

MİKRODALGA İLE SİNTERLENMİŞ Fe-26Al, Fe-30Al, Fe-26Al-14Ti ve Fe-30Al-14Ti TOZ KARIŞIMLARININ Cu ARATABAKALI DİFÜZYON KAYNAĞI İLE BİRLEŞTİRİLMESİ

Mehmet Çakmakkaya¹, Şükrü Talaş² *

¹Otomotiv Müh., Teknoloji Fakültesi, A. Kocatepe Üniversitesi, Afyonkarahisar,

²Metalürji ve Malzeme Müh., Teknoloji Fakültesi, A. Kocatepe Üniversitesi, Afyonkarahisar,
cakmakkaya@aku.edu.tr, stalas@aku.edu.tr

(Geliş/Received: 15.02.2011; Kabul/Accepted: 05.10.2011)

ÖZET

Bu çalışmada, mikrodalga sinterleme yöntemi ile 550 °C de 1 saat süreyle sinterlenmiş Fe-26Al, Fe-30Al, Fe-26Al-14Ti ve Fe-30Al-14Ti toz karışımlarının, elektrolitik bakır aratabaka kullanılarak difüzyon kaynağı yöntemiyle birleştirilebilirliği araştırılmıştır. Sinterleme sonrası Fe-30Al ve Fe-30Al-14Ti karışımlarında B2(FeAl) düzen kristal yapısının oluştuğu ancak Fe ve Al alaşımlarında ortaya çıkan diğer bir düzen kristal yapısı olan D0₃(Fe₃Al) kristal yapısının oluşmadığı gözlemlenmiştir. Difüzyon kaynağı, 550°C de 1 saat bekleme süresi ile gerçekleştirilmiş ve kaynak bölgesine uygulanan kesme dayanım testleri sonucunda, Cu aratabakalı difüzyon kaynağı ile birleştirilen numunelerin kesme mukavemetlerinin bileşimden bağımsız olduğu bulunmuştur. Ortalama kesme dayanım değerleri 23 MPa olarak ölçülmüştür. Karışımı oluşturan Fe, Al ve Ti tozlarının kendi arasında ve bu tozların temas halinde olduğu Cu aratabaka ile yaygın reaksiyonuna girdiği, SEM çalışması sonucunda görülmüştür. Bu bölgelerde element dağılım analizi yapılarak kimyasal reaksiyonlar ve difüzyon kinetiği hakkında bilgi elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Toz metalurjisi, Mikrodalga sinterleme, Difüzyon kaynağı, Mekanik özellikler.

JOINING OF MICROWAVE SINTERED Fe-26Al, Fe-30Al, Fe-26Al-14Ti AND Fe-30Al-14Ti POWDER MIXTURES BY DIFFUSION BONDING USING Cu INTERLAYER

ABSTRACT

In this study, the joinability by diffusion bonding of Fe26Al, Fe26Al14Ti, Fe30Al and Fe30Al14Ti elemental powder mixtures microwave sintered at 550°C for 1 hr have been investigated by using electrolytic Cu interlayer. Following the sintering, the ordered B2(FeAl) phase was observed in the specimens Fe30Al and Fe30Al14Ti, however, another type of ordered phase of D0₃(Fe₃Al) which is found in Fe-Al alloys was not detected in any of the powder mixtures examined in this study. Diffusion bonding was carried out at 550°C for 1 hr and it was shown that, based on the results from shear testing applied on the weld zone of diffusion bonded specimens, shear stresses of the specimens diffusion bonded by using Cu interlayer are independent of composition. The average shear stress was measured to be 23 MPa. Scanning electron microscopy (SEM) studies revealed that a diffusion zone was observed within elemental powders of Fe, Al and Ti that form the mixtures and in Cu interlayer that is in contact with these elements. Elemental distribution analysis on these zones was also made in order to predict the chemical reactions and their kinetics in the diffusion bonded area.

Key Words: Powder metallurgy, Microwave sintering, Diffusion bonding, Mechanical properties.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Difüzyon kaynağı, uygun atmosfer ortamında birbirleriyle temasta olan yüzeyler arasında minimum

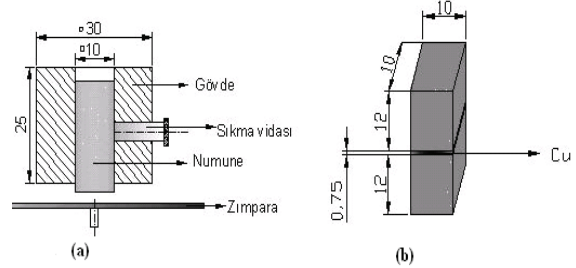
makroskobik deformasyon ile belirli bir süre, ısı ve basınç uygulayarak kontrollü difüzyon ile oluşturulan bir katı hal kaynağıdır [1-3]. Difüzyon kaynağı aynı veya farklı malzeme çiftlerinin birleştirilmesinde

kullanılır. Aynı malzemelerin difüzyon kaynağında, esas malzemenin dayanım değerlerine yaklaşık olarak ulaşmak mümkündür [4]. Birbirleriyle kırılğan metaller arası faz oluşturan malzemeler, ergime sıcaklıkları ve elastiklik sınırları çok farklı malzemeler, metal ve metal olmayan malzemeler de bu yöntemle birleştirilebilir [5]. Difüzyon kaynağının temel parametreleri sıcaklık, basınç ve süredir. Bununla beraber birleştirilecek parçaların yüzey şartları, kaynak atmosferi ve soğuma hızı kaynak kalitesine etki eden önemli parametrelerdir. Yüksek sıcaklık, yüzeyde meydana gelen oksidasyonu, deformasyon miktarını, allotropik dönüşümü, tane boyutunu, yeniden kristalleşmeyi ve dolayısıyla kaynak işlem süresini doğrudan etkilediğinden difüzyon kaynağı için en önemli parametredir [6, 7]. Farklı metal ve alaşımlarının difüzyon kaynağı ile birleştirilmesinde çoğunlukla ara tabaka kullanımı tercih edilir. Kullanılan ara tabaklar kaynak ara yüzündeki heterojenliği plastik deformasyonla minimuma indirerek yüzeylerin yaklaşmasına katkı sağlar ve difüzyonu kolaylaştırır. Ayrıca, kaynaklanmakta olan malzemelerin ısı genleşme farklılığını dengelemesi dışında en önemli pratik uygulama örneği ise, istenmeyen sert intermetalik faz oluşumuna engel olması ve kullanılan aratabaka malzemenin özelliğine göre difüzyon kaynak sıcaklığını düşürmesidir [8]. Birleştirme yöntemlerinin toz metalurjisi ürünlerine uygulanmasını zorlaştıran en büyük etmen bu ürünlerin sahip oldukları gözeneklerdir. Toz metalurjisi parçaların mekanik özelliklerinin sahip oldukları gözeneklerin karakteristiğine bağlı olduğu düşünülürse, ara yüzdeki gözenek miktarının azalması yorulma dayanımının yanı sıra diğer bütün mekanik özellikler de iyileşmektedir [9–11]. Kullanım alanı gittikçe artan toz metalurjisi ile üretilen parçaların birleştirilmesi için değişik yöntemler uygulanmış ve bu konudaki uygulamalar referans [12–16] da verilmiştir. Yüksek enerjili kaynak yöntemleri dışında konvensiyonel olmayan yöntemlerinde kullanılmasına karşın, yapısal olarak varolan gözeneklerin dezavantajını azaltan aratabakalı veya sıvı fazla yapılan difüzyon kaynağı T/M ürünlerinin birleştirilmesinde bilinen en iyi seçenektir. Bu çalışmada, Fe-Al ve Fe-Al-Ti toz karışımları mikrodalga sinterleme işleminden sonra difüzyon kaynağı ile Cu aratabaka kullanılarak birleştirilmiş ve bağlantının mikroyapı ve arayüzey kesme dayanımı özellikleri araştırılmıştır ve bu çalışma mikrodalga ile sinterlenen T/M ürünlerinin difüzyon kaynağı konusunda bir boşluğu dolduracaktır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL PROCEDURES)

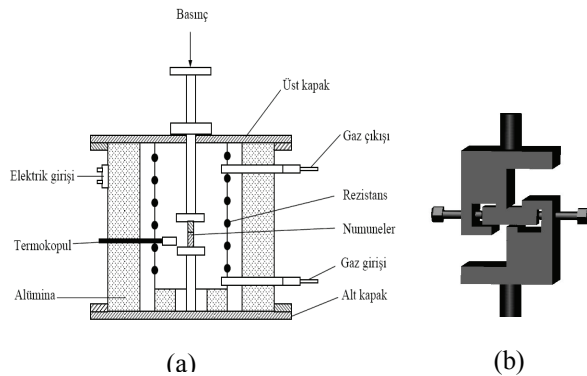
Bu çalışmada, alüminyum (Al) 75 µm, titanyum (Ti) ve demir (Fe) tozları yaklaşık 45 µm boyutlarında ve % 99 saflıkta ALFA AESAR marka tozlar kullanılmıştır. Toz boyutlarının farklı olması belirleyici bir faktör olacağı düşünüldüğünden ayrı boyutlarda tozlar seçilmiştir. Bu şekilde tozlar arasında maksimum temas yüzeyinin sağlanması ve parçacıklar arası difüzyonun daha etkin olması hedeflenmiştir. Bütün % değerleri atomik olarak verilmiştir. Bu deneysel çalışmada Fe+% 26Al ve

Fe+% 30Al toz karışımları yanında, % 14Ti içeren Fe+% 26Al +% 14Ti ve Fe+% 30Al +% 14Ti numuneleri, Ti'un sinterleme özelliklerine, difüzyon reaksiyonu sırasında ortaya çıkan ürün türüne ve kesme dayanım değerlerine etkisi araştırılmıştır. Bu oranlarda karışımı yapılan metalik tozlar 450 MPa presleme basıncı kullanılarak oda sıcaklığında ham yoğunluk sağlanmıştır. Numuneler mikrodalga fırında (PHOENIX) 550 °C'de 1 saat sinterlenmiştir.

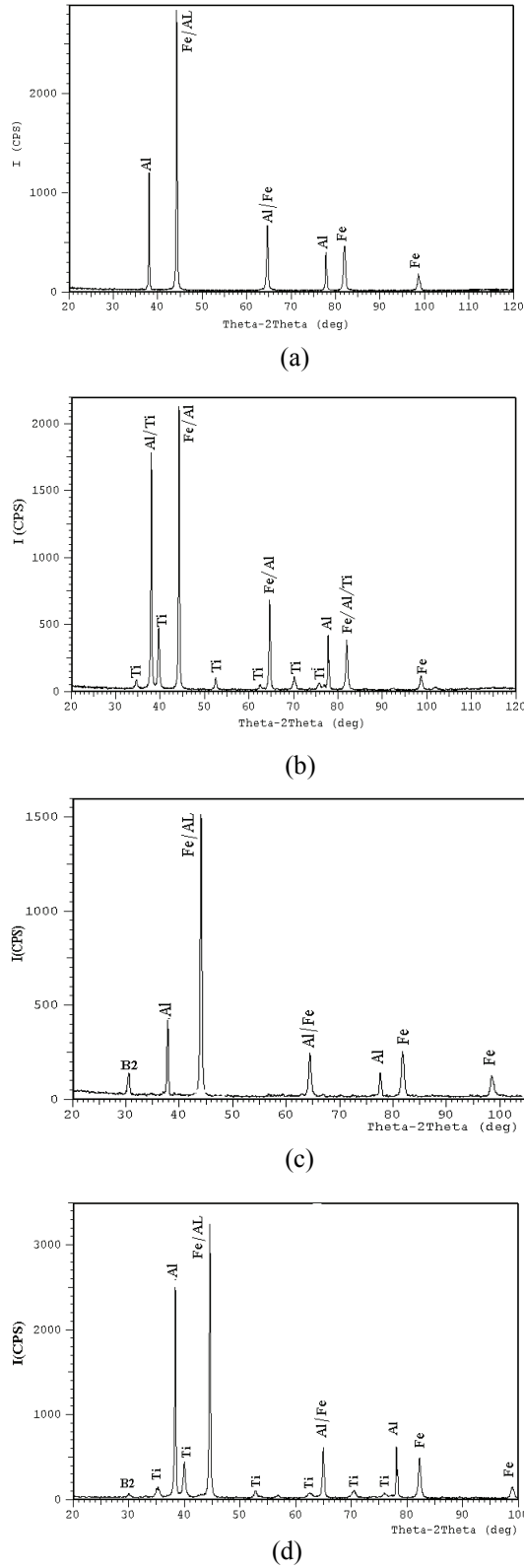


Şekil 1. a) Difüzyon kaynağı için numune yüzeylerinin hazırlanması b) sinterlenmiş numunelerin ölçüleri ve kaynak için yerleştirme planı (Ölçüler mm olarak verilmiştir) (Figure 1. a) The preparation of specimen surfaces for diffusion bonding b) dimensions of sintered specimens and positional layout for bonding (all measurements are given in mm)

Difüzyon kaynağında kullanılan parametreler; kaynak basıncı, kaynak sıcaklığı, süresi ve vakum ortamıdır. Difüzyon kaynağını etkileyen bu parametreler ön deneysel çalışmalar sonucunda belirlenmiştir [17]. Difüzyon kaynağı yapılacak difüzyon çiftlerinin yüzeyleri, metalografik zımparalama ve parlatma işlemleri için Şekil 1(a)'da görülen aparat kullanılarak hazırladıktan sonra, kalınlığı yaklaşık olarak 75 µm'ye haddelenerek indirilen Cu folyo Şekil 1(b)'de görüldüğü gibi iki numune arasına yerleştirilmiştir. Şekil 2(a)'da görülen difüzyon kaynak ünitesi kullanılarak 550°C de 1 saat kaynak süresi, 10 MPa kaynak basıncı, 5.10^{-2} Bar vakum ve 30 °C/min ısıtma ve doğal soğuma hızında difüzyon kaynağı gerçekleştirilmiştir. Kaynaklanmış numunelerin kesme mukavemeti, Şekil 2(b) deki aparat kullanılarak ölçülmüştür.



Şekil 2. a) Difüzyon kaynak ünitesi, b) numunelerin kesme mukavemetinin ölçülmesinde kullanılan kesme aparatı (Figure 2. a) Diffusion bonding unit, b) shear apparatus used in testing of shear strength of the specimens)



Şekil 3. 550 °C’de MW sinterlenmiş toz karışımlarının XRD sonuçları a) Fe-26Al, b) Fe-26Al-14Ti, c) Fe-30Al, d) Fe-30Al-14Ti (Figure 3. The XRD results from 550 °C Microwave sintered powder mixtures a) Fe-26Al, b) Fe-26Al-14Ti, c) Fe-30Al, d) Fe-30Al-14Ti)

Kesme dayanım testleri Shimadzu-AG/IS 100kN üniversal test cihazı ile ilerleme hızı 0,5mm/dk seçilerek gerçekleştirilmiştir. XRD analizi sinterleme

sonrası numune içerisindeki elementlerin, oluşan alaşım ve intermetalik türlerini ortaya çıkarmak için yapılmıştır ve analiz için Shimadzu XRD-6000 (Cu hedef) kullanılmış ve standard ICCD kartları kullanılarak analiz yapılmıştır. Standard metalografik teknikler (kesme, parlatma ve dağlama) kaynak sonrası arayüzey mikroyapısını ortaya çıkarmak amacıyla uygulanmıştır. Metalografik olarak hazırlanan numuneler RÖNTEC EDX dedektörü ile donatılmış LEO 1430VP Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak, kaynak bölgesinden alınan çizgi analizi ile Cu aratabakanın difüzyon kaynağı sonucu ana malzeme ile yapmış olduğu ve sinterleme sonucu elementlerin girmiş olduğu reaksiyonlar tespit edilmeye çalışılmıştır.

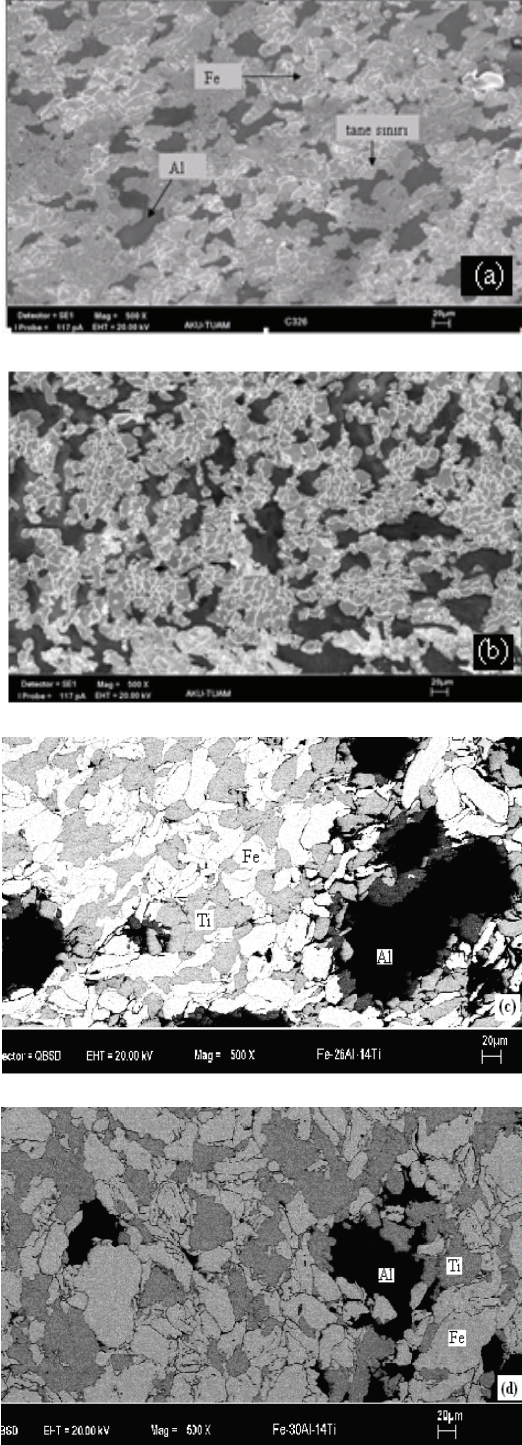
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

3.1. XRD Analizleri ve Mikroyapı Karakterizasyonu (XRD Analysis and Characterization of Microstructure)

Ham mukavemeti sağlanmış numuneler mikrodalga fırın içerisinde 550°C’de ve Ar atmosferinde sinterlenmiştir. Mikrodalga sinterlemenin ardından yapılan XRD analizlerinin sonuçları Şekil 3’ te verilmiştir.

Şekil 3 a ve b de verilen XRD analizleri, numunelerdeki metal tozlarının, sinterlenmiş olmalarına rağmen, difüzyon reaksiyonuna girmediğini, herhangi bir faz değişimi, alaşım oluşumu veya intermetalik bileşik yapmadığına işaret etmektedir. Ancak, sinterleme süresinin difüzyon reaksiyon ürünlerinin oluşumu için yetersiz olmasının dışında, oluşması muhtemel intermetalik bileşiklerinin, alaşım miktarının veya faz değişimlerinin çok az veya miktar olarak küçük olması, XRD analizlerinde ortaya çıkmasını engelleyebilmektedir. Şekil 3c ve 3d de ise artan Al miktarı ile beraber %50at. Al içeren sitoykiyometrik FeAl(B2) kristal yapısına sahip intermetalik faz’a ait Bragg pik’i, XRD spektrogramında yaklaşık 2θ=30° de ortaya çıkmıştır. Buna karşın daha düşük Al içeriğine sahip olan diğer bir sitoykiyometrik Fe₃Al (D₀₃) intermetalik fazı ise XRD analiz sonuçlarında bulunamamıştır. Toz-toz kombinasyonları dikkate alındığında bu durum açıklanabilmektedir. Al-Fe toz kombinasyonunda toz-toz arayüzeyinde Fe/Al teması sağlandığından FeAl(B2) intermetalik bileşiğinin ortaya çıkması artan Al miktarı ile beraber artan Fe/Al temas yüzey sayısı nedeniyle daha kolay olmakta ve ara yüzey etkileşimi bu difüzyon reaksiyonunu birebir atom etkileşimi söz konusu olduğu için desteklemektedir. Toz-toz kombinasyonlarına Ti tozları ilavesi ile Fe/Al arayüzey sayısı azalacağından FeAl(B2) faz oranının düşmesi beklenmelidir ve gerçekte Şekil 3 d de görüldüğü gibi B2 pik alanları dikkate alındığında Ti ilavesinin B2 faz miktarını azalttığı görülmektedir. Ti’un Fe₃Al(D₀₃) tabanlı demir alüminatların (<%33Al) D₀₃ alanını genişlettiği bildirilmiş [18], Talaş ve arkadaşları Fe₂₆Al esaslı demir alüminatlara Ti ilavesinin, Fe₃Al(D₀₃) kristal yapısına ait Bragg piklerinin

alanını artırdığını ve FeAl(B2) yapısına ise ters etki ettiğini göstermiştir [19]. Bu çalışmada ise, Fe-Al tozlarının Ti ilavesiyle temas yüzeyinin azalması yanında, Ti'un Fe₃Al(DO₃) yapısını desteklemesi de B2 pik alanının azalmasına sebep olmuştur.



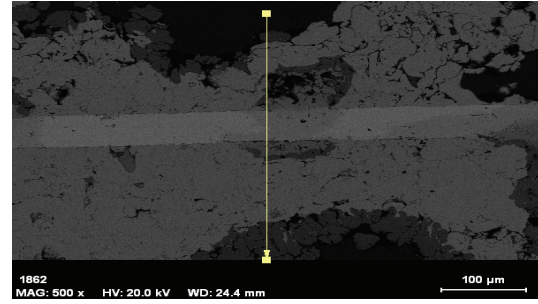
Şekil 4. 550 °C'de 1 saat mikrodalga sinterlenmiş numunelere ait SEM mikroyapıları a) Fe-26Al, b) Fe-30Al, c) Fe-26Al-14Ti, d) Fe-30Al-14Ti (Figure 4. SEM microstructures from specimens microwave sintered at 550 °C for 1hr a) Fe-26Al, b) Fe-30Al, c) Fe-26Al-14Ti, d) Fe-30Al-14Ti)

Şekil 4'te ise, Şekil 3'te verilen XRD analiz sonuçlarının elde edildiği sinterlenmiş numunelere ait, elementlerin atom numarasına duyarlı dedektörle (BSE) çekilmiş, SEM resimleri verilmiştir. Beyaz ve açık gri renkli olan bölgeler demir tozlarını, gri bölgeler ise Ti tozlarını göstermektedir. Siyah bölgelerde ise Al tozları bulunmaktadır. Sinterlenmiş haldeki yapılarda, element dağılımının oldukça homojen olduğu ancak toz boyut dağılımının değiştiği görülmektedir. Ti ilavesi, Al/Fe temas yüzeyi miktarını azaltmaktadır ve ortaya çıkan difüzyon reaksiyon bölgesindeki Fe-Al bileşiklerinin türünü ve miktarını Şekil 3 a-d'de gösterildiği ve yukarıda da tartışıldığı gibi, etkilemektedir. Şekil 4'te verilen SEM resimlerinden de anlaşılacağı gibi toz-toz kombinasyonları XRD analizlerindeki değişimleri de yansıtmaktadır. Bu kombinasyonlar dikkate alındığında iki tür reaksiyon beklenmelidir: toz-toz (Fe, Al ve Ti tozları arasında) ve toz-Cu aratabaka.

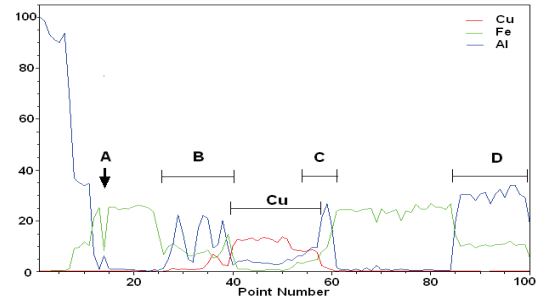
3.2 Toz-Toz ve Toz-Cu Aratabaka Etkileşimleri (Elemental Powder and Elemental Powder-Cu Interlayer Reactions)

Şekil 4'te verilen SEM resimlerine dayanarak yapılan analizler kalitatif olmakta ve varsayımlar üzerine yapılmaktadır. Bu yüzden, difüzyon kaynak bölgesinde ortaya çıkan yayımın reaksiyonlarının türü için, Fe, Al, Ti ve Cu-X(Ti, Fe, Al) etkileşimlerini gösteren ilgili faz diyagramları göz önüne alınarak değerlendirme yapılması gerekmektedir. Gerek Fe-Al ve gerekse Fe-Al-Ti arasındaki etkileşimler oldukça iyi araştırılmıştır [20–24]. Kaynak işleminden sonra bu bölgeyi karakterize etmek için kaynak bölgesinden alınan SEM fotoğrafları ve çizgi analizleri Şekil 5-8'de görülmektedir. Cu aratabaka bölgesinin her iki tarafında Fe-Al, Al-Cu veya Fe-Ti-Cu etkileşimlerini gösteren bölgeler mevcuttur. Katı halde, Cu ve Fe birbiri içerisinde hiç karışmayan iki fazlı bir yapı göstermektedir ve dolayısıyla denge halinde sadece Cu ve Fe içeren bileşiklerin, kaynak sırasında toz karışımlarında meydana gelen difüzyon reaksiyonlarında yer alması oldukça sınırlı olacaktır [25, 26]. Buna karşın Cu içerisinde yaklaşık %19 at. oranında Al ve Al içerisinde de yaklaşık olarak %3 at. oranında Cu çözebilmektedir; ancak daha yüksek Al oranlarında, faz diyagrama bakıldığında, dar çözünürlük aralığı ile ayrılmış intermetalik bölgeler mevcuttur [27, 28]. Bu durumda, Cu aratabaka ile Al arasındaki difüzyon reaksiyon hızı, katı hal çözünürlük sınırlarının aşılmasının ardından, intermetalik faz (düzen) oluşumu sırasında Fe atomlarının ve Al atomlarının B2 veya DO₃ kafes yapısındaki tercih ettikleri pozisyonlardan dolayı, aktivasyon entalpileri artacak ve dolayısıyla, difüzyonda yavaşlama gösterecektir. Difüzyon katsayısındaki değişimler faz dönüşümleri sırasında da meydana gelir. Örneğin, demir alüminatlarda DO₃-B2 faz dönüşümü Al oranına bağlı olarak 550-600 °C arasındadır, ayrıca B2-A2 dönüşümü ise 800-1000 °C arasında görülür [20]. Bu çalışmada uygulanan

sıcaklık dönüşüm sıcaklığının altında olduğundan dolayı bu etki dikkate alınmayacaktır. Ti ise, Al gibi, Cu içerisinde oldukça sınırlı bir çözünürlük göstermekte ve iki fazlı bölgeler arasında sınırlı çözünürlükten dolayı intermetalik faz oluşumu beklenmektedir. Temas halindeki arayüzeylerde atomsal oranların %50 olduğu dikkate alınırsa CuTi veya CuAl reaksiyonlarının oluşması da mümkündür ancak bu bileşiklerin miktarı ve sayıları Cu folyo ile etkileşimle beraber, Ti ve Al'un Cu içerisindeki yayılım katsayılarına ve aktivasyon enerjilerine bağlı olarak zamanla değişiklik gösterebilir. Özellikle ortalama difüzyon tabakasının kalınlığı oluşan intermetalik fazların türü dışında miktarını da etkilemektedir [29, 30]. Artan etkileşim (difüzyon) tabakası kalınlığı bir fazın termodinamik dengeye ulaşmasını engelleyerek daha farklı bileşiklerin aynı anda ortaya çıkmasına sebep olacaktır. Difüzyon kaynağında, aratabaka kalınlığının değişimi tane sınırı difüzyonu ve hacimsel difüzyon, reaksiyon hızının kontrolünü etkilemektedir bu yüzden Cu aratabakada oluşan herhangi bir alaşım veya intermetalik bölgedeki tane büyümesi veya tane irileşmesi, bu iki difüzyon mekanizması tarafından kontrol edilmektedir. Cu içerisinde elementlerin yayılım hızları ve tam tersi kıyaslama için ideal bir referans teşkil etmektedir. Örnek olarak, Oikawa ve Karashima'nın Cu ve Al ile yaptığı çalışmada Al'un Cu'a göre daha hızlı yayındığı ve artan Al oranı ile beraber hem Al ve hem de Cu'nun yayınma hızının arttığını belirtmektedir [31]. Yaklaşık olarak 1.8 kat daha fazla yayınma gösteren Al'un Cu/Al arayüzeyinde oluşacak bileşiğin Cu tarafında daha fazla oluşması beklenmelidir. [31–33]. Şekil 5-Şekil 8'de bu oluşum gözlemlenmiştir. Fe ve Al tozları arasında meydana gelen değişik oranlarda oluşan alaşımları Şekil 5a ve b (A, B ve D bölgeleri) ve Şekil 6a ve b'de (A, B ve C bölgeleri) açıkça görülmektedir ve Cu aratabakanın da her iki tarafında özellikle Fe ve Al'ca zengin difüzyon reaksiyon bölgeleri görülmektedir. A ve B bölgelerinde yaklaşık eşit oranlarda Fe ve Al'dan oluşan (FeAl) bir reaksiyon ürünü görülmektedir. Cu aratabakada yoğun bir Al ve Fe yayılımı Şekil 5a ve 5b'de görülmektedir. D bölgesi ise başka bir yayılım reaksiyon ürününe işaret etmektedir; Fe ve Al oranları dikkate alındığında Fe_3Al oluşumu düşünülmelidir. Fe_3Al , $FeAl_2$ gibi intermetalik bileşiklerin Fe-Al arayüzeyinde ortaya çıkması uzun süreli difüzyon kaynaklarında reaksiyonun dengeye ulaşması nedeniyle mümkün görünmemektedir. Ancak kısa süreli difüzyon reaksiyonunda ise yüksek demir yoğunluklu intermetalik oluşumu zor olmasına karşın, toz-toz kombinasyonu gibi geometrik nedenlerle FeAl bileşiğinin oluşumu daha kolay olmaktadır.

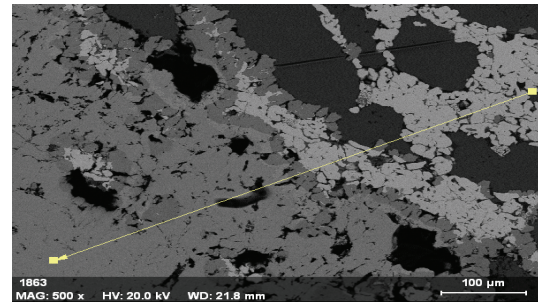


(a)

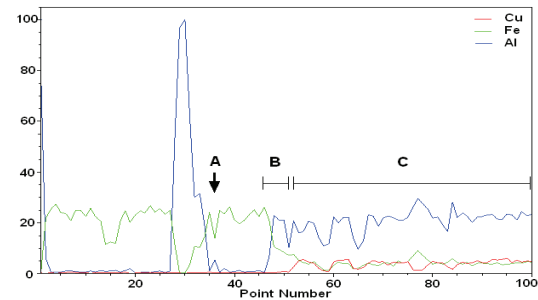


(b)

Şekil 5. a) Fe-26Al numunesine ait difüzyon arayüzeyi, b) difüzyon kaynak ara yüzeyinin çizgisel bileşim analizi. (Figure 5. Diffusion bonded zone of Fe-26Al specimen a) SEM image b) Line composition analysis from diffusion reaction zone)

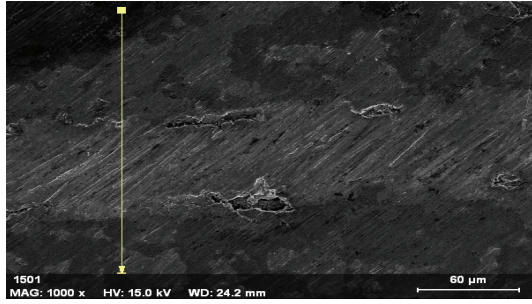


(a)

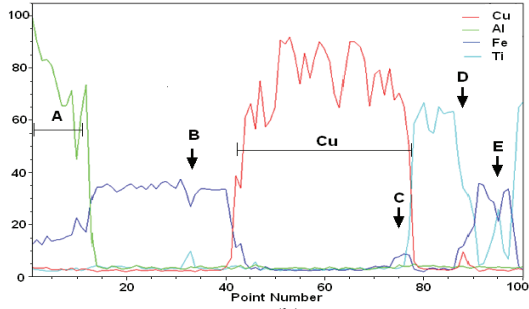


(b)

Şekil 6. a) Cu aratabaka kullanılarak birleştirilen Fe-30Al numunesine ait difüzyon arayüzeyi, b) difüzyon kaynak ara yüzeyinin çizgisel bileşim analizi. (Figure 6. Diffusion bonded zone of Fe30Al specimen a) SEM image b) Line composition analysis from diffusion reaction zone)

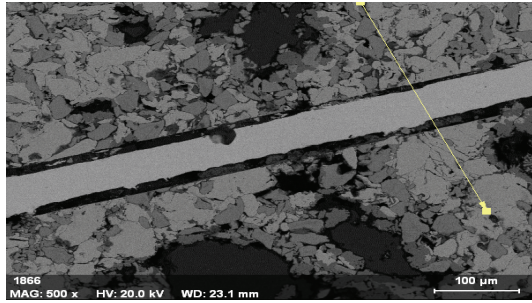


(a)

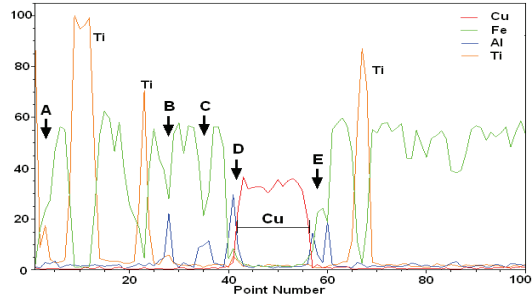


(b)

Şekil 7. a) Cu aratabaka kullanılarak birleştirilen Fe-26Al-14Ti numunesine ait difüzyon arayüzeyi, b) difüzyon kaynak arayüzeyinin çizgisel bileşim analizi. (Figure 7. Diffusion bonded zone of Fe-26Al-14Ti specimen a) SEM image b) Line composition analysis from diffusion reaction zone)



(a)



(b)

Şekil 8. a) Cu aratabaka kullanılarak birleştirilen Fe-30Al-14Ti numunesine ait difüzyon arayüzeyi, b) difüzyon kaynak ara yüzeyinin çizgisel bileşim analizi (Figure 8. Diffusion bonded zone of Fe-30Al-14Ti specimen a) SEM image b) Line composition analysis from diffusion reaction zone)

Şekil 6 a ve b’de ise toz-toz etkileşimi gösteren A ve B bölgeleri dışında, Cu’ca zengin C bölgesinin Cu aratabakanın bir parçasıdır ancak metalografik hazırlama sırasında kesit alanından daha geniş bir alandan alınması bu bölgeyi daha kalın göstermesine sebep olmuştur. C bölgesinde, Al’ca zengin AlCuFe alaşımı olduğu gözlemlenmiştir ve nadiren, Fe-Al etkileşim bölgeleri de seçilebilmektedir. Şekil 7 ve 8’de ise Ti ilaveli Fe-Al-Ti toz karışımlarına ait difüzyon kaynak bölgesinden alınan çizgisel bileşim analizleri verilmiştir. Şekil 7’deki A, B, D (Fe-Al) ve E (Fe-Ti) bölgeleri, reaksiyon bölgeleri olarak tarif edilebilir. Şekil 8’de ise A-C bölgeleri, daha çok Fe ve Ti alaşımı/bileşiği ile tanımlanmaktadır. Tane boyutlarının yüksek olmasının difüzyon bölge sayısının az olmasına sebep olduğu ve ayrıca Cu aratabaka etrafındaki (örneğin C bölgesi) difüzyon bölgesinin her iki numune Al’ca zengin olduğu görülmektedir. Bu difüzyon bölgelerindeki Ti katkısı oldukça sınırlı kalmıştır. Ancak, sinterlenmiş toz bölgesinde oluşan reaksiyonlar bakımından oldukça farklı sayıda reaksiyon türleri ortaya çıkmaktadır. Şekil 8 de verilen çizgi analizinden Cu aratabaka içerisinde yayınma uğramış olan bir bölgenin yayınma olmadığı ancak arayüzeylerde Fe-Al bileşiklerinin olduğu görülmektedir. D ve E ile belirtilen bölgede FeAl alaşımının her iki tarafında kademeli olarak olduğu görülmektedir. Ti ve Cu’nun yayınım katsayılarındaki değişimi de çizgi analizinde ortaya çıkan sonuçları kısmen açıklayabilmektedir. Var olan difüzyon teorileri bölgesel dengeyi dikkate alırlar, buna karşın, difüzyon çiftinde oluşması beklenen fazların kararsız olması termodinamik dengenin sağlanmasını geciktirir veya oluşmasını engeller. Bu durum, Cu aratabakadaki Al ve Ti gibi, difüzyon reaksiyonuna giren her bir elementin kısmi bileşimine daha duyarlı olmaktadır; her bir elementin ortaya çıkan fazlardaki yayınım katsayıları ve uygulama sıcaklığı termodinamik dengeye ulaşmasına engel veya sebep olacaktır. Fe, Al ve Ti’un Cu içerisindeki yayınım katsayıları değişik olduğu için tek bir yayınım bölgesi ancak çok fazlı bir etkileşim bölgesi bulunacaktır ve oluşan bileşiklerin sırası faz diyagramında verildiği gibi oluşacaktır. Farklı tür bileşik oluşumu için gerekli olan termodinamik bir itici kuvvet, çok fazlı yayınım bölgesindeki bileşim değişimi tarafından sağlanmaktadır. Bütün arayüzeylerde yapılan incelemelerde arayüzeyin morfolojik olarak düzensiz olması ve bileşim değerlerinin oldukça değişken olduğu ve heterojen bir yayınım gösterdiği anlaşılmaktadır. Homojen yayınım için uygulanan sürenin yetersiz olduğu düşünülmektedir. Heterojen yayınım, arayüzey karakterizasyonunu zorlaştırmakta ve bileşim veya alaşım tür sayısını artırmaktadır. Dolayısıyla, termodinamik olarak kararlı tek bir fazın oluşumu mümkün olamamaktadır. Toz-toz tane sınırlarının yeterince yakın temas etmemesi (tane sınırı karakteristiğinin tersine) ve şekillendirme sırasında uygulanan plastik deformasyon ve akabinde oluşan dislokasyon ağlarının oranı yayınım tabaka kalınlığını ve bileşik veya alaşım türünü de etkilemesi beklenmelidir.

4. MEKANİK ÖZELLİKLER (MECHANICAL PROPERTIES)

Farklı bileşimdeki birçok metal tozları örneğin çelikler, Cu, Al, Ni, Mo, Co, W, WC ve bunların alaşımları, Mikrodalga radyasyonu kullanılarak sinterlenebilmektedir. Mikrodalga sinterleme, konvansiyonel sinterlemeden farklı olarak, yüksek frekanslı elektromanyetik radyasyonun metalik malzeme içerisinde termal enerjiye çevrilmesiyle ortaya çıkan ısıyı sinterleme amacıyla kullanılır. Bu ısıtma şekli, bütün hacimde ani, hızlı, ve verimlidir. Bu yöntemle, elde gözeneksiz gerçek yoğunluğa yakın toz malzemeler oldukça hızlı bir şekilde ısıtılarak sahip oldukları formları bozulmadan üretilebilmektedir ve mekanik dayanımları konvansiyonel olarak üretilen numunelerden %60 daha fazla olabilmektedir [34–37]. Mikrosertlik ölçümlerinde iki standart uçtan biri olan 136° lik, tabanı kare olan piramit vickers ucu HMV-2L SHIMADZU marka mikrosertlik cihazı kullanılmıştır. Mikrosertlik ölçümlerinde FeAl malzeme çiftlerinde sinterleme öncesi mikrosertlik değeri 30 HV ve difüzyon kaynağından sonra kaynak arayüzeyine doğru sertlik değeri artarak devam etmekte ve 40 HV olarak ölçülmüştür. FeAlTi malzeme çiftlerinde sinterleme öncesi mikrosertlik değeri 58 HV ve difüzyon kaynağından sonra kaynak arayüzeyine doğru sertlik değeri artarak devam etmekte ve 120 HV olarak ölçülmüştür. Kaynaktan sonra Cu bakır difüzyonu sertlik artışını etkileyen bir faktör olabilir. Difüzyon kaynağı ile Cu aratabaka kullanılarak birleştirilmiş olan numunelerinin Iosepescu yöntemi kullanılarak ölçülen kesme mukavemetleri ve toz karışımlarının 1 saat sinterleme işleminden sonraki kesme mukavemetleri Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Fe-26/30Al ve Fe-26/30Al-14Ti numunelerin sinterleme ve difüzyon kaynak sıcaklığına bağlı kesme mukavemeti (Table 1. The shear strength of Fe-26/30Al and Fe-26/30Al-14Ti specimens with respect to sintering and diffusion bonding temperature)

Numune Adı	Sinterleme sıcaklığı °C	Difüzyon kaynak sıcaklığı °C	Sinterlenmiş numunenin kesme mukavemeti τ_{max} (MPa)	Kaynaklı numunelerin kesme mukavemeti τ_{max} (MPa)
Fe-26Al	550	550	59,386	22,614
Fe-30Al			47,287	22,649
Fe-26Al-14Ti	550	550	54,241	23,113
Fe-30Al-14Ti			52,190	23,243

Sadece sinterlenmiş numunelere ait kesme dayanım sonuçlarına göre yüksek dayanım değeri Fe-26Al ikili toz karışımından elde edilmiş ve en düşük değer ise yine diğer bir ikili toz karışımı olan Fe-30Al ile elde edilmiştir. Ti ilavesi ile beraber elde edilen mukavemet değerleri oldukça benzer çıkmıştır. Bu numunelerdeki en yüksek kesme mukavemeti Fe-30Al-14Ti numunesinde ölçülmüştür. Ti’un ikili Fe-30Al toz karışımının diğerlerine göre düşük olan

kesme dayanım değerlerini artırması bu elementin tozlar arasında oluşan boyun bölgesinde ortaya çıkan değişik intermetaliklerin etkisini değiştirmesinden kaynaklandığını düşünmekteyiz. Fe-26Al ve Fe-26Al-14Ti toz karışımlarında sinterleme sonrası sırasıyla boyun bölgesinde FeAl’ye daha sünek olan Fe₃Al(DO₃) fazı ortaya çıkmakta ancak Ti ilavesi ile beraber bu fazın hacimsel oranı bu intermetaliklerin Fe-Ti veya Ti-Al intermetalikleri ile yer değiştirmesinden dolayı azalmaktadır. Dayanımdaki düşüş bu mekanizma ile açıklanabilir. Li Jia ve arkadaşları Fe₃Al(Ti) içeren kompozitlerin mekanik özelliklerini araştırmışlardır [12]. Bu araştırmada en yüksek kırılma tokluğunu Fe₃Al ve Fe₃Al10Ti intermetaliklerde olduğunu belirtmişlerdir. Buna karşın, Fe-30Al ve Fe-30Al-14Ti durumunda ise birinci olarak Ti’un Fe₃Al(DO₃) fazını desteklemesi ve bu fazın oluşumu ile daha kırılğan olan FeAl(B2) faz miktarındaki azalmasıdır. İkinci olarak, FeAl(B2) fazının Fe-Ti ve Ti-Al ile yer değiştirmesi, Fe-30Al-14Ti’un dayanımındaki artışı desteklemektedir.

5. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Yapılan analizler sonucunda, kesme mukavemetlerinin yaklaşık olarak aynı çıktığı ve Cu aratabakadan dolayı bileşimden bağımsız olarak değiştiği görülmüştür. Buna karşın sinterlenmiş numunelerin kesme dayanım değerleri düşük Al içeren toz karışımlarında daha fazla olduğu ve Ti ilavesi ile beraber kısmen arttığı gözlemlenmiştir. Mikroskobik analizlerde elemental tozlar ve Cu-toz arasında kimyasal reaksiyonlar ve yayılım bölgeleri tespit edilmiştir. Difüzyon kaynak bölgesinde ortaya çıkan elemental değişimler faz diyagramlarına uygun olarak ortaya çıkmaktadır.

6. KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Anık, S., **Kaynak Tekniği**, Birsen Yayınevi, İstanbul, 1996.
2. Albom, M.J., “Solid State Bonding”, **Welding Journal**, s491-504, June, 1964.
3. Taşgetiren, S., Aslantaş, K., ve Çakmakkaya, M., “Difüzyon Kaynağı ile Birleştirilmiş Cu ve Çelik Levhalarda Birleşme Hatasının Kırılma Mekanizması ile Analizi”, **Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi**, Cilt 1, No 1, 9-16, 2004.
4. Kurt, B., Orhan, N., “Difüzyon Kaynağı ile Birleştirilmiş Ti-6Al-4V Alaşımı ve 316 Paslanmaz Çelik Çiftinin Ara Yüzey Mikroyapısının İncelenmesi”, **Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları**, 65-68, 2005
5. Ay, İ., Çelik, S., ve Otmanbölük, N., “Difüzyon Kaynak Aparatı ve Koruyucu gaz (Argon) Atmosferi Altında Bir Uygulama” 7. **Denizli Malzeme Sempozyumu**, 2--4 Nisan, 500-505, 1997
6. Babayev, Y., Kahraman, F. ve Karadeniz, S., “A New Approach on Diffusion Welding of Fe-Cu-C and Fe-Zn-C Powder Metal Parts”, **Materials and Manufacturing Processes**, Cilt 25, No 11, 1292-1296, 2010

7. Yokota, T., ve arkadaşları, "Solid Phase Welding of Alloy Aa6061 And SiC-P Reinforced Alloy Aa6061 at Intermediate Temperature", **Materials Science Forum**, Cilt 242, 225–230, 1996.
8. Kurşungöz, N., Kurşungöz, H., "Difüzyon Kaynağı", **Uluslararası Kaynak Teknolojisi Sempozyumu**, 203-211 1996.
9. Park, J.W., Moon, I.G. ve Yu J., "Effect of Order-Disorder Transformation Modes on the Anomalous Yield Behavior of Fe₃Al Intermetallic Compounds", **Journal of Materials Science**, Cilt 26, 2685-2693, 1991.
10. Stoloff, N.S., "Iron Aluminides: Present Status and Future Prospects", **Materials Science and Engineering A**, Cilt 258, No 1-2, 1-14 1998.
11. Liu, C.T., George, E.P., Maziasz, P.J., ve Schneibel, J.H., "Recent Advances in B2 Iron Aluminide Alloys: Deformation, Fracture and Alloy Design" **Materials Science and Engineering A**, Cilt 258, No 1-2, 84-98, 1998.
12. Li, J., Liu, Q., Shi, RX., Wen Y., ve Yin, YS., "Preparation and Mechanical Properties of Fe₃Al(Ti)/TiC", **Journal of Materials Processing Technology**, Cilt 208, No 1-3, 105-110, 2008.
13. Yajiang, L., Juan, W., Yansheng, Y. ve Haijun, M., "Diffusivity of Al and Fe Near The Diffusion Bonding Interface of Fe₃Al with Low Carbon Steel", **Bulletin of Materials Science**, Cilt 28, No 1, 69–74, 2005.
14. Naoi, D and Kajihara, M., "Growth Behavior of Fe₂Al₅ During Reactive Diffusion Between Fe and Al at Solid-State Temperatures", **Materials Science and Engineering A**, Cilt 459, 375–382, 2007.
15. Selcuk, C., Bond, S., Woollin, P., "Joining Processes for Powder Metallurgy Parts: A Review", **Powder Metallurgy**, Cilt 53, No 1, 7–11, 2010.
16. Kejanli, H., Taksin, M., Kolukisa, S., ve arkd., "Transient Liquid Phase (TLP) Diffusion Bonding of Ti45Ni49Cu6 P/M Components Using Cu Interlayer", **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, Cilt 44, No 7-8, 695-699, 2009.
17. Çakmakkaya, M., **Demir Esaslı İntermetalik Malzemelerin Mikrodalga Sinterleme İle Üretimi ve Difüzyon Kaynağı ile Birleştirilmesi**, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, Haziran 2010.
18. Brząkalik, K., Frackowiak, J.E., "A Mössbauer And Structural Study of Disordered Alloys Fe₃-XTiXAl (0< X <1)", **Nukleonika**, Cilt 48 (Supplement 1), 13–16, 2003.
19. Talas, Ş., Mekhrabov, A.O., Akdeniz, V., "Long Range Ordering Characteristics of Fe-26al-X (X=Cu, Ti) Intermetallics", **4th Discussion Meeting on the Development of Iron Aluminides**, Switzerland., Ekim 2007.
20. Mehrer, H., Eggersman, M., Gude, A., Salamon, M. ve Sepiol, B., "Diffusion in Intermetallics Phases of the Fe-Al and Fe-Si Systems", **Materials Science and Engineering A**, Cilt 239-240, 889-898, 1997.
21. Ni, J., Ashino, T. ve Iwata, S., "Kinetics of Ordering and Disordering in the Fe-Al-Ti Ternary Alloy", **Acta Materialia**, Cilt 48, 3193-3199, 2000.
22. Mekhrabov, A.O., Akdeniz, V., "Effect of Ternary Alloying Elements Addition on Atomic Ordering Characteristics of Fe-Al Intermetallics", **Acta Materialia**, 47, 2067-2075, 1999.
23. Bahadur, A., Mohanty, O.N., "The Development of Fe-Al Intermetallics", **Journal of Materials Science**, Cilt 26, 2685-2693, 1991.
24. Prakash, U., Sauthoff, G., "Structure and Properties of Fe-Al-Ti Intermetallic Alloys", **Intermetallics**, Cilt 9, 107–112, 2001.
25. Uenishi, K., Ogata, Y., Iwatani, S., Adachi, A., Sato, T. ve Kobayashi, K.F., "Laser Cladding of Fe-Cu Based Alloys on Aluminum", **Solid State Phenomena**, Cilt 127, 331-336, 2007.
26. [Http://www.Crct.Polymtl.Ca/Fact/Phase_Diagram.Php?File=Cu-Fe.Jpg&Dir=Sgte](http://www.Crct.Polymtl.Ca/Fact/Phase_Diagram.Php?File=Cu-Fe.Jpg&Dir=Sgte).
27. [Http://www.Crct.Polymtl.Ca/Fact/Phase_Diagram.Php?File=Al-Cu.Jpg&Dir=Sgte](http://www.Crct.Polymtl.Ca/Fact/Phase_Diagram.Php?File=Al-Cu.Jpg&Dir=Sgte).
28. [Http://www.Crct.Polymtl.Ca/Fact/Phase_Diagram.Php?File=Cu-Ti.Jpg&Dir=Sgte](http://www.Crct.Polymtl.Ca/Fact/Phase_Diagram.Php?File=Cu-Ti.Jpg&Dir=Sgte).
29. Hamil, J.A., "What Are the Joining Processes, Materials and Techniques for Powder Metal Parts", **Welding Journal**, Cilt 72, No 2, 37–45, 1993.
30. Krishna, B.V., Venugopal, P., Rao, K.P., "Solid State Joining of Dissimilar Sintered P/M Preform Tubes by Simultaneous Cold Extrusion", **Materials Science and Engineering A**, Cilt 386, No 1-2, 301-317, 2004.
31. Oikawa, H., ve Karashima, S., "On the Self Diffusion of Coefficients of Al in Cu (Rich)-Al Solid Solutions", **Transactions of Japanese Insitute of Metals**, Cilt 11, 431-433, 1970
32. Olikar, V.E., Mamonova, A.A. ve Shaposhnikova, T.I., "Structure and Phase Composition of the Ti-Cu Diffusion Zone", **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, Cilt 35, No 3-4, 173-175, 1996.
33. Okamoto, H., "Cu-Ti (Copper-Titanium)", **Journal of Phase Equilibria**, Cilt 23, No 6, 549-550, 2002.
34. Anklekar, R.M., Bauer, K., Agrawal, D.K. ve arkd., "Improved Mechanical Properties and Microstructural Development of Microwave Sintered Copper and Nickel Steel PM Parts", **Powder Metallurgy**, Cilt 48, No 1, 39-46, 2005.
35. Negari, A.N.M., Mamoori, R.S., Simchi A. ve arkd., "Determination of the Physical and Mechanical Properties of Iron Based Powder Materials Produced by Microwave Sintering", **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, Cilt 46, No 9-10, 423-428, 2007.
36. Anklekar, RM, Agrawal, DK, Roy R., "Microwave Sintering and Mechanical Properties of PM Copper Steel", **Powder Metallurgy**, Cilt 44, No 4, 355-362, 2001.
37. Saitou, K., "Microwave Sintering of Iron, Cobalt, Nickel, Copper and Stainless Steel Powders", **Scripta Materialia**, Cilt 54, No 5, 875-879, 2006.