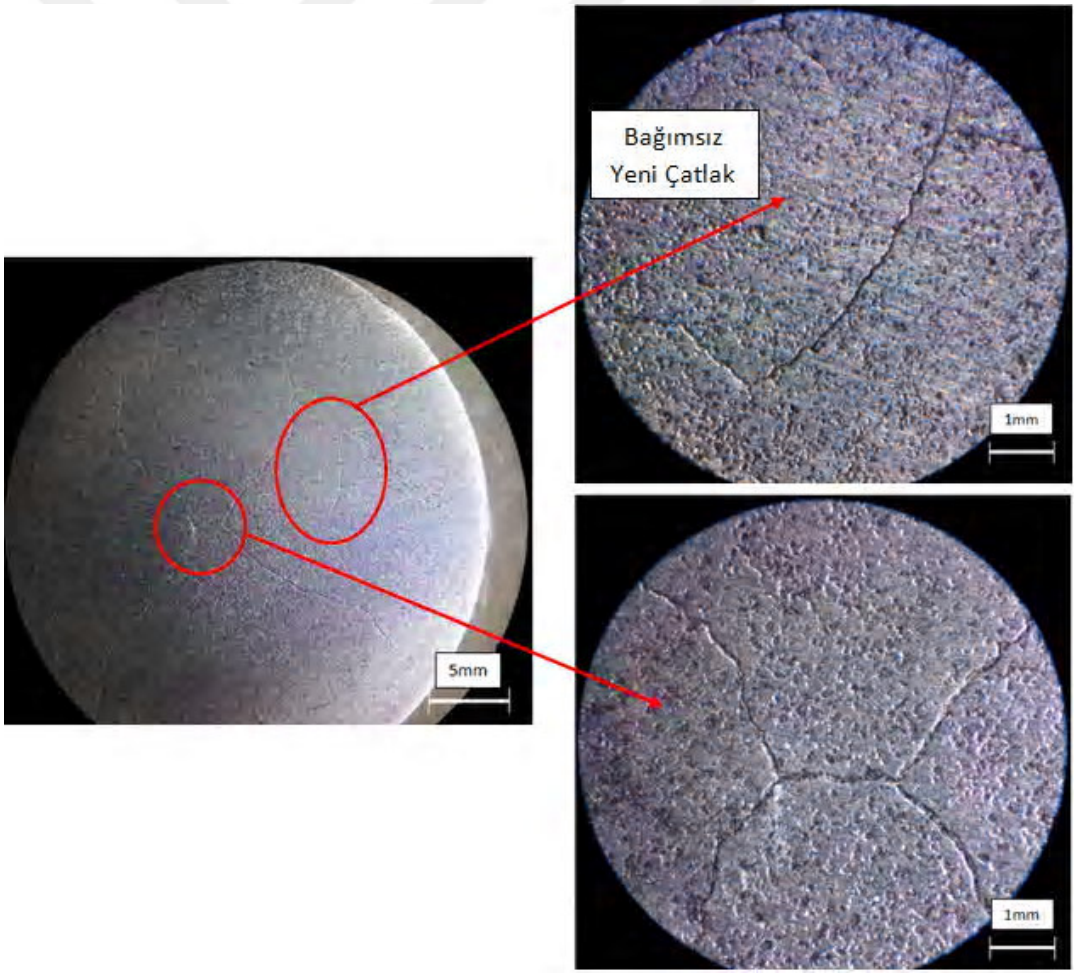


Şekil 3.17. n=0.1 FKM numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

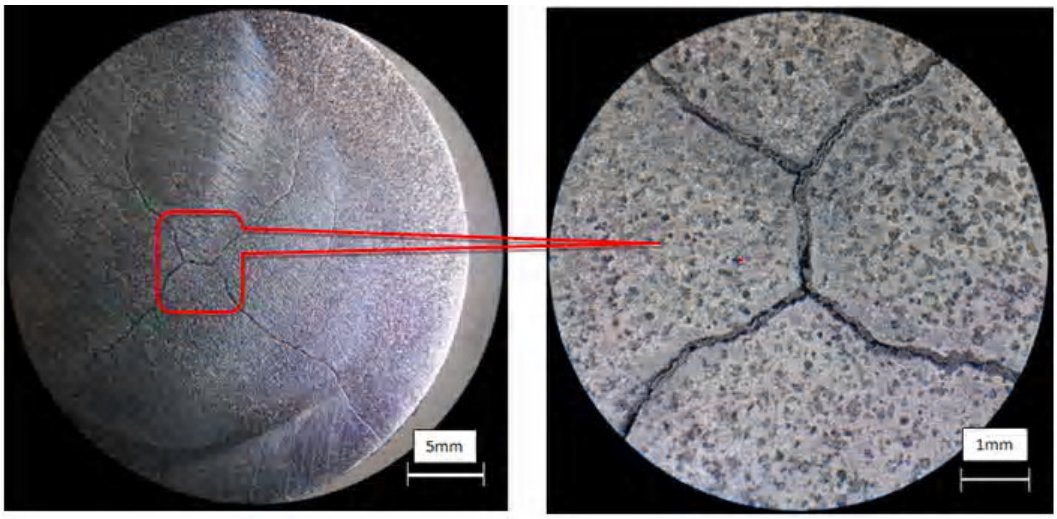
n=1 malzeme kompozisyonuna sahip FKM numune için Şekil 3.18'de görüldüğü gibi ilk 10 çevrim sonunda yüzeye yayılmış ince çatlaklar vardır. İkinci 10 çevrim (N20) sonunda ise bağımsız yeni çatlak oluşumu gözlenmiştir (Şekil 3.19). Ayrıca yüzey çatlaklarının numune yüzeyine yayıldığı görülmektedir. Her çevrim sonunda çatlak genişliği artmıştır. Numune kenar bölgelerine kadar çatlaklar ulaşmıştır (Şekil 3.20).



Şekil 3.18. n=1 FKM numune N10 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

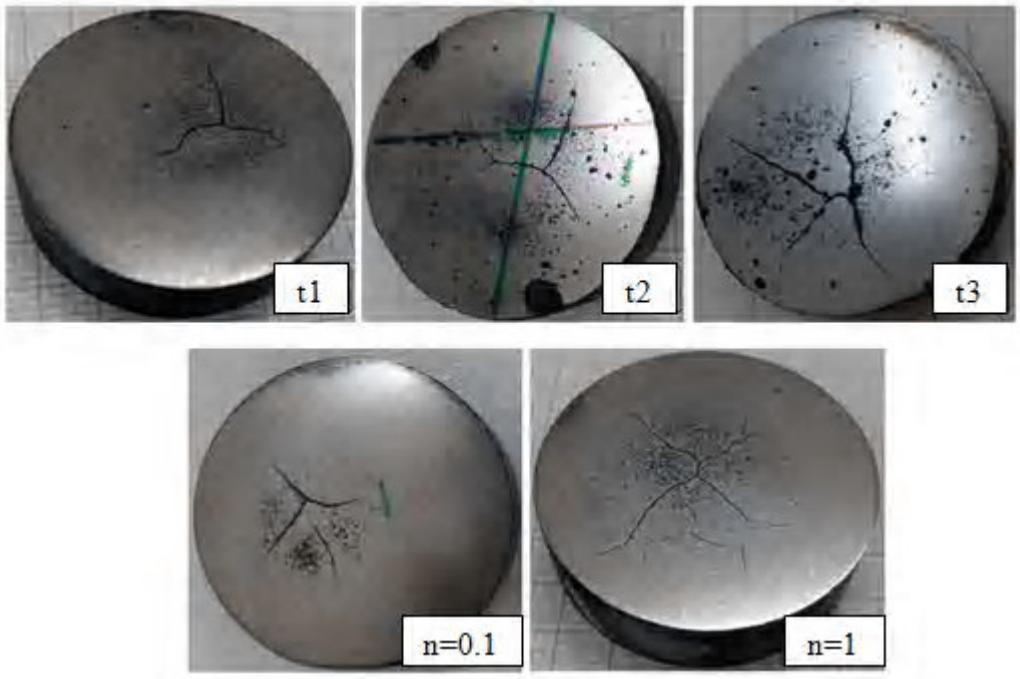


Şekil 3.19. n=1 FKM numune N20 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.



Şekil 3.20. n=1 FKM numune N30 tekrar sayısı sonrası yüzey çatlak görüntüsü.

Şekil 3.21'de görüldüğü gibi tüm numunelerin 30 çevrim sonunda yüzey çatlak hasarı görüntüleri bulunmaktadır.



Şekil 3.21. Tüm numunelerin N30 çevrim sonundaki yüzey görüntüleri.

Yüzey görüntüleri incelendiğinde en çok yüzey deformasyonu t3 numunesinde görülmüştür. t1 ve n=0.1 numuneleri benzer çatlak görünümüne sahiptir. Fakat mikro boyutta t1 çatlak genişliği n=0.1'e göre daha fazladır. Çatlağın yüzeye en fazla yayıldığı

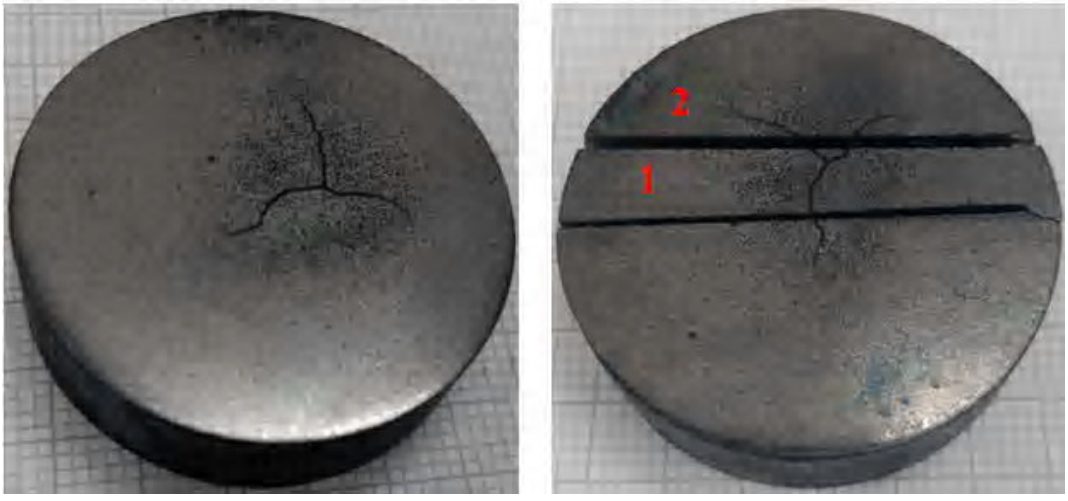
numuneler n=1 ve t3 numuneleridir. Çatlak genişliğinin en az olduğu numune n=1, en fazla olduğu numune ise t3'tür. Kılcal çatlakların en çok olduğu numune t3 ve bağımsız ana çatlağın oluştuğu numuneler ise t2, n=0.1 ve n=1'dir. Numunelerde genel olarak ilk çevrimin ardından yüzey deformasyon şekli ortaya çıktıktan sonra, sonraki çevrimlerde çatlağın uzamasından çok genişlediği görülmektedir.

3.3.2. Mikroyapısal Kesit Hasar Analizleri

Numuneler 3 defa 10 çevrim olmak üzere (3xN10) toplamda 30 çevrime maruz kalmışlardır. Yüzey görüntüleri alınan bu numunelerin kesit görüntüleri de alınmıştır.

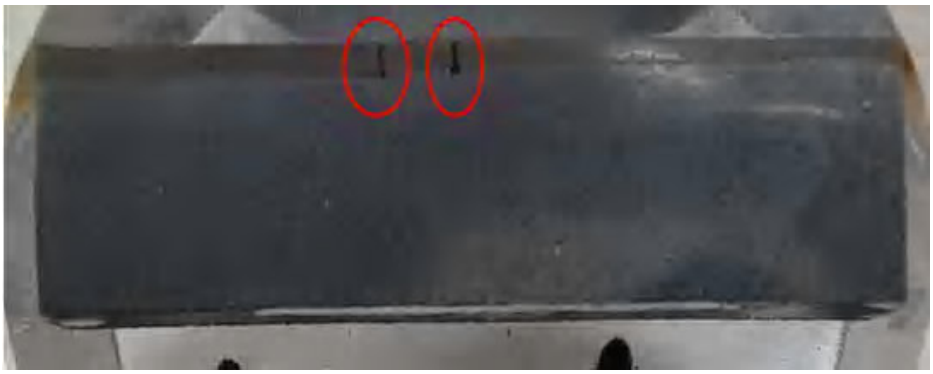
Çatlak kesitleri alınırken, kesit numunelerinden en az bir tanesinde en fazla çatlak dallanmasının görülebileceği şekilde kesim yapılmıştır.

Kesit alınan t1 numunesindeki incelenen kesit görüntüsü 1 numaralı parçanın 2 numaralı parça ile temas ettiği yüzeydir (Şekil 3.22).

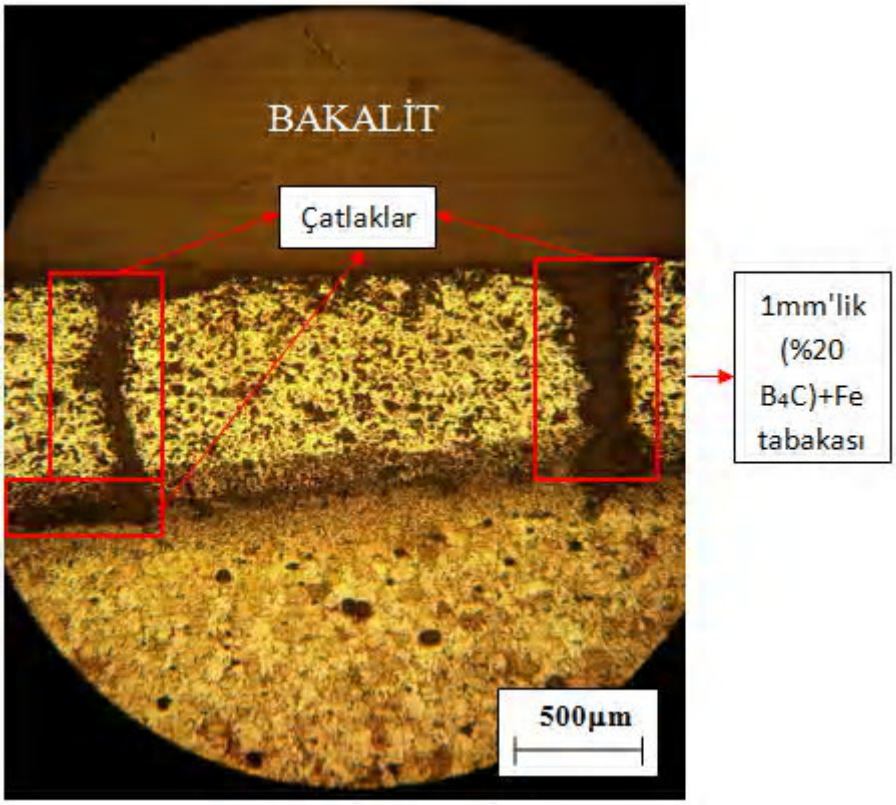


Şekil 3.22. t1 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri.

Şekil 3.23'te 1 numaralı kesitte oluşan çatlaklar görülmektedir. Şekil 3.24'te ise bu çatlakların mikroskop görüntüleri yer almaktadır.



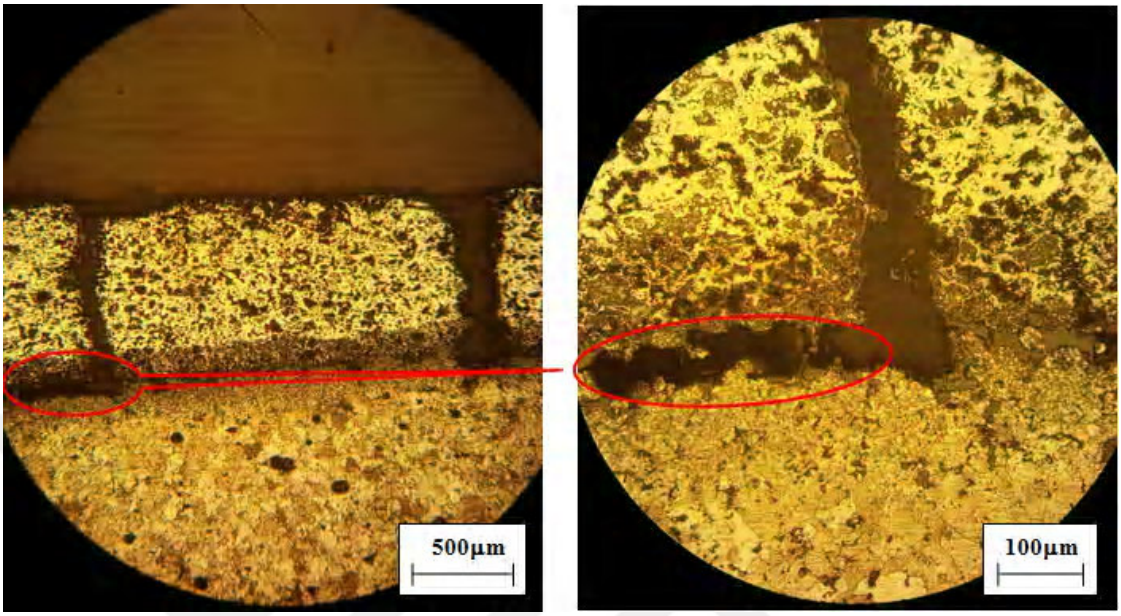
Şekil 3.23. t1 numunesinin 1 numaralı parça kesit yüzey görüntüsü.



Şekil 3.24. Kesit alınan t1 numunesinde çatlak oluşumu.

t1 numunesindeki çatlak karakteristiği incelendiğinde çatlakların en alt Fe tabakasına kadar indiği ve daha sonrasında yatay olarak ilerlediği (delaminasyon çatlağı) görülmüştür (Şekil 3.25). Fakat yatay çatlaklardaki ilerleme dikey yöndeki uzunlukta değildir. Kesit çatlaklarının gözle görülebilir şekilde geniş bir yapıda olduğu görülmüştür. Çatlaklar yüzeyde başlamış ve ana faz olan Fe tabakasında (matriste) sonlanmıştır. Numunede kılcal çatlaklara rastlanmamıştır. Kesitte bağımsız ayrı çatlak oluşumları da gözlenmemiştir. t1 numunesinin 2 numaralı diğer kesitinde de benzer

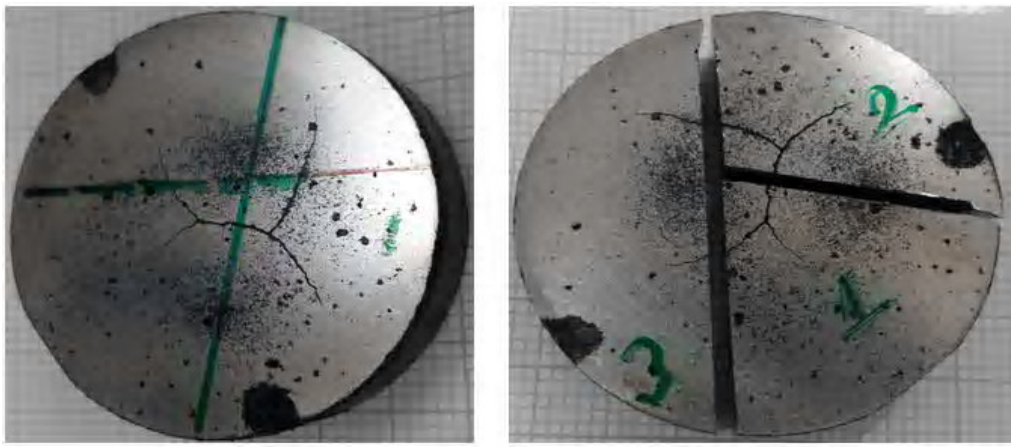
özellikli çatlaklara rastlanmıştır. Çatlakların kesit boyunca porozite ve öbeklenme bölgelerini takip ederek yönlendiği görülmektedir.



Şekil 3.25. t1 numunesindeki tabaka arası çatlak oluşumu.

Yukarıdaki t2 numunesinin kesilmesiyle oluşan parçalardan, 2 numaralı parçanın 1 numaralı parça ile temas ettiği kesit yüzeyi ve 3 numaralı parça kesit yüzeyleri incelenmiştir (Şekil 3.26). Şekil 3.27'de ise kesit yüzeylerindeki çatlaklar görülmektedir.

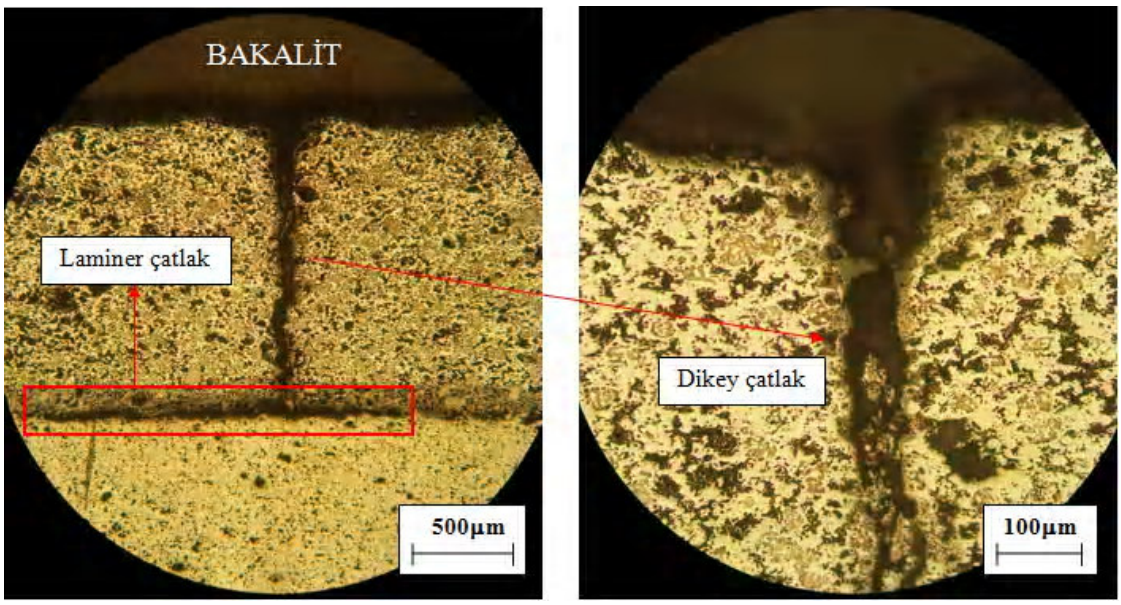
t2 numunesinin 2 numaralı kesit çatlak görüntüsü incelendiğinde, numune kesitinde tek tip çatlak görülmektedir. Bu numunenin diğer kesitinde ise 2 adet gözle de görülebilen derin çatlak vardır. Çatlak en alttaki matrise kadar (Fe tabakası) ulaşabilmiştir. Çatlak, matris içerisinde ilerleyememiştir. Çatlağın bittiği yerde sağ ve sol kısımlara açılmak üzere delaminasyon çatlağı görülmektedir. Kılcal ve bağımsız çatlaklara rastlanmamıştır (Şekil 3.28).



Şekil 3.26. t2 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri.

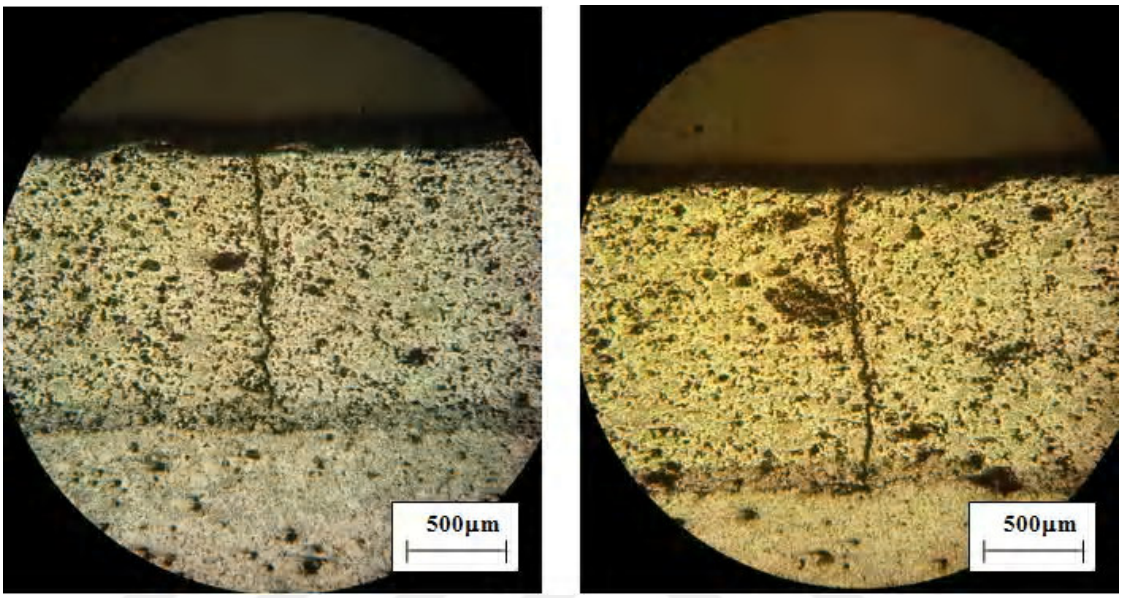


Şekil 3.27. t2 numunesinin 2 ve 3 numaralı kesit yüzey görüntüleri.



Şekil 3.28. t2 numunesinin 2 numaralı parça kesit çatlak görüntüsü.

t2 numunesindeki diğer 3 numaralı parça kesitinde ise şekilde görüldüğü gibi iki adet benzer belirgin çatlağa rastlanmıştır (Şekil 3.29). Bu çatlaklar yüzeyde belirgin olarak görülen çatlağın malzemenin alt kısımlarına derinlemesine yayılması ile oluşan uzantılarıdır.



Şekil 3.29. t2 numunesinin 3 numaralı parça kesit çatlak görüntüleri.

t3 numunesinin kesilen parçalarından 1 numaralı parça ve 3 numaralı parçanın 2 numaralı parça ile temas ettiği yüzey görüntüleri incelenmiştir (Şekil 3.30).



Şekil 3.30. t3 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri.

Şekil 3.31 ve Şekil 3.32'de tabakalı t3 numunesine ait kesit çatlakları görülmektedir. Her iki kesit görüntüsünde de farklı türde çatlakların olduğu görülmektedir (Şekil 3.31 ve Şekil 3.32).



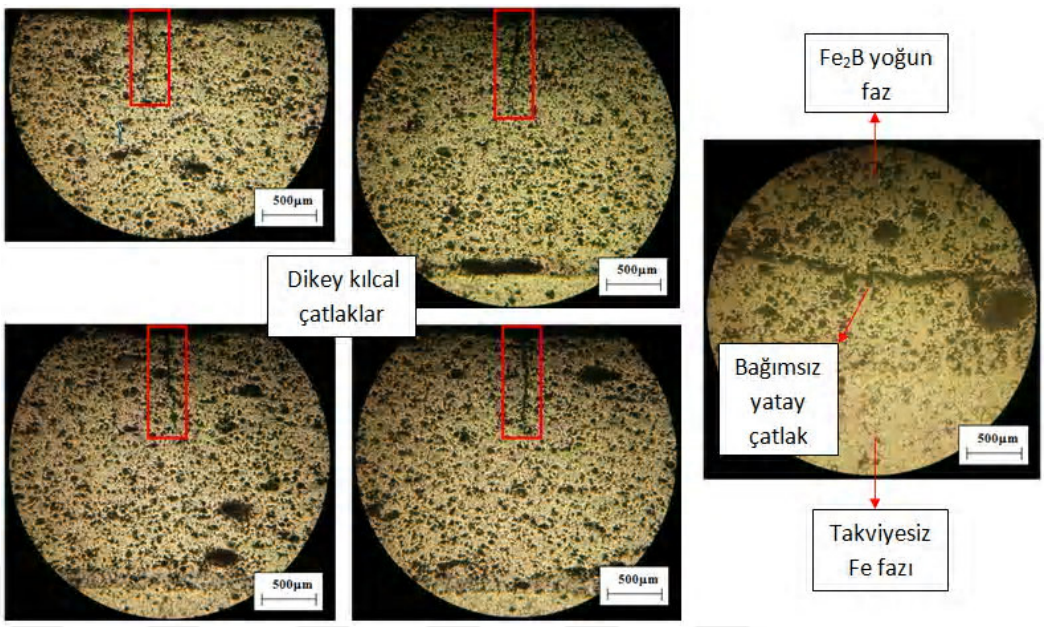
Şekil 3.31. t3 numunesinin 1 numaralı parça kesit çatlakları.



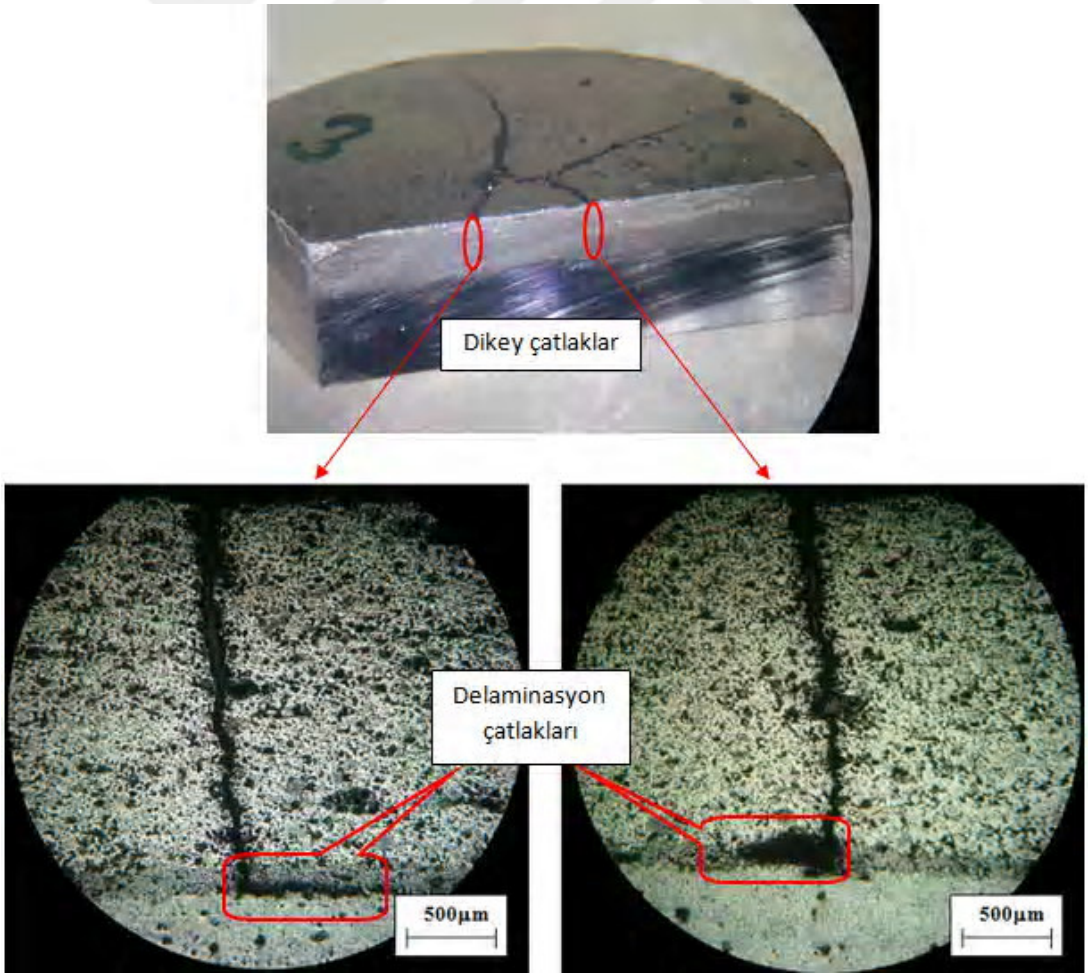
Şekil 3.32. t3 numunesinin 3 numaralı parça kesit çatlakları.

t3 numunesinin kesit incelemesini yaptığımızda, 1 numaralı kesitte numunenin Fe matrisli kısmına kadar ilerleyememiş, yüzeyden başlayarak 3 mm'lik tabakanın 1-1.5 mm'lik kısmına kadar ilerleyebilmiş (tabaka içinde sonlanmış) birçok kılcal çatlağa rastlanmıştır. Aynı kesitte, 3 mm'lik katman içerisinde çatlak genişliği daha büyük bir bağımsız yatay çatlak görülmektedir (Şekil 3.33).

3 numaralı çatlak görüntüsü incelendiğinde, matris fazına kadar inen 2 adet dikey çatlak gözlenmiştir. Çatlakların hemen bitiminde Fe fazına geçiş bölgesinde delaminasyon çatlakları oluşmuştur (Şekil 3.34). Kesitte başka kılcal veya bağımsız çatlak gözlenmemiştir.



Şekil 3.33. t3 numunesinde 1 numaralı parçada oluşan yatay ve dikey çatlaklar.



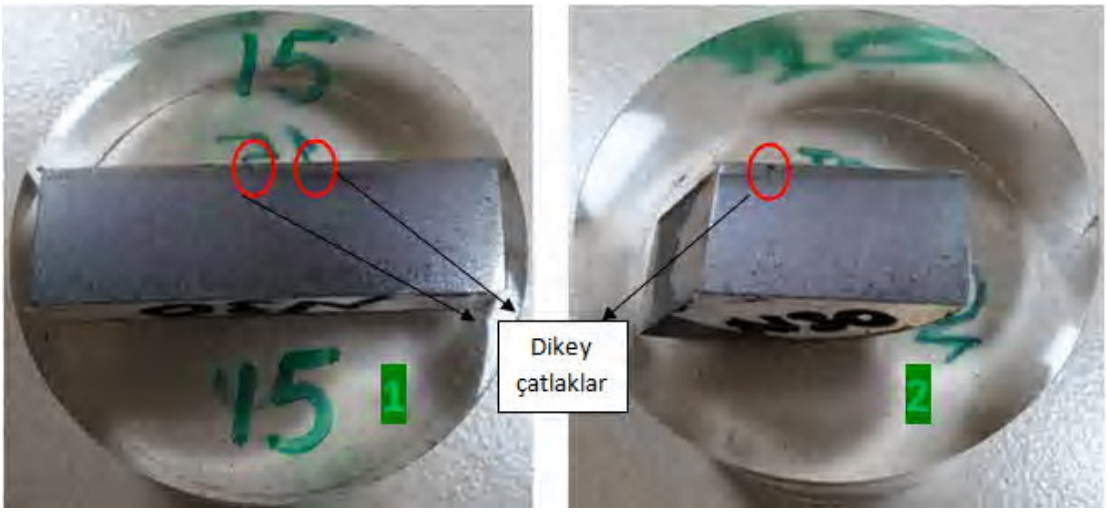
Şekil 3.34. t3 numunesindeki 3 numaralı parça kesit çatlak görüntüleri.

n=0.1 için, 1 numaralı parçanın 2. ve 3. numaralı parçalar ile temas ettiği kesit yüzeyi ve 2 numaralı parçanın 3 numaralı parça ile temas ettiği kesit yüzeyi incelenmiştir (Şekil 3.35).



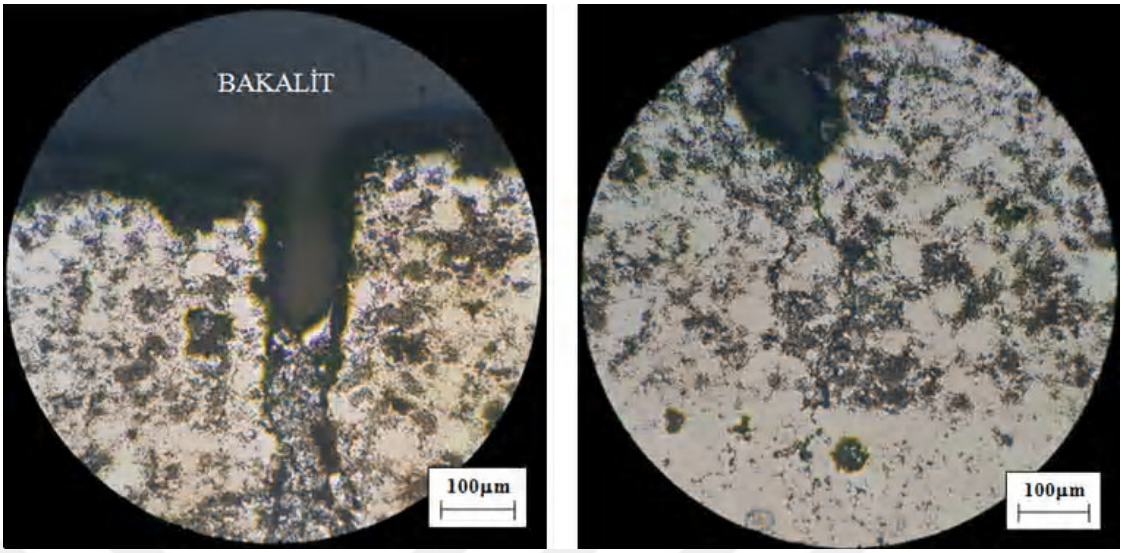
Şekil 3.35. n=0.1 numunesinin kesim öncesi ve kesim şekli görüntüsü.

Şekil 3.36'da ise n=0.1 numunesindeki 1 ve 2 numaralı kesitlerdeki çatlakların yüzey görüntüleri yer almaktadır.

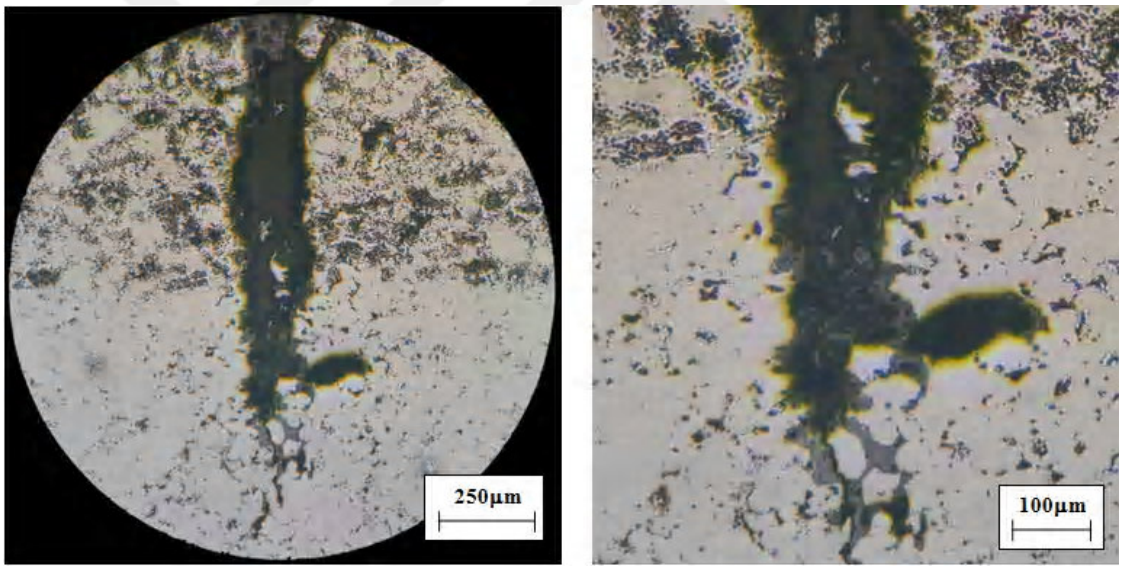


Şekil 3.36. n=0.1 numunesinin 1 ve 2 numaralı parça kesit çatlakları.

1 numaralı kesitte gözle görülebilen iki adet ana çatlaktan biri Fe fazına ulaşmış diğeri ise son kademe içerisinde sonlamış ve kılcal çatlak olarak ilerlemiştir. (Şekil 3.37). 2 numaralı kesit parçasının mikroskop görüntüleri incelendiğinde ise aynı tip dikey çatlağın olduğu ve çatlağın ana faza kadar inip az da olsa ilerlediği görülmektedir (Şekil 3.38). Her iki kesitte de ana fazda çatlağa rastlanmamıştır.



Şekil 3.37. n=0.1 numunesinin 1 numaralı parçasının kesitindeki iki farklı çatlak görüntüsü.



Şekil 3.38. n=0.1 numunesinin 2 numaralı parça kesit çatlak görüntüsü.

n=1 numunesi 30 çevrim sonunda Şekil 3.39'da görüldüğü gibi kesilmiştir. Kesim sonunda 1 ve 3 numaralı kesit numunelerindeki çatlaklar incelenmiştir (Şekil 3.40).



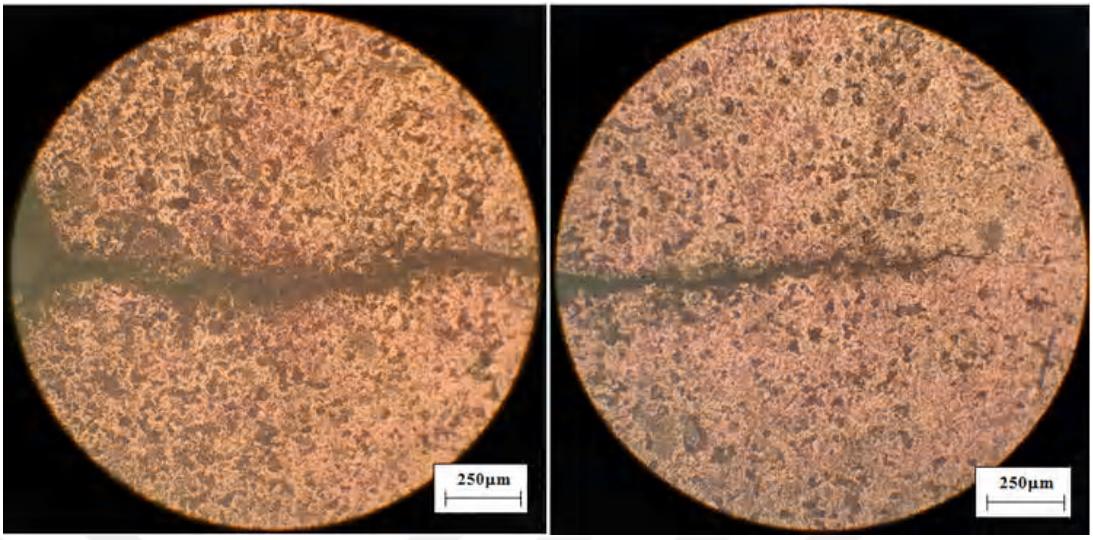
Şekil 3.39. n=1 numunesinin kesim öncesi ve sonrası görüntüleri.



Şekil 3.40. n=1 numunesinin 1 ve 3 numaralı kesit yüzey görüntüleri.

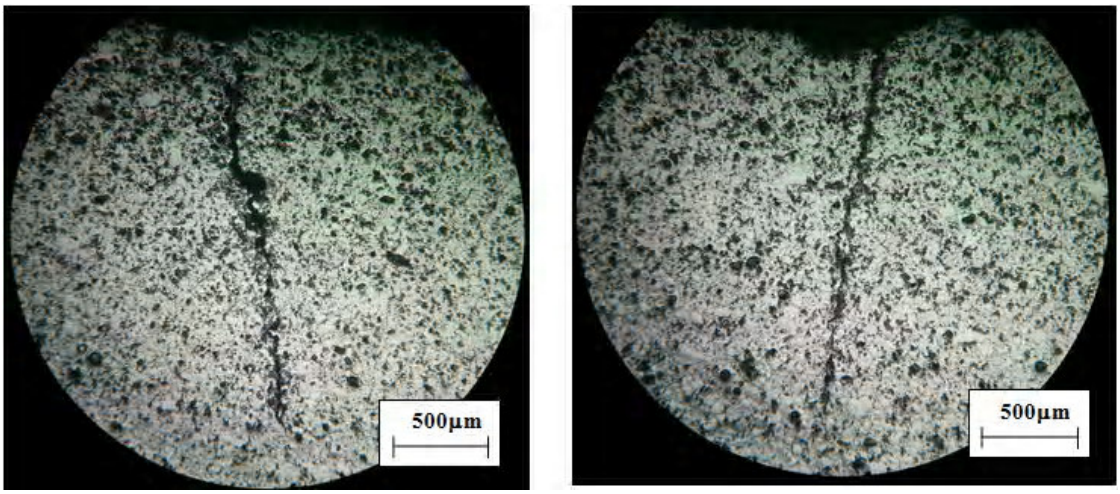
n=1 numunesinin kesit çatlakları incelendiğinde her iki kesitte de delaminasyon çatlağına rastlanmamıştır. 1 numaralı kesitte üst kademeden başlayarak tüm numune derinliğinin 1/3 'üne kadar inmiş bir çatlak görülmektedir. Bununla beraber bu çatlak derinliğinin Fe fazına doğru olan kısmının yarısı kılcal çatlak niteliğindedir.

Şekil 3.41'deki mikroskop görüntüsü alınan n=1 numunesindeki ana dikey çatlağa ait iki farklı görüntü birbirinin devamı olarak tek bir çatlağa ait görüntüdür. 1 numaralı kesitteki diğer iki çatlak ise daha az derinlikte ve daha dar genişliktedir.



Şekil 3.41. n=1 numunesindeki 1 numaralı parça ana çatlak görüntüsü.

Kesitte dikey çatlak oluşumları bulunmakla beraber 3 numaralı kesitte kılcal denebilecek bir çatlak söz konusudur (Şekil 3.42). Bu kesit çatlaklarında t1, t3 ve n=0.1 numunelerindeki gibi geniş bir çatlak oluşumu yoktur. Bu numune kesitinde başka bir bağımsız veya kılcal çatlak oluşumu gözlenmemiştir.



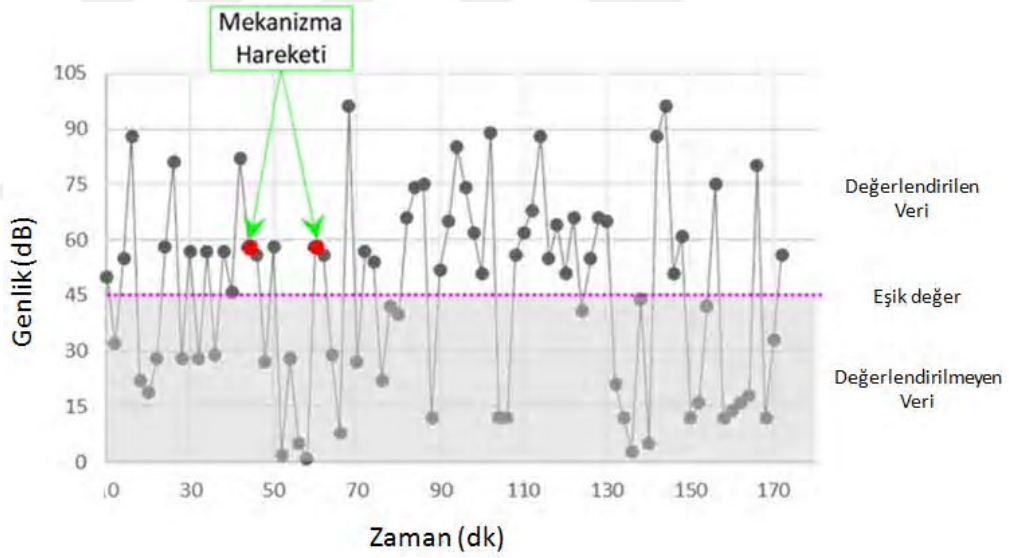
Şekil 3.42. n=1 numunesindeki 3 numaralı parça kesit çatlak görüntüleri.

3.4. Akustik Emisyon Sinyallerinin Değerlendirilmesi

Çalışmanın ikinci aşamasında, daha önce termal şoklama yapılmamış tabakalı ve FKM numuneler termal şok esnasında AE tekniği ile muayene edilmiş ve hasar oluşumları değerlendirilmiştir. Çalışmada, her numuneye aralıksız N30 çevrimde termal şoklama

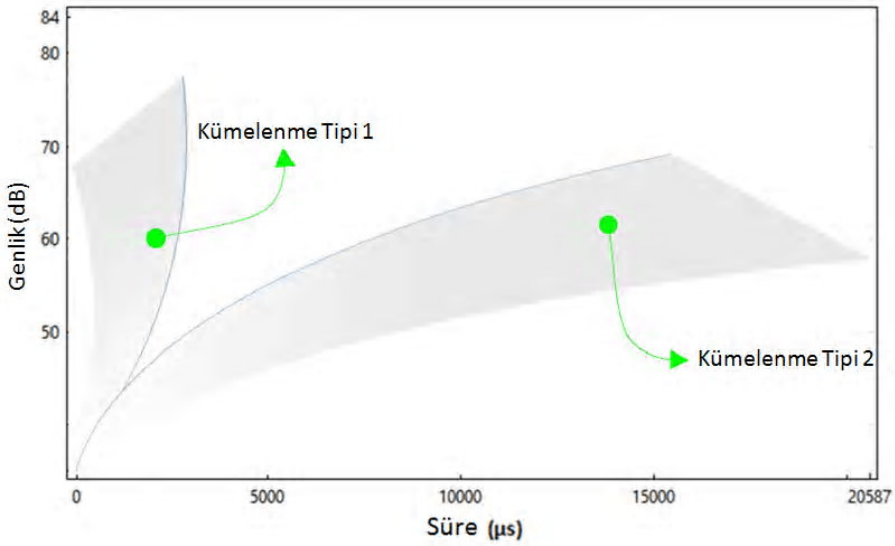
yapılmış ve bu sırada AE verileri kaydedilmiştir. AE analizleri ile malzemelerdeki çatlakların başlangıcı, ilerlemesi, büyüklüğü gibi hasar karakterizasyonları hakkında bilgi sahibi olmak amaçlanmıştır.

AE tekniğinde sinyallerin genlik, yükselme zamanı, süre, sayı, enerji gibi değerlendirme parametreleri bulunmaktadır. Bir akustik olay kaydedilirken farklı sinyal grafikleri elde edilebilir. Bu çalışmada çatlak değerlendirmesi yapılırken, genlik/zaman ve genlik/süre grafikleri yorumlanmıştır. Grafiklerdeki "zaman" ifadesi deney süresini ifade ederken, "süre" ifadesi ise AE tekniğindeki sinyal parametrelerinden birini ifade etmektedir. Ayrıca sistemin dış gürültüleri almasını engelleyecek şekilde eşik değer malzeme özelliğine göre 45 dB olarak belirlenmiş ve bu değerin üzerindeki sinyallerin çatlak oluşturabileceği saptanmıştır (Şekil 3.43).



Şekil 3.43. Akustik emisyon verilerinin ayrıştırılması.

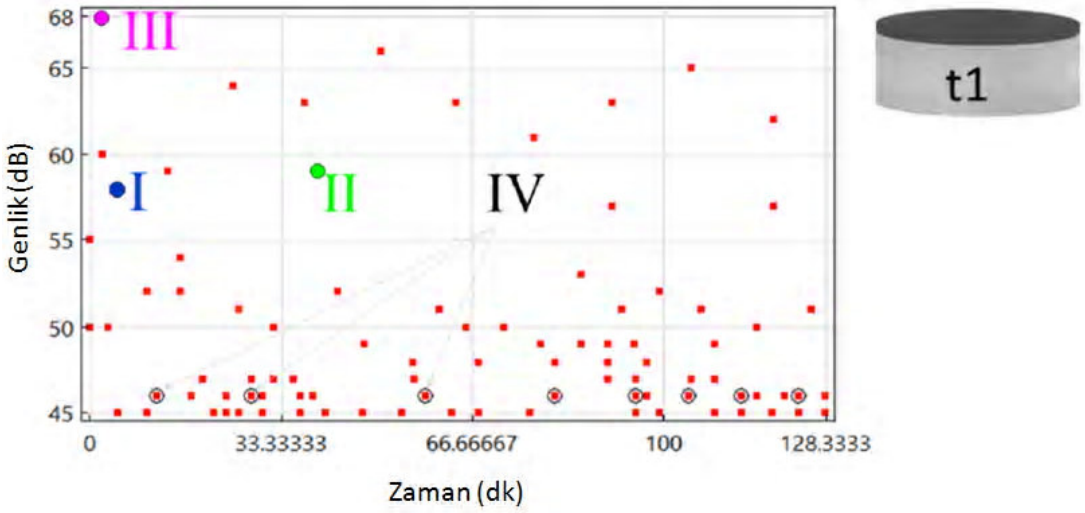
Akustik emisyon sinyalleri incelendiğinde genlik/süre grafiklerinin yorumlanmasında, genliği yüksek ve süresi kısa olan sinyaller ile genliği düşük ve süresi uzun olan sinyaller farklı anlamlar ifade etmektedir (Şekil 3.44).



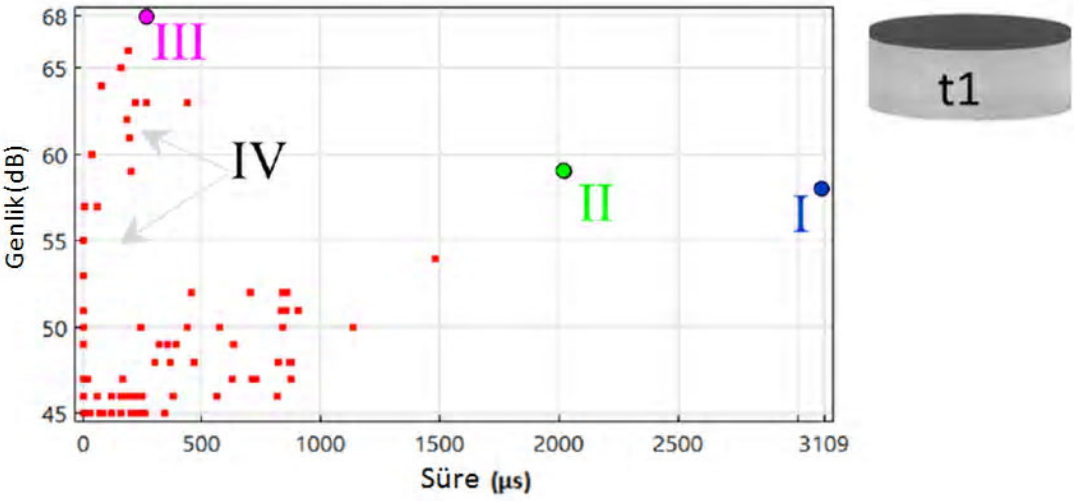
Şekil 3.44. Genlik/süre grafiğinde sinyal özellikleri.

Genliği yüksek olan sinyallerin genellikle gevrek kırılmayı temsil ettiği, süre parametresinin ise genellikle devam eden çatlağı temsil ettiği bilinmektedir. Bu bağlamda Şekil 3.44'teki "Kümelenme Tipi 1" gevrek kırılmayı işaret ederken, "Kümelnme Tipi 2" ise devam eden çatlakları işaret eder. Dolayısıyla, grafiklerdeki I ve II devam eden çatlağı gösterirken, III ve IV ise gevrek kırılmayı göstermektedir.

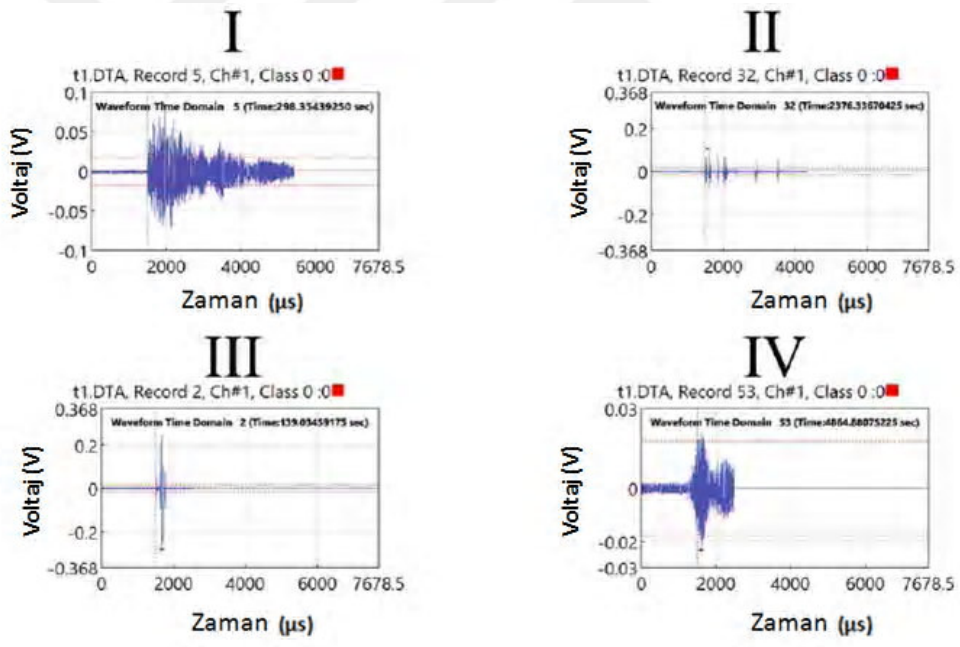
t1 numunesi için genlik/zaman, genlik/süre ve voltaj/zaman grafikleri Şekil 3.45, Şekil 3.46 ve Şekil 3.47'de verilmiştir.



Şekil 3.45. t1 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği.



Şekil 3.46. t1 numunesi genlik/süre sinyal grafiği.

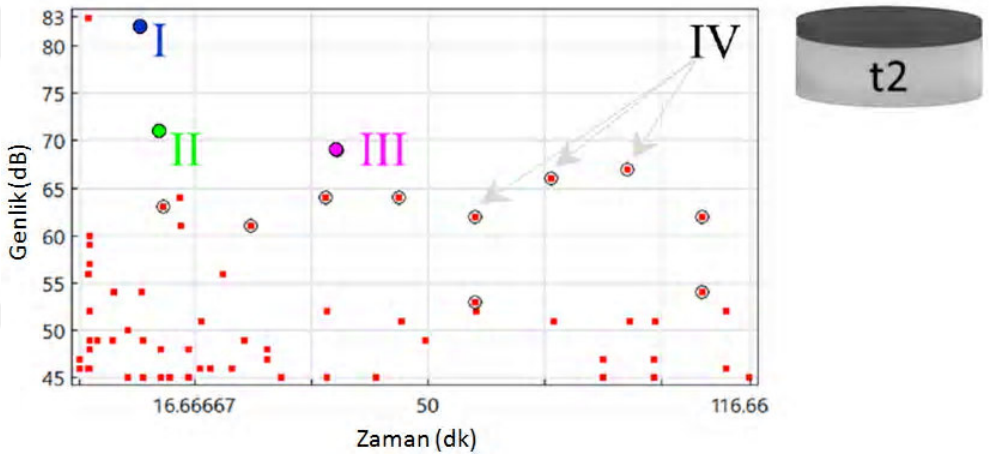


Şekil 3.47. t1 için voltaj/zaman grafikleri.

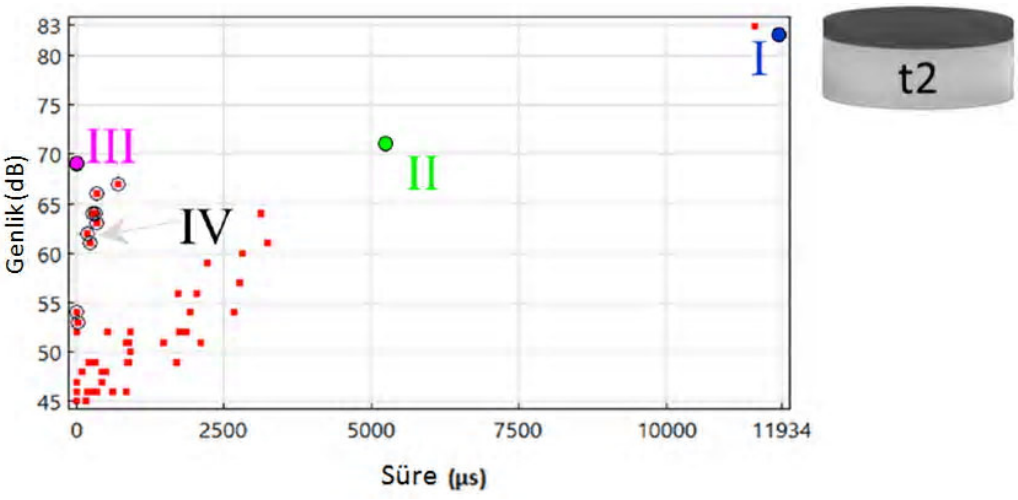
t2 numunesi için genlik/zaman, genlik/süre ve voltaj/zaman grafikleri Şekil 3.48, Şekil 3.49 ve Şekil 3.50'de verilmiştir.

Tabakalı numunelerde iki farklı karakterli malzeme özelliğinin bulunması, FKM 'ye göre avantaj sayılabilirken, geçişin ani olması dezavantajdır.

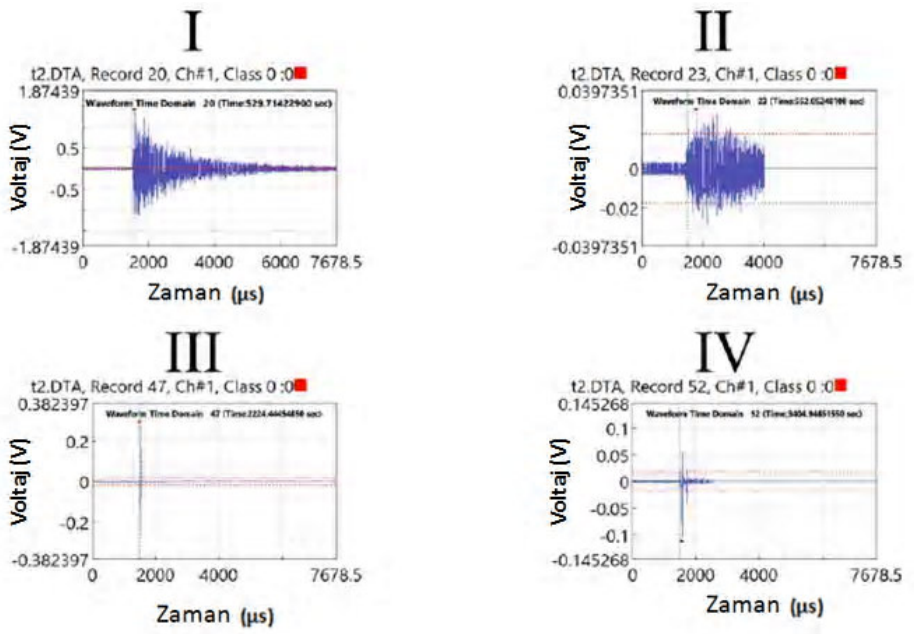
Akustik sinyal grafikleri incelendiğinde, t2 numunesinin genlik/zaman grafiği ile t1 numunesinin genlik/zaman grafiğindeki sinyal yoğunluklarının birbirine yakın olduğu görülecektir. (Şekil 3.45, Şekil 3.48). Fakat t1 için en yüksek genlik 68 dB iken, t2 için ise 83 dB'dir. Genlik/süre grafikleri incelendiğinde ise t1 için genellikle sinyaller 1000 µs'yi geçmezken, t2 için ise bu sınır 2500 µs civarındadır (Şekil 3.46, Şekil 3.49). Dolayısıyla çatlak büyümesinin de t1'e göre t2'de daha fazla olduğu çıkarımı yapılmıştır. En yüksek süre değeri ise t1'e kıyasla yine t2'de gözlenmiştir. Süre değerinin yüksek olması devam eden çatlağa atfedilirken, özellikle tabakalı numunelerde sürenin yüksek olması, delaminasyon (tabaka ayrılması) şeklindeki bir deformasyona işaret etmektedir.



Şekil 3.48. t2 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği.

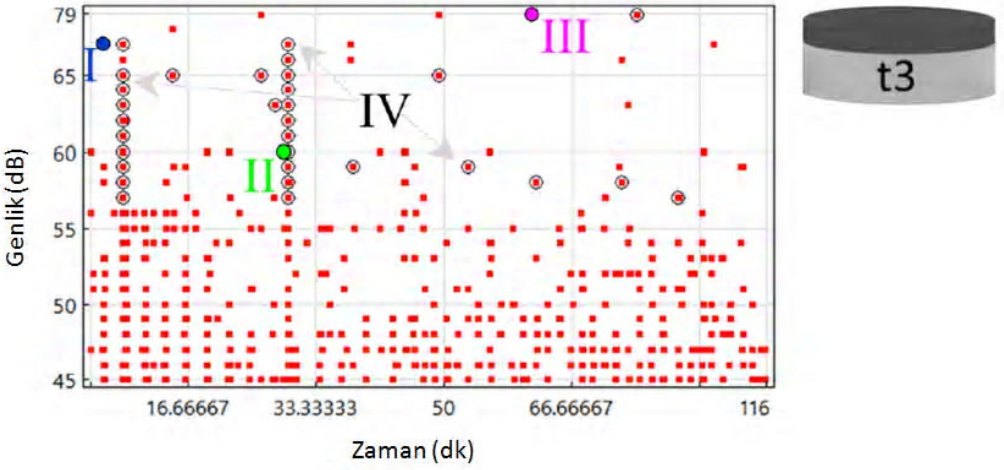


Şekil 3.49. t2 numunesi genlik/süre sinyal grafiği.

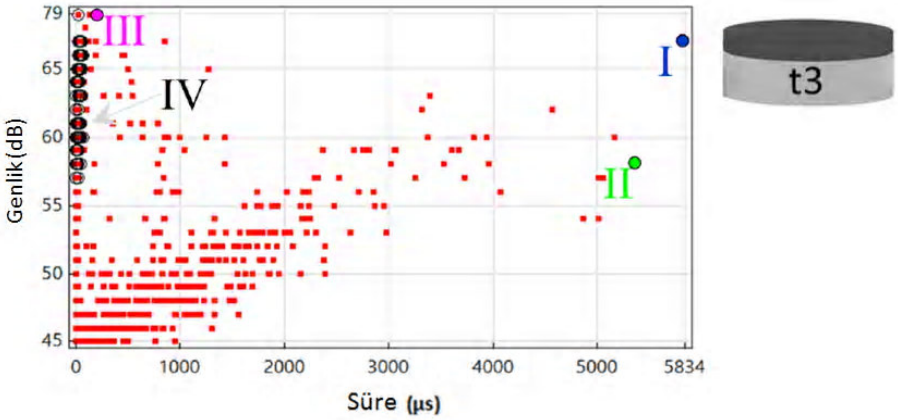


Şekil 3.50. t2 için voltaj/zaman grafikleri.

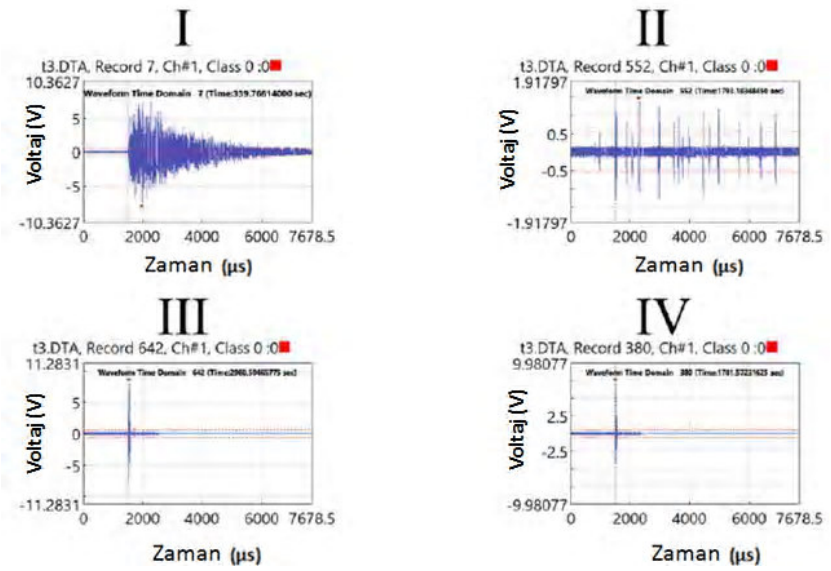
t3 numunesinin genlik/zaman grafiği incelendiğinde ise t1 ve t2 numunelerine göre daha çok sinyal yoğunluğu olduğu göze çarpmaktadır (Şekil 3.51). Bu durum ise deformasyon miktarının t3'te daha fazla olduğu anlamına gelmektedir. Sinyal yoğunluğunun fazla olması, malzemede bağımsız yeni çatlakların olma ihtimalini de devam eden kılcal çatlak ihtimalini de artırmaktadır. Ayrıca t3'te, çatlak alanı ve genişliğinin de büyük oranda daha fazla olması beklenmektedir. Şoklamanın her zaman diliminde düzenli sinyal alınması, devamlı çatlama olduğunu göstermektedir. t1 ve t2'ye kıyasla t3 numunesinde süre parametresinin daha yüksek değerlere çıktığı görülmektedir. Bu durum ise daha çok devam eden çatlağa işaret etmektedir. 1 ve 2 numaralı sinyal bölgelerinde ise delaminasyon çatlaklarının oluştuğu sonucuna varılmıştır. 3 ve 4 numaralı sinyaller ise gevrek kırılmaya işaret etmektedir (Şekil 3.52). t3 numunesi için voltaj/zaman grafikleri ise Şekil 3.53'te görülmektedir.



Şekil 3.51. t3 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği.

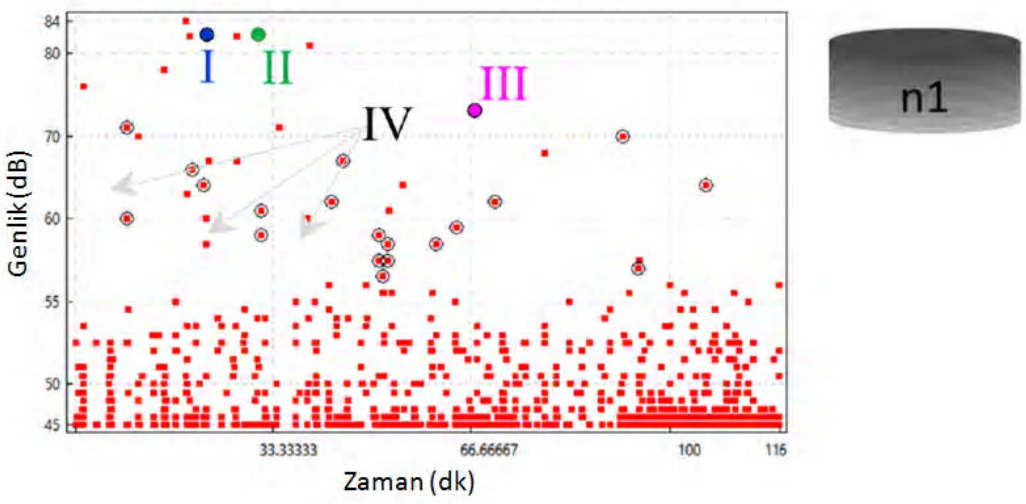


Şekil 3.52. t3 numunesi genlik/süre sinyal grafiği.

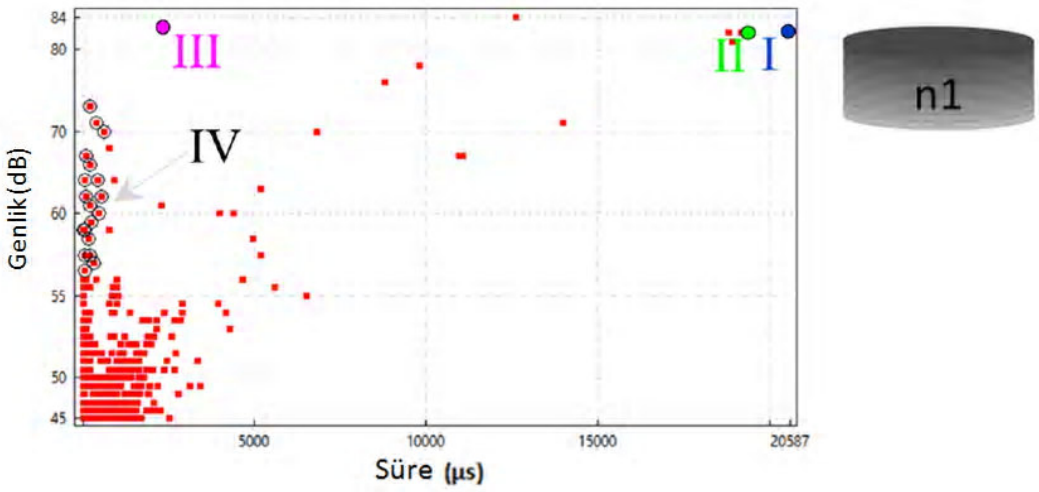


Şekil 3.53. t3 için voltaj/zaman grafikleri.

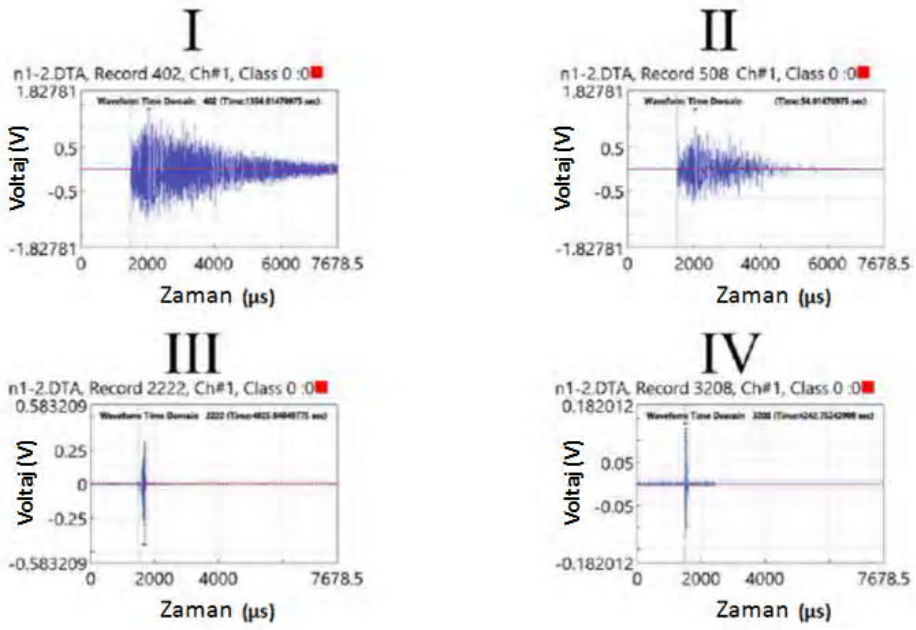
n=1 numunesinin akustik verilerinden, genlik/zaman grafiği incelendiğinde; sürekli sinyal alınması ve çoğu sinyalin 45-53 dB aralığında olması durumu, sürekli yüzeysel yeni çatlakların olması fakat geniş çatlakların olmaması şeklinde değerlendirilmektedir (Şekil 3.54). n=1 numunesinin diğer numunelere göre yüzeysel kılcal çatlak ihtimalinin daha fazla olduğu numunelerden biri olduğu söylenebilir. Buna sebep ise, süre parametresinin özellikle 2200 µs'den sonra fazla artış göstermemesidir (Şekil 3.55). Ayrıca, n=1 FKM numunesinde malzeme özelliklerinde geçişler daha yumuşak olsa da birden çok farklı katmanlı yapının olması dolayısıyla malzemede farklı deformasyonlara işaret eder. I ve II numaralı sinyaller ve en yüksek süre (duration) değerinin n=1'de çok yüksek olması, çalışmanın ilk basamağındaki çatlak analizlerinde FKM'lerde delaminasyon gözlenmemiş olması dolayısıyla n=1 için devam eden dikey ya da yüzeysel çatlakların olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca, n=1 numunesinde çok yönlü özelliklerin olması beraberinde üretiminin daha zor olmasını da getirmektedir. % oran olarak malzemede en çok seramik malzeme oranı n=1 numunesindedir. Dolayısıyla, her katmandaki homojen karışımı sağlamak daha zordur. Ayrıca porozite ihtimali en çok n=1 numunesinde ortaya çıkar. n=1 için voltaj/zaman grafikleri ise Şekil 3.56'da verilmiştir.



Şekil 3.54. n=1 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği.



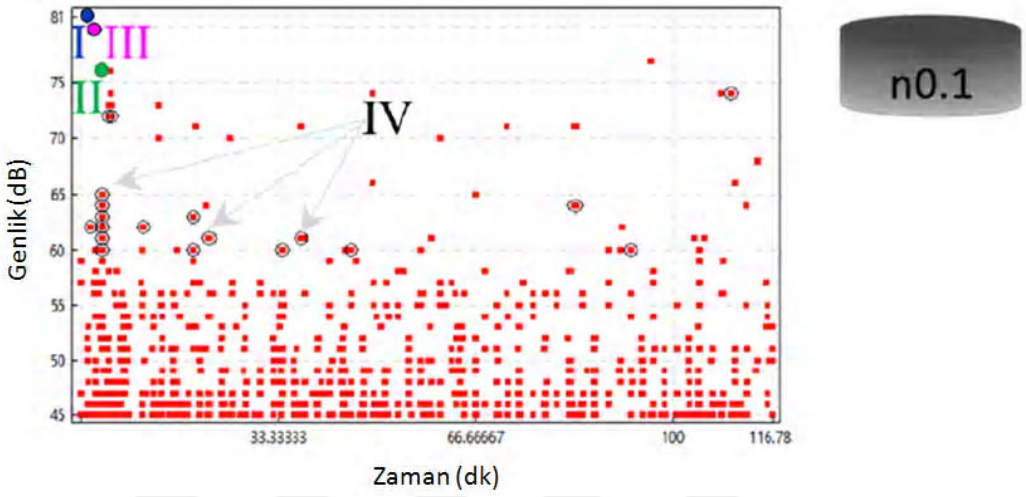
Şekil 3.55. n=1 numunesi genlik/süre sinyal grafiği.



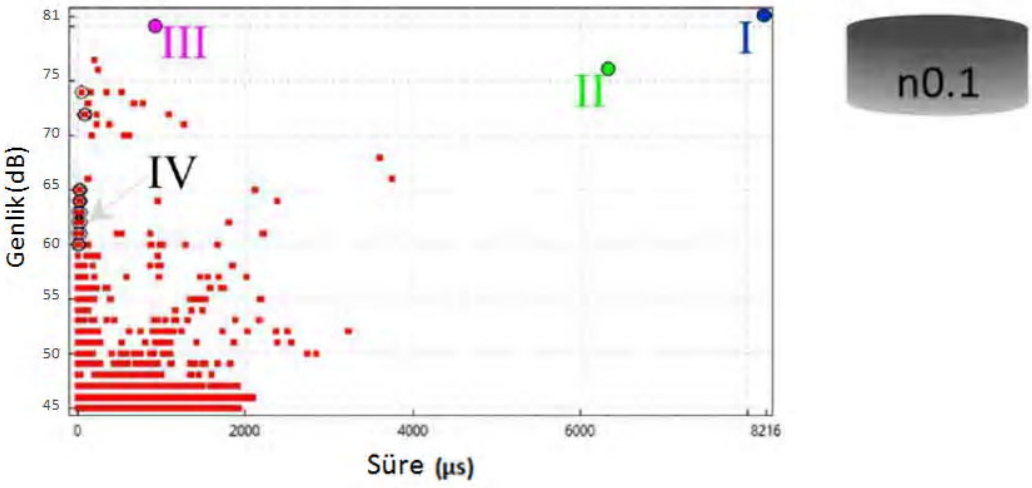
Şekil 3.56. n=1 için voltaj/zaman grafikleri.

n=0.1 için akustik emsiyon sinyallerini incelediğimizde; genlik/zaman grafiğinde n=1'e kıyasla biraz daha çok sinyal yoğunluğunu gösterir (Şekil 3.57). Bu durum, çatlak yoğunluğu olarak n=0.1'de (derinlemesine inen ve yüzeysel yayınan bağımsız çatlak sayısı olarak) n=1'e kıyasla daha fazla çatlak anlamına gelir. n=1 için çoğu sinyal 55 dB'in altındayken n=0.1'de bu değer 60 dB değerini göstermektedir. n=1 ve n=0.1 karşılaştırıldığında ortalama süre (duration) değerinin n=1 numunesinde daha fazla olduğu görülecektir. n=0.1 için maksimum süre (duration) değeri 8216 µs iken, n=1 için

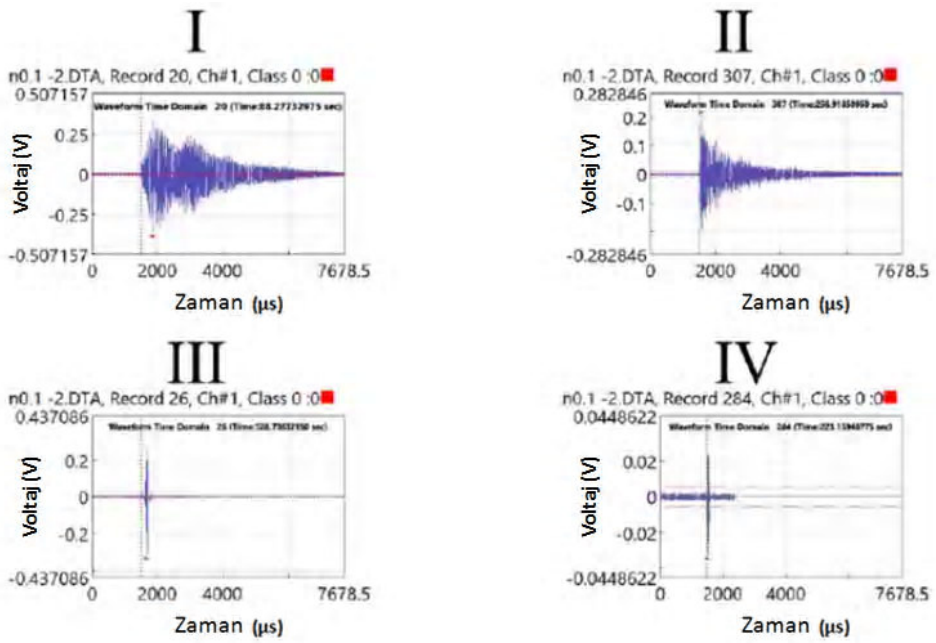
bu değer 20587 µs'dir. Bu da bir çatlağın devamlı uzamasının daha fazla olduğunu veya çatlak uzunluğunun n=1'de daha fazla olması şeklinde değerlendirilir (Şekil 3.58). n=0.1 için ise voltaj/zaman grafikleri ise Şekil 3.59'da verilmiştir.



Şekil 3.57. n=0.1 numunesi genlik/zaman sinyal grafiği.



Şekil 3.58. n=0.1 numunesi genlik/süre sinyal grafiği.



Şekil 3.59. n=0.1 için voltaj/zaman grafikleri.

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar ve Değerlendirme

- Metalografik analizlerde tabakalı numunelerde alt takviyesiz demir bölgesi ve üst seramik yoğun bölge arasında ara faz oluşumu gözlenmiştir. Bu durum, B_4C yapısının kesitte hem yukarı hem de aşağı yönde difüze olması ile bağlayıcı bir ara katman özelliği anlamına gelmektedir. Ara katman, arayüz bağlantısını güçlendirici özelliktedir. Bu katman, delaminasyon ihtimalini düşürebilir.
- Metalografik analizlere göre, takviye elemanı (B_4C) hacimsel oranının son katmanda daha fazla olması sebebiyle numunelerde bu katmanda porozite ve topaklanma gibi durumlar daha çok gözlenmiştir.
- Mikrosertlik ölçümleri sonucunda, demir fazından seramik yoğun faza doğru çıkıldıkça Fe_2B oranının artışına bağlı olarak sertliğinde arttığı gözlenmiştir. Sert fazın artışı doğal olarak toplam sertliği de artırmıştır. Dolayısıyla en sert malzemenin toplam B_4C oranının en fazla olduğu FKM n=1 lineer gradyantlı malzeme olduğu görülmüştür.
- Deneyler sonucunda genellikle her 10 çevrim sonrası çatlak uzunluk ve genişliğinin yüzeyde belirgin şekilde arttığı gözlenmiş ve 30 çevrim sonunda ise en yüksek deformasyona ulaşılmıştır.
- Yapılan çalışmada katmanlı t3 numunesinde daha belirgin geniş çatlaklı yüzey hasarı gözlenmiştir. Ayrıca t3 numunesinde yüzeyde yoğun kılcal çatlaklara rastlanmış ve bu kılcal çatlakların en üst seramik yoğun tabakanın 1/2 ile 1/3 'ü arasında kesitte derinleştiği görülmektedir.
- t2, n=0.1 ve n=1'de numunelerinde yüzeyde ana çatlağa benzer bağımsız çatlak görülmüştür.

- n=1 lineer dağılımlı FKM numunesinin yüzey çatlağı geniş bir alana yayılmış olsa da t3 numunesine kıyasla daha az genişlikte yüzey çatlaklarına sahiptir.
- n=0.1 FKM ve t1 tabakalı numunelerde malzeme iç yapısı birbirine daha çok benzediği için yüzeyde ve kesit görüntülerinde çatlak tiplerinin birbirine benzer olduğu gözlenmiştir.
- t3 numunesinin kesit incelemesinde gözle de görülebilen bağımsız enine (laminer) çatlak gözlenmiştir.
- Katmanlı numune yapısında çatlakların kesit görüntülerinde genellikle geniş çatlaklar görülmüştür.
- Katmanlı numunelerin kesit incelemesi yapıldığında, hepsinde çatlaklar benzer şekilde ilerlemiştir. Tüm katmanlı numunelerde katman ile takviyesiz ana faz arasında dikey çatlakların bittiği yerden başlayarak delaminasyon çatlak ilerlemeleri gözlenmiştir. Bu durum ise daha fazla şoklamada katman ayrılmasının olabileceği anlamı taşımaktadır. Delaminasyon ise bu tip malzemelerde istenmeyen bir deformasyon şeklidir. FKM numunelerinde ise delaminasyon çatlak ilerlemesi gözlenmemiştir.
- Fe ve B_4C'nin termal genleşme katsayılarındaki farklılık dolayısıyla delaminasyon çatlak başlangıcı tüm tabakalı numunelerde (t1, t2 ve t3) görülmektedir.
- Katmanlı numunelerde büyük oranda, kesitlerdeki çatlakların Takviyesiz Fe fazına kadar indiği katman içerisinde nadiren sonlandığı gözlenmiştir. Dolayısıyla, tabakalı numunelerde katman kalınlığının artması çatlakların Takviyesiz Fe matrisli ana faza kadar ilerlemesini engellememiştir.
- n=1 numunesinde; kesit çatlakları incelendiğine tek bir çatlağın dikey olarak numune boyunun 3'de 1'ine kadar indiği fakat çatlak genişliği olarak t2 numunesi ile beraber diğer numunelere oranla daha az genişliğe sahip olduğu gözlenmiştir.
- n=1 FKM yapısının kesit çatlakları diğer numunelerle karşılaştırıldığında çatlak derinliği biraz daha fazla olsa da diğer numune kesit çatlaklarına oranla kılcal sayılabilecek karakterde çatlaklar bulunmaktadır.
- Akustik emisyon sonuçlarına göre numunelerde en fazla deformasyonun t3 numunesinde olduğu görülmektedir.

- Akustik verilere göre tabakalı numunelerde katman kalınlığının artması sert faz hacminin artması anlamına geldiği ve porozite ihtimalini de artırdığı için deformasyonu daha da artırmıştır.
- FKM n=1 numunesinde ise sinyalde genlik/süre parametresine göre malzemede devam eden yüzeysel çatlakların olduğu veya dikey ilerleyen çatlakların olabileceği çıkarımı yapılmıştır. Daha önceki çatlak analizlerine göre de n=1 için akustik sonuçların delaminasyon ihtimaline uzak olduğu bilinmektedir.
- n=0.1 ve n=1 FKM'ler karşılaştırıldığında, sinyal yoğunluğu n=0.1'de biraz daha çok olsa da genlik/süre grafiklerinde n=1 numunesinde sinyallerin süre değerleri daha yüksek seviyelere çıktığından, n=1'de daha uzun devamlı çatlakların olduğu sonucuna varılmıştır. Bu durumun sebebi ise seramik fazın en fazla olduğu ve porozite ihtimalinin en çok olduğu numunenin n=1 olmasıdır.
- FKM numunelerde sinyal yoğunluğundaki fazlalık t1 ve t2 örneklerine kıyasla göze çarpmaktadır. Bu duruma sebep ise, en fazla seramik faz oranının özellikle n=1 FKM'de olması, FKM'lerde her katmanda homojen yapı eldesinin zorluğu, toplam 10 adet farklı katman olması ve porozitenin fazlalığı dezavantajıdır. Fakat daha üstün özellikleri nedeniyle doğru ve kusursuza yakın üretim teknikleri ile FKM'lerde tabakalı numunelere göre daha iyi sonuçlar elde edilebilir.
- Tüm numunelerin AE testlerinde testin son anına kadar sinyal alındığı gözlenmiştir.

4.2. Öneriler

Bu çalışmayı daha ileri seviyelere taşımak amacıyla, yapılabiecek bundan sonraki çalışmalara ışık tutması açısından öneriler aşağıda sıralanmıştır;

- Farklı bir çalışma ile, sinter süresi ve sinter sıcaklığı parametresinin hasar karakteristiğine ve büyüklüğüne etkisi incelenebilir.
- Değişik sıcaklık farkları (ΔT), aynı kompozisyondaki malzemelere uygulanarak sıcaklık farkının numunelere etkisi incelenebilir.
- Aynı sıcaklık farkında (ΔT=625°C), farklı alt ve üst limit sıcaklıklar belirlenerek sıcaklık değerlerinin malzeme hasar durumuna etkisi araştırılabilir.
- Takviye elemanı B_4C'den farklı bir seramik malzeme ile aynı şartlarda testler gerçekleştirilerek takviye elemanının hasar karakterine etkisi araştırılabilir.

- FKM numunelerde n=0.1 yerine non-lineer olan fakat n=1 FKM kompozisyonuna biraz daha yakın gradyantlı bir FKM (n=0.5 gbi) seçimi sonraki çalışmalarda tabakalı ve FKM numuneleri karşılaştırma açısından daha net sonuçlar verebilir.

KAYNAKLAR

1. Pandey P. M., Rathee S., Srivastava M., Jain P. K., 2021. Functionally Graded Materials (FGMs): Fabrication, Properties, Applications, and Advancements. Amerika Birleşik Devletleri: CRC Press, 231pp.

2. Göçer, A., Nair, F., Aydın, M, 2015. Fonksiyonel kademelendirilmiş Al-Sic kompozit malzemelerin termal şok etkisi altında mekanik özelliklerinin incelenmesi, s.492-500. *XIX. Ulusal Mekanik Kongresi, 24-28 Ağustos, 2015, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon.*

3. Alagöz, H., Gülgeç, M., Konez, A. Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemeler ve kullanım alanları. **(Web sayfası: http://mmo.org.tr**), (Erişim tarihi: Kasım 2023).

4. Konez, A., Alagöz, H., Topal, S., Gülgeç, M, 2005. Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretim teknikleri ve kullanım alanları. **Mühendis ve Makine, 46**(547): 1-25.

5. Çolak, N. Y., Turhan, H., 2019. Al-7Si% 10B_4C kompozit malzeme üretiminde farklı sinterleme sıcaklıklarının mikroyapı ve sertlik üzerine etkisi. **Journal of Boron, 4**(1): 60-65.

6. Kartal, Y., 2017. Alüminyum (Al 1070) matrisli silisyum karbür (SiC) ve bor karbür (B_4C) takviyeli hibrit metal matrisli kompozit malzemelerin işlenebilirliklerinin araştırılması, Kırıkkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale, 102s.

7. Hu, H. M., Lavernia, E. J., Harrigan, W. C., Kajuch, J., Nutt, S. R., 2001. Microstructural investigation on B_4C/Al-7093 composite. **Materials Science and Engineering: A, 297**(1-2): 94-104.

8. Gholizadeh, S., Leman, Z., Baharudin, B. T. H. T., 2015. A review of the application of acoustic emission technique in engineering. **Struct. Eng. Mech, 54**(6): 1075-1095.

9. Udupa, G., Rao, S. S., Gangadharan, K. V, 2014. Functionally graded composite materials: an overview. **Procedia Materials Science, 5**: 1291-1299.

10. Hamamcı, M., 2019. Fonksiyonel derecelendirilmiş Fe/B_4C kompozit yapıların üretimi ve termo-mekanik davranışlarının incelenmesi. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Kayseri, 370s.

11. Kaya, A. İ., 2016. Kompozit malzemeler ve özellikleri. **Putech & Composite Poliüretan ve Kompozit Sanayi Dergisi, 29**: 38-45.

12. Callister, W. D., Rethwisch, D. D., Retwisch, D. G., 2013. Malzeme bilimi ve mühendisliği. Türkiye: Nobel Akademik Yayıncılık, 967s.

13. Kalemtaş, A., 2014. Metal matrisli kompozitlere genel bir bakış. **Putech & Composites, 22:** 18-30.

14. Egbo, M. K., 2021. A fundamental review on composite materials and some of their applications in biomedical engineering**. Journal of King Saud University-Engineering Sciences, 33**(8): 557-568.

15. Singh, B., Kumar, R., Chohan, J. S., 2020. Polymer matrix composites in 3D printing: A state of art review. **Materials Today: Proceedings, 33**: 1562-1567.

16. Mistry, J. M., & Gohil, P. P. (2018). Research review of diversified reinforcement on aluminum metal matrix composites: fabrication processes and mechanical characterization. **Science and Engineering of Composite Materials, 25**(4): 633-647.

17. Evans, A., San Marchi, C., Mortensen, A., 2003. Metal Matrix Composites. Springer US, 423: 9-38.

18. Hamamci, M., Nair, F., Cerit, A, 2016. Farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilmiş Fe/B_4C-B kompozitlerin metalografik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi, pp.158-163. *International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC'16), April 6-8, 2016, Nevsehir, Turkey.*

19. Yamaoka, H., Yuki, K., Tahara, K., Irisawa, T., Watanabe, R., Kawasaki, A., 1993. Fabrication of functionally gradient material by slurry stacking and sintering process. **Ceramic Transactions, 34**: 165–172.

20. Ichikawa, K. (Ed.). 2001. Functionally graded materials in the 21st century: a workshop on trends and forecasts. Springer Science Business Media, 58pp.

21. Hirai, T., Chen, L., 1999. Recent and prospective development of functionally graded materials in Japan. **In Materials science forum 308**: 509-514.

22. Mahamood, R. M., Akinlabi, E. T., 2017. Functionally Graded Materials. Almanya: Springer International Publishing, 102pp.

23. Put, S., Vleugels, J., Anné, 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.

24. German, R. M., Saritaş, S., Türker, M., Durlu, N., 2007. Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri: işlemleri, malzemeler, ürünler, özellikler ve uygulamalar. Türkiye: Türk Toz Metalurjisi Derneği.

25. Ekici, M. R., 2010. Alaşım Elementleri ve Sinterleme Sıcaklarının TM ile Üretilen Çelik Malzemelerin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi. Sakarya Universitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Sakarya, 165s.

26. Güven, Ş., 2011. Toz metalurjisi ve metalik köpükler. **Teknik Bilimler Dergisi, 1**(2): 22-28.

27. Özusta, B., Akgül, Y., Ahlatcı, H., Yaşin, S., Esen, İ., Sun, Y., Türen, Y. Paslanmaz çelik matrisli fonksiyonel derecelendirilmiş malzeme üretimi ve karakterizasyonu. pp.66-70. *UDCS'19 Fourth International Iron and Steel Symposium, April 4-6, Karabuk, Turkey.*

28. Hamamcı, M., Nair, F., Cerit, A. A., Güneş, R, 2018. Investigation of microstructure and micromechanical properties of functionally graded Fe/B_4C materials after different thermal cycles. pp.430-443. *IV. International Ege Composite Materials Symposium, September 6-8, 2018, Ege University, Izmir, Turkey.*

29. Medvedovski, E., Jiang, J., Robertson, M., 2016. Iron boride-based thermal diffusion coatings for tribo-corrosion oil production applications**. Ceramics International, 42**(2): 3190-3211.

30. Arteaga-Hernandez, L. A., Cuao-Moreu, C. A., Gonzalez-Rivera, C. E., Alvarez-Vera, M., Ortega-Saenz, J. A., Hernandez-Rodriguez, M. A. L., 2021. Study of boriding surface treatment in the tribological behavior of an AISI 316L stainless steel. **Wear**, **477**, 203825.

31. Hamamci, M., Cerit, A., Nair, F., 2016. Fe/B_4C-B Kompozitlerin Üretiminde Sinterleme Süresinin Metalografik ve Mekanik Özellikler Üzerine Etkisinin Araştırılması. pp.757-766. *16th International Materials Symposium IMSP'2016 Oct 12-14, 2016, Pamukkale University, Denizli, Turkey.*

32. Nair, F., Hamamcı, M., 2020. Effect of in-situ synthesized boride phases on the impact behavior of iron-based composites reinforced by B_4C particles. **Metals, 10**(5): 554-576.

33. Nowacki, J., Klimek, L., 1992. Structure and properties of Fe-Fe_2B cermets. **Journal of materials science, 27**: 3651-3656.

34. Korol'Kov, V. V., Kibak, B., 1997. Sintering mechanism of iron powder with microadditions of boron. **Powder metallurgy and metal ceramics, 36**(9-10): 470-473.

35. Ozdemir, O., Usta, M., Bindal, C., Ucisik, A. H., 2006. Hard iron boride (Fe_2B) on 99.97 wt% pure iron. **Vacuum, 80**(11-12): 1391-1395.

36. Nowacki, J., Klimek, L., 1993. The mechanism of reaction sintering of iron-iron boride cermets. **Journal of materials science, 28**: 3939-3944.

37. 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**, 6923-6928.

38. Martini, C. A. R. L. A., Palombarini, G. I. U. S. E. P. P. E., Carbucicchio, M., 2004. Mechanism of thermochemical growth of iron borides on iron**. Journal of Materials Science, 39**, 933-937.

39. 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.

40. Günen, A., Çarboğa, C., 2013. Borlama işleminde kullanılan bor tozu tane boyutunun kaplama tabakası üzerine etkisi. **Nevşehir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2**(1):12-19.

41. Karaoglanli, A. C., Ogawa, K., Turk, A., Ozdemir, I., 2013. Thermal shock and cycling behavior of thermal barrier coatings (TBCs) used in gas turbines. Progress in gas turbine performance, 237-260.

42. Yang, X. H., Tan, S. C., He, Z. Z., Zhou, Y. X., Liu, J., 2017. Evaluation and optimization of low melting point metal PCM heat sink against ultra-high thermal shock. **Applied Thermal Engineering, 119**: 34-41.

43. Hamidouche, M., Bouaouadja, N., Olagnon, C., Fantozzi, G., 2003. Thermal shock behaviour of mullite ceramic. **Ceramics International, 29**(6): 599-609.

44. Chen, N., Zhang, H., Gu, M., Jin, Y., 2009. Effect of thermal cycling on the expansion behavior of Al/SiCp composite. **Journal of materials processing technology, 209**(3): 1471-1476.

45. Schneider, G. A., Petzow, G., 2013. Thermal shock and thermal fatigue behavior of advanced ceramics (Vol. 241). Springer Science Business Media, Hollanda, 587pp.

46. 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.

47. Pelletier, S., Gélinas, C., Lefebvre, L. P., 1998. Effect of thermal cycling on properties of soft magnetic iron-resin composites. Metal Powder Industries Federation, Advances in Powder Metallurgy Particulate Materials 2 (8): 1-15.

48. Kawasaki, A., Watanabe, R. J. E. F. M., 2002. Thermal fracture behavior of metal/ceramic functionally graded materials. **Engineering Fracture Mechanics, 69**(14-16): 1713-1728.

49. Zhang, Q., Wu, G., Jiang, L., Chen, G., 2003. Thermal expansion and dimensional stability of Al–Si matrix composite reinforced with high content SiC. **Materials Chemistry and Physics, 82**(3): 780-785.

50. Çoban, O., Bora, M. Ö., Sınmazçelik, T., Cürgül, İ., 2007. Termal çevrimlere maruz bırakılmış polimer kompozitlerin düşük enerjili tekrarlı darbeler altındaki davranışlarının incelenmesi. pp. 369-379. *In Prooceedings of 8th International Fracture Conference, November 7 – 9, 2007, Istanbul, Turkey.*

51. Zhang, L. M., Hirai, T., Kumakawa, A., Yuan, R. Z., 1997. Cyclic thermal shock resistance of TiC/Ni3Al FGMs. **Composites Part B: Engineering, 28**(1-2): 21-27.

52. Wu, H., Tan, M., Zhu, W., Ma, Z. S., 2019. The Interaction between Erosion Particle and Gas Stream in High Temperature Gas Burner Rig for Thermal Barrier Coatings. **High Temperature Materials and Processes, 38**(2019): 125-134.

53. Karaali, E. İ., 2008. TBK Kaplamaların Termal Şok Özelliklerinin Incelenmesi. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya, 123s.

54. Bolcavage, A., Feuerstein, A., Foster, J., Moore, P., 2004. Thermal shock testing of thermal barrier coating/bondcoat systems. **Journal of Materials Engineering and Performance, 13**: 389-397.

55. Traeger, F., Vaßen, R., Rauwald, K. H., Stöver, D., 2003. Thermal cycling setup for testing thermal barrier coatings. **Advanced Engineering Materials, 5**(6): 429-432.

56. Spitsberg, I. T., Mumm, D. R., Evans, A. G., 2005. On the failure mechanisms of thermal barrier coatings with diffusion aluminide bond coatings. **Materials Science and Engineering: A, 394**(1-2): 176-191.

57. Tolpygo, V. K., Clarke, D. R., 2003. Morphological evolution of thermal barrier coatings induced by cyclic oxidation. **Surface and Coatings Technology, 163:** 81-86.

58. Ruud, J. A., Bartz, A., Borom, M. P., Johnson, C. A. 2001. Strength Degradation and Failure Mechanisms of Electron-Beam Physical-Vapor-Deposited Thermal Barrier Coatings. **Journal of the American Ceramic Society**, **84**(7): 1545-1552.

59. Helminiak, M. A., 2010. Factors Affecting The Lifetime Of Thick Air Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings. University of Pittsburgh, Yüksek Lisans Tezi, 125pp.

60. 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, 164,** 202-211.

61. Saeedi, B., Sabour, A., Khoddami, A. M., 2009. Study of microstructure and thermal shock behavior of two types of thermal barrier coatings. **Materials and corrosion, 60**(9): 695-703.

62. Vural, E., 2015. Piston Malzemesi ($AlSi_{12}CuNi$) Yüzeyine Uygulanmış Oksit Kaplamaların Termal Şok Testlerinin İncelenmesi. **Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 4**(1): 83-92.

63. Kim, J. H., Kim, M. C., Park, C. G., 2003. Evaluation of functionally graded thermal barrier coatings fabricated by detonation gun spray technique. **Surface and Coatings Technology, 168**(2-3): 275-280.

64. Wang, Y., Guo, H., Gong, S., 2009. Thermal shock resistance and mechanical properties of $La_2Ce_2O_7$ thermal barrier coatings with segmented structure. **Ceramics International, 35**(7): 2639-2644.

65. 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.

66. Fu, Q., Wang, L., Tian, X., Shen, Q., 2019. Effects of thermal shock on the microstructures, mechanical and thermophysical properties of SiCnws-C/C composites. **Composites Part B: Engineering, 164**: 620-628.

67. Mebrahitom Asmelash, G., Mamat, O., Ahmad, F., Prasada Rao, A. K., 2015. Thermal shock and fatigue behavior of pressureless sintered Al_2O_3–SiO_2–ZrO_2 composites. **Journal of Advanced Ceramics, 4:** 190-198.

68. Malou, Z., Hamidouche, M., Bouaouadja, N., Chevalier, J., Fantozzi, G., 2013. Thermal shock resistance of a soda lime glass. **Ceramics–Silikáty, 57**(1): 39-44.

69. 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.

70. Tuncel, S. Tahribatsiz muayene teknolojilerinde son gelişmeler: akustik emisyon latest developments in the field of ndt technologies: acoustic emission, *3rd International Non-Destructive Testing Symposium and Exhibition, April, 2008, Istanbul.*

71. ASTM E1316, 2023. Standard Terminology for Nondestructive Examinations. West Conshohocken, ASTM International, pp: 41.

72. Gholizadeh, S., Leman, Z., Baharudin, B. T. H. T., 2015. A review of the application of acoustic emission technique in engineering. **Struct. Eng. Mech, 54**(6): 1075-1095.

73. Tensi, H. M., 2004. The Kaiser-effect and its scientific background. Journal of Acoustic Emission, 22: 1-16.

74. Chai, M., Zhang, J., Zhang, Z., Duan, Q., Cheng, G. (2017). Acoustic emission studies for characterization of fatigue crack growth in 316LN stainless steel and welds. **Applied acoustics, 126**, 101-113.

75. Ergül, R., 2006. Psikoakustik ve film sesinde algısallık. **Selçuk İletişim, 4**(3): 138-145.

76. Mouzakis, D. E., Dimogianopoulos, D. G., 2019. Acoustic emission detection of damage induced by simulated environmental conditioning in carbon fiber reinforced composites. **Engineering Fracture Mechanics, 210**: 422-428.

77. Saeedifar, M., Zarouchas, D., 2020. Damage characterization of laminated composites using acoustic emission: A review. **Composites Part B: Engineering, 195:** 108039-108045.

78. De Smedt, M., Andreev, K., Shetty, N., Verstrynge, E., 2019. Effectiveness of acoustic emission parameters to monitor the crack formation in refractories–Case study on castables of different brittleness. **Journal of the European Ceramic Society, 39**(16): 5423-5432.

79. Akustik Emisyon Kontrolleri. (Web sayfası: **http://www.teknikmuayene.com.tr/akustik-emisyon-kontrolleri),** (Erişim Tarihi: Kasım 2023).

80. Arun, A., Rameshkumar, K., Unnikrishnan, D., Sumesh, A., 2018. Tool condition monitoring of cylindrical grinding process using acoustic emission sensor. **Materials today: proceedings, 5**(5): 11888-11899.

81. Yalçin, G., Sağlam, H., 2007. Akustik emisyon sinyalleri kullanarak tornalamada takım kırılmasının eş-zamanlı olarak algılanması. **Politeknik Dergisi, 10**(2): 155-162.

82. Venturini Autieri, M. R., 2007. Acoustic emission characterisation of damage in CFRP composites (Doctoral dissertation, University of Southampton).

83. Začal, J., Dostál, P., Šustr, M., Dobrocký, D., 2016. Monitoring of Changes Signal Acoustic Emission Signals Using Waveguides. **Acta Universitatis Agriculturaeet Silviculturae Mendelianae Brunensis, 65**(4): 1317-1322.

84. Hu, Y., Zhang, G., Yan, Y., 2021. Experimental investigations into the propagation of acoustic emission signals from particle impacts along a waveguide. **Sensors and Actuators A: Physical, 323**: 112651-112664.

85. Černý, M., Mazal, P., Filípek, J., 2008. Vliv délky a tvaru vlnovodů na snímání akustického signálu. **Acta Universitatis Agricultuarae et Silviculturae Mendelianae Brunensis, 56**(1): 43-53.

86. Guo, J. Y., Wang, J. Y., Bian, C., 2021. Cyclic tensile behavior of high strain hardening UHPC analyzed by acoustic emission techniques**. Construction and Building Materials, 267:** 121797-121802.

87. Tian, Y., Yu, R., Zhang, Y., 2020. Application of felicity effect in crack stress identification and quantitative damage assessment of limestone. **Rock Mechanics and Rock Engineering, 53:** 2907-2913.

88. Grosse, C. U., Ohtsu, M., Aggelis, D. G., Shiotani, T., 2021. Acoustic emission testing: Basics for research–applications in engineering. Springer Nature, 752pp.

89. Unnþórsson, R., 2013. Hit detection and determination in AE bursts. Acoustic emission-research and applications, 1-20.

90. Huang, C., Ju, S., He, M., Zheng, Q., He, Y., Xiao, J., Jiang, D., 2018. Identification of failure modes of composite thin-ply laminates containing circular hole under tension by acoustic emission signals. **Composite Structures, 206**: 70-79.

91. Zhu, W., Zhang, C. X., Yang, L., Zhou, Y. C., Liu, Z. Y., 2020. Real-time detection of damage evolution and fracture of EB-PVD thermal barrier coatings under thermal shock: An acoustic emission combined with digital image correlation method. **Surface and Coatings Technology, 399**: 126151-126166.

92. Yang, L., Kang, H. S., Zhou, Y. C., Zhu, W., Cai, C. Y., Lu, C., 2015. Frequency as a key parameter in discriminating the failure types of thermal barrier coatings: Cluster analysis of acoustic emission signals. **Surface and Coatings Technology, 264**: 97-104.

93. Lee, J. K., Park, Y. C., Lee, S. L., 2005. A study on the fracture mechanism of smart composite under thermal shock cycles using AE technique. **In Materials Science Forum, 475**:1113-1116.

94. Wang, C., Bao, Z., Zhang, P., Ming, W., Chen, M., 2019. Tool wear evaluation under minimum quantity lubrication by clustering energy of acoustic emission burst signals. **Measurement, 138**: 256-265.

95. Başaltın, M., Yaman, K., 2016. Tornalamada takım yanak aşınmasının akustik emisyon (AE) yöntemiyle analizi. pp. 2138-2138. *In 1st international Mediterranean Science and Engineering Congress, October 26-28, 2016, Adana, Turkey.*

96. Maillet, E., Godin, N., R'Mili, M., Reynaud, P., Lamon, J., Fantozzi, G., 2012. Analysis of Acoustic Emission energy release during static fatigue tests at intermediate temperatures on Ceramic Matrix Composites: Towards rupture time prediction. **Composites Science and Technology, 72**(9): 1001-1007.

97. Arun, J., Raj, T. A., Roy, K. R., Suresh, S., 2022. Fatigue life, distortion behavior of AA 8011-nano B4C composite using simulated acoustic emission technique–An experimental and statistical appraisal**. International Journal of Fatigue, 164,** 107168-107179.

98. Lee, J. K., Lee, J. H., Lee, S. L., 2004. Nondestructive evaluation of damage behavior of ceramic under thermal shock cycle. **Key Engineering Materials, 270:** 497-502.

99. Isaka, B. L. A., Gamage, R. P., Rathnaweera, T. D., Perera, M. S. A., Chandrasekharam, D., Kumari, W. G. P. 2018. An influence of thermally-induced micro-cracking under cooling treatments: mechanical characteristics of Australian granite**. Energies, 11**(6), 1338.

100. Khazaeian, M., Nakhodchi, S. 2019. The evolution of fracture process zones in as-received and oxidized air plasma sprayed TBCs. **Surface and Coatings Technology, 377,** 124885.

101. Li, Q., Li, X., Yin, T. 2021. Effect of microwave heating on fracture behavior of granite: An experimental investigation. **Engineering Fracture Mechanics, 250**, 107758.

102. Xu, X., Li, Y., Dai, Y., Zhu, T., Pan, L., Szczerba, J. 2021. Influence of graphite content on fracture behavior of MgO–C refractories based on wedge splitting test with digital image correlation method and acoustic emission. **Ceramics International, 47**(9), 12742-12752.

103. Yuan, H., Sun, Q., Geng, J., Ge, Z., Yuan, S. 2022. Acoustic emission characteristics of high-temperature granite through different cooling paths. **Geomechanics and Geophysics for Geo-Energy and Geo-Resources, 8**(3), 97.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı-Soyadı : Ahmet Hüsamettin MUTLU

Uyruğu : T.C

EĞİTİM

Lisans : Aksaray Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 2013

Lise : Fatma Kemal Timuçin Anadolu Lisesi , 2008

İŞ DENEYİMLERİ

2023-Halen	Aksaray Üniversitesi	Araştırma Görevlisi
2019-2021	Erciyes Üniversitesi	TÜBİTAK Proje Bursiyeri
2016-2018	Hasçelik Kablo San. Tic. A.Ş	Bakım-Onarım ve Arge Müh.
2014-2015	TSK	Tank Takım Komutanlığı

YABANCI DİL

İngilizce

YAYINLAR

Mutlu, A. H., Nair, F., (2023). Applications of Acoustıc Emission Technique in The Mechanical Characterization of Materials. 8th INTERNATIONAL ASIAN CONGRESS ON CONTEMPORARY SCIENCES (pp.33-34). Aksaray, Turkey.