

Basınç Destekli Hacim Yanma Sentezi Yöntemi ile Elde Edilen FeAl ve TiAl Kaplamalar

Nuri ERGİN, Gökhan YÖRÜK, Özkan ÖZDEMİR

Sakarya Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi Bölümü, Sakarya.

e-posta: nergin@sakarya.edu.tr, oozdemir@sakarya.edu.tr

Geliş Tarihi:24.10.2012; Kabul Tarihi: 11.11.2013

Özet

Bu çalışmada, AISI 1010 çelik altlık yüzeyine elementel tozlardan basınç destekli hacim yanma sentezi yöntemiyle FeAl ve TiAl kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Belirlenen bileşim oranına göre hazırlanan Ti (%99.5 saflıkta, <45µm), Al (%99 saflıkta, <15µm) ve Fe (%99.9 saflıkta, 1-9 µm) kaplama toz karışımları, kalıp içindeki AISI 1010 çelik altlık yüzeyine yerleştirilmiş ve 150 MPa basınçta preslenip 1050°C sıcaklıkta 60 dk süre ile bekletilmiştir. İşlem sonunda numuneler fırından çıkartılarak oda sıcaklığına soğutulmuştur. Numunelerin mikroyapı ve faz analizleri optik mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) ve x-ışınları difraksiyon (XRD) analizi yardımıyla yapılmıştır. TiAl kaplanan numunenin mikroyapı incelemelerinden iki farklı bölgenin varlığı ve kaplama altlık arayüzeyinde bir hat boyunca yoğunlaşan porozite içeriği görülmüştür. Numunenin XRD paternlerinden TiAl ve Ti₃Al fazları tespit edilmiştir. FeAl kaplanan numunenin mikroyapı incelemelerinden tek fazlı bir yapı ile birlikte poroziteli bir yapının elde edildiği görülmüştür. Numunenin XRD paternlerinden tek fazlı FeAl kaplama tabakası tespit edilmiştir. Mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak gerçekleştirilen sertlik ölçümleri sonucunda kaplama tabakasının sertliği TiAl için 509±80,8 HV_{0.05} ve FeAl için 408,3±30,3 HV_{0.05} olarak belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler

İntermetalik
Malzemeler; TiAl; FeAl;
Basınç Destekli Hacim
Yanma Sentezi;
Kaplama

TiAl and FeAl Coatings Obtained By Pressure Assisted Combustion Synthesis Technique

Abstract

In this study, TiAl and FeAl coating was carry out on AISI 1010 steel by pressure assisted combustion synthesis method in open air under an uniaxial pressure of 150 MPa at 1050 °C for 60 minutes using titanium powder with 45µm size, aluminium powder with 15µm and iron powder with 1-9µm size having 99.5%, 99% and 99.9% purity, respectively. Microstructural examinations showed that the TiAl coating have multi-phase microstructure with porosity. The XRD patterns of test materials indicate that the TiAl and Ti₃Al phases present in the samples. The hardness value of TiAl coating layer was about 509±80,8Hv. Microstructural examinations showed that the FeAl coating have single-phase microstructure. XRD studies revealed that FeAl phase and The hardness value of FeAl coating layer was about 408,3±30,3Hv.

Key words

Intermetallic Materials;
TiAl; FeAl; Pressure
Assisted Combustion
Synthesis; Coating.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1. Giriş

Günümüzde teknolojinin hızlı bir şekilde ilerlemesinin sonucu olarak ağırlaşan çalışma koşullarında kullanılan makine yapı elemanları ve malzemeler; özellikle aşınma, korozyon, yorulma, oksidasyon ve yüksek sıcaklığa dayanım konularındaki talepleri tam olarak karşılayamamaktadır. Saf malzemelerin üretiminde kullanılan hammadde rezervlerinin güç geçtikçe azalması ve artan maliyetler ile aşınma ve korozyonun neden olduğu büyük ekonomik kayıplar, alternatif malzemelerin geliştirilmesini

sağlamıştır. Bu malzemelerin kullanım açısından çeşitli problemlerle karşı karşıya kalması nedeniyle metal ve alaşımları ile birlikte kullanımı gündeme gelmiştir. Bu birliktelik metal ve alaşımlarından yapılmış bir altlık malzeme yüzeyine, ince bir film şeklinde ve koruyucu özelliği yüksek bir tabaka elde edilmesiyle yani kaplanmasıyla mümkündür. Fiziksel buhar biriktirme (PVD), kimyasal buhar biriktirme (CVD), sprey ve difüzyon esaslı kaplama teknikleri gibi yöntemler kullanılarak karbür, nitrür ve borür kaplamalar gerçekleştirilmektedir. Ancak bu proseslerin çoğunun uygulanabilirliği için yüksek teknolojiler gerekmekte ve yapılan geleneksel

kaplamalar günümüzün ihtiyaçlarına cevap vermekte yetersiz kalmaktadır. Son yıllarda yapılan çalışmalar; mükemmel oksidasyon ve korozyon direnci, yüksek sürünme mukavemeti, düşük yoğunluk, yüksek ergime noktası gibi özelliklerinden dolayı yüksek sıcaklık uygulamaları için düşünülen intermetalik kaplamalar üzerine yoğunlaşmaktadır (Yörük, 2010).

İntermetalik bileşikler; genel olarak kimyasal açıdan birbirine benzemeyen metallere oluşan, metalurjik özellikler açısından metaller ile seramikler arasında yer alan, metalik karakterli bileşiklerdir. İntermetalikler, sahip oldukları düzenli yapıları ve üstün mekanik özellikleri sayesinde son 50 yılın bilimsel ilgi odağı haline gelmiş ve günümüzün teknolojik ihtiyaçlarına cevap verecek nitelikte yeni bir malzeme sınıfı olarak değerlendirilmektedir (Westbrook and Fleischer). Otomotiv, uzay ve petrokimya endüstrisinden, gıda ve tekstil sanayine, sağlık sektöründen mikro elektronik devrelere kadar geniş uygulama alanı bulan bu bileşiklerden; FeAl ve TiAl alüminidleri; yüksek ergime dereceleri, yüksek mukavemetleri, oda sıcaklığından servis sıcaklığına kadar gösterdikleri mikroyapısal kararlılıkları, nispeten düşük malzeme maliyetleri ve yüksek sertlikleri ile ilgi uyandıran intermetalik malzemelerin bu özelliklerini taşımakla birlikte yüzeylerinde oluşan Al_2O_3 tabakası ile sağladıkları mükemmel oksidasyon ve korozyon direncinin yanı sıra alüminyum içeriği sayesinde yüksek mukavemet/ağırlık oranı ile ön plana çıkmaktadır (Stoloff et al. 2000). Genel anlamda malzemeleri üretmek ve şekillendirmek için döküm, ekstrüzyon, dövme gibi kapsamlı ve çok sayıda yöntem vardır. Ancak yanma sentezi başta olmak üzere, intermetaliklerin üretimi sınırlı sayıda üretim yöntemi ile mümkün olmaktadır. Yanma sentezi, inorganik bileşikler ve çeşitli ileri teknoloji malzemelerini elde etmek için maddenin kimyasal enerji reaksiyonlarından maksimum faydalanma prensibine dayanan bir tekniktir. Bu sentezleme yaklaşımı, sentezleme reaksiyonu ile büyük ısı çıkışı sayesinde çok yüksek hızda, kendi kendine ilerleyen işlemlerden meydana gelmektedir (Rodriguez et al. 2003).

Bu çalışmada, uygun bileşim oranına göre hazırlanan Ti-Al ve Fe-Al kaplama tozlarının, basınç destekli hacim yanma sentezi yöntemi ile AISI 1010 karbon çeliği üzerine 150MPa basınç altında preslenip 1050°C de 60 dk süre ile bekletilmek suretiyle kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Belirlenen şartlar altında elde edilen kaplama tabakalarının mikroyapıları optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla incelenmiştir. Elde edilen farklı faz yapıları x-ışınları difraksiyon analizi (XRD) ve noktasal SEM-EDS analizleri ile karakterize edilmiştir. Kaplama tabakalarının mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak sertlik ölçümleri yapılmıştır.

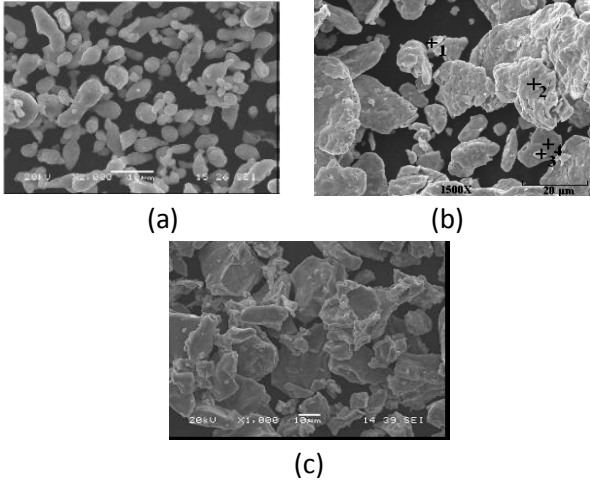
2. Deneysel Çalışmalar

Kaplama numunelerin üretiminde başlangıç tozu olarak, titanyum (% 99.5 saflıkta ve ortalama 45 µm tane boyutunda), demir (% 99.9 saflıkta ve ortalama 1-9 µm tane boyutunda) ve Al tozu (% 99 saflıkta ve < 15 µm tane boyutunda) ve altlık malzeme olarak sade karbonlu (AISI 1010) çelik kullanılmıştır. Ti-Al ve Fe-Al faz diyagramlarından faydalanılarak belirlenen bileşime uygun olarak homojen karışımlar hazırlanmıştır. Kaplama işlemi için 600 mesh SiC zımpara ile yüzeyi temizlenmiş sade karbonlu çelik altlık malzeme, yüzey pürüzlülüğü en aza indirilmiş metal kalıp içerisine yerleştirilerek, üzerine hazırlanan kaplama toz karışımlarından ilave edilmiştir. 150 MPa basınç altında preslenen numuneler 1050°C'ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 60 dk süre tutularak kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen numuneler, metalografik incelemeler için, standart numune hazırlama yöntemlerine uygun olarak, 1200 gridlik zımpara kademesine kadar zımparalanmış ve alümina solüsyonla parlatılmıştır. Üretilen numunelerin mikroyapıları optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla incelenmiştir. Elde edilen farklı faz yapıları x-ışınları difraksiyon analizi (XRD) ve noktasal SEM-EDS analizleri ile karakterize edilmiştir. Kaplama tabakalarının mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak 50 gr yük altında sertlik ölçümleri yapılmıştır.

3. Deneysel Sonuçlar ve İrdemeler

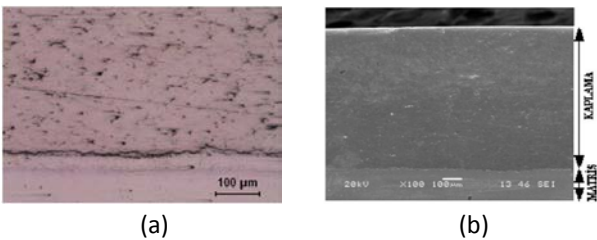
3.1. Metalografik İncelemeler

Numunelerin üretiminde kullanılan metalik tozların şekillerinin belirlenmesi amacıyla SEM incelemeleri yapılarak başlangıç toz özellikleri tespit edilmiştir (Şekil 1.a-c). Mikroyapı incelemelerinde gaz atomizasyonu ile üretilen Al tozu genel olarak küresel forma yakın iken Ti tozunun flake şeklinde olduğu ve iri tanelerin yanında çok küçük tanelerin de bulunduğu tespit edilmiştir.



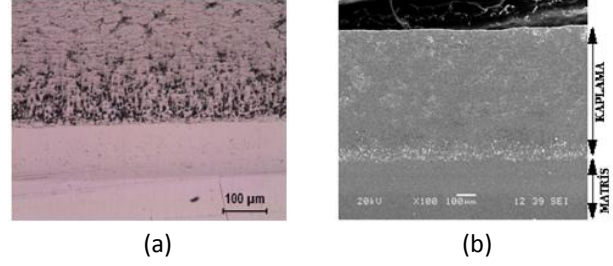
Şekil 1. Başlangıç malzemesi olarak kullanılan metal tozlarının SEM mikroyapı görüntüleri a)Alüminyum, b)Demir ve c) Ferro Bor

Üretimi hedeflenen TiAl ve FeAl intermetalik malzemesine uygun stokiometrik bileşim oranında hazırlanmış toz karışımı ile kaplanmış numunenin optik ve SEM mikroyapı görüntüleri Şekil 1 ve Şekil 2’de verilmiştir. Yapılan mikroyapı incelemeleri neticesinde, üretimi gerçekleştirilen her iki numune için de kaplama tabakaları ve altlık malzeme kontrast farkı ile net olarak ayırt edilmekte ve yüzeyde oluşan kaplama tabakasının, altlık malzemeye nazaran genel olarak daha koyu renkte olduğu, kaplama tabakaları ile altlık arayüzünde herhangi bir çatlak veya ayrılmanın oluşmadığı gözlenmiştir.



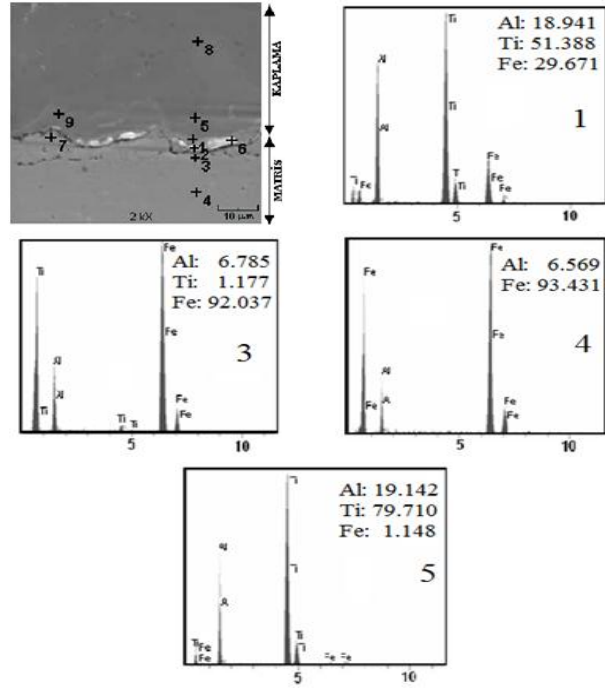
Şekil 2. TiAl kaplama tabakasının (a) optik (b) SEM mikroyapıları

TiAl kaplamalarının görüntülerinden tek fazlı bir yapının oluşmadığı, kaplama-altlık arayüzünde bir hat boyunca yoğunlaşan porozite oluşumu dikkat çekmektedir.



Şekil 3. FeAl kaplama tabakasının (a) optik (b) SEM mikroyapıları

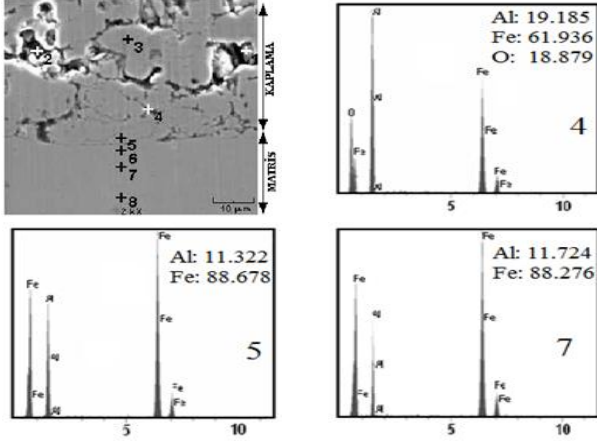
FeAl kaplamaların mikroyapı görüntülerinden tek fazlı bir yapı ile birlikte poroziteli bir yapının elde edildiği görülmektedir. Üretilen numunenin mikroyapısının daha ayrıntılı incelenebilmesi için SEM noktasal elementel analiz incelemesi yapılmıştır (Şekil 3-4).



Şekil 4. Basınç destekli hacim yanma sentezi ile üretilmiş TiAl kaplama tabakasının noktasal EDS analizleri

Yapılan analiz sonucuna göre düşük karbonlu çelik altlığa doru Al ve Ti’un difüze olduğu görülmektedir. Arayüzeye çok yakın bir noktada (3 nolu) içerik ağırlık %7Al ve ağırlık % 1Ti olarak, arayüzeyden uzaklaştıkça (4 nolu nokta) sadece Al içerdiği Ti’un ise difüze olmadığı tespit edilmiştir. Ti, HSP yapıda atom yarıçapı 1.46Å, Al YMK yapıda ve atom yarıçapı 1.43 Å dır. Demir ise yüksek

sıcaklıkta yüksek sıcaklıkta YMK yapıda olup 1.27Å° atom yarıçapına sahiptir (Onaran, 2009). Farklı kristal kafes yapısına sahip ve Al'a nazaran daha büyük atom yarıçapına sahip titanyumun bu nedenle altlık içine daha kısa difüzyon mesafesine sahip olduğu düşünülmektedir.

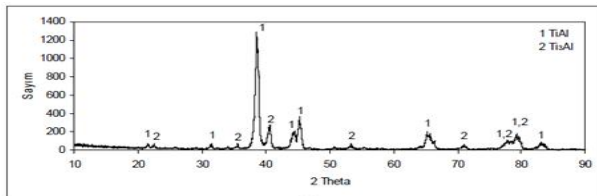


Şekil 5. Basınç destekli hacim yanma sentezi ile üretilmiş FeAl kaplama tabakasının noktasal EDS analizleri

SEM görüntülerinde de belirtilen koyu renkli bölgelerden alınan noktasal EDS analiz sonuçlarına göre bu bölgelerin Al-Fe-O içerdiği tespit edilmiştir. Çelik altlığa doğru sıralı noktasal EDS analizi, altlık içine doğru ağırlık %11 Al difüzyonunun olduğu (7 nolu nokta) aynı şekilde tabakaya doğru Fe difüzyonunu göstermiştir. Kaplaması gerçekleştirilen her iki numune için de kaplama tabakası ile çelik altlık arasında karşılıklı difüzyonun gerçekleştiği ve tabaka-altlık arasında kuvvetli bağlanmanın olduğu söylenebilir.

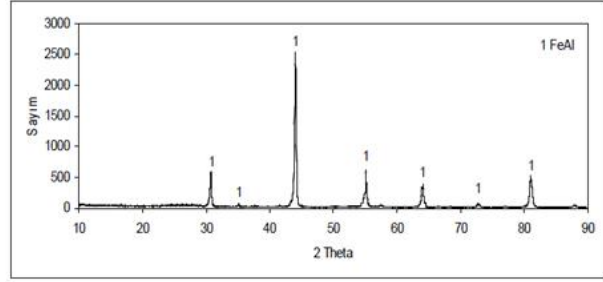
3.2. X-Işınları Analizi

AISI 1010 karbon çeliği üzerine 150MPa basınç altında preslenip 1050°C de 60 dk süre ile bekletilmek suretiyle elde edilen TiAl ve FeAl kaplamalarında oluşan fazları tespit etmek için x-ışınları difraksiyon yöntemi kullanılmıştır. Bu şartlar altında üretilen numunenin XRD paternleri Şekil 6. a-b'de verilmiştir.



Şekil 6.a. TiAl kaplama tabakasının X-ışını difraksiyon paternleri

Üretilen TiAl esaslı kaplama tabakalarının XRD analizlerinde basınç destekli hacim yanma sentezi ile üretilen numunelerde kuvvetli TiAl piklerinin yanında daha zayıf Ti₃Al ve pikleri tespit edilmiştir.

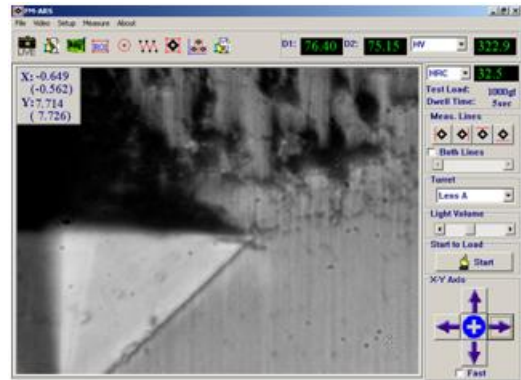


Şekil 6.b. FeAl kaplama tabakasının X-ışını difraksiyon paternleri

FeAl intermetalik malzeme ile kaplanmış numunelerin XRD paternlerinden tek fazlı FeAl kaplama tabakasının elde edildiği belirlenmiştir.

3.3. Sertlik Ölçümleri

Kaplama tabakalarının sertlik ölçümleri, mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak yapılmış olup, metalografik olarak hazırlanmış numunelerden 50 gr yük altında 5 farklı ölçümün aritmetik ortalaması alınarak tespit edilmiştir. Yapılan ölçümler neticesinde TiAl kaplamasının sertliği 509±80.8Hv_{0.05}, FeAl kaplamasının sertliği 408.3±30.3Hv_{0.05} olarak belirlenmiştir. Kaplamaların tam olarak yapıştığını tespit etmek için numunenin arayüzeyine 1 kg yük uygulanmıştır. Şekil 7 de görüldüğü gibi böyle bir yükleme etkisiyle ayrılmanın oluşmadığı gözlemlenmektedir.



Şekil 7. Basınç destekli hacim yanma sentezi yöntemi ile üretilen TiAl arayüzeyine 1 kg yük uygulanmış görüntüsü

3. Sonuçlar

Bu çalışmada aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

1. Yapılan mikroyapı incelemeleri neticesinde, kaplama tabakaları ve altlık malzeme kontrast farkı ile net olarak ayırt edilmektedir. TiAl kaplamalarının görüntülerinden tek fazlı bir yapının oluşmadığı, kaplama-altlık arayüzeyinde bir hat boyunca yoğunlaşan porozite oluşumu dikkat çekmektedir. FeAl kaplamaların mikroyapı görüntülerinden tek fazlı bir yapı ile birlikte poroziteli bir yapının elde edildiği görülmektedir. FeAl kaplama tabakasından alınan XRD paternlerinden yalnızca FeAl fazının elde edildiği ve TiAl kaplamalardan alınan XRD paternlerinden TiAl ve Ti_3Al fazlarının oluştuğu belirlenmiştir.
2. Her iki numunenin farklı bölgelerinden alınan EDS analiz sonuçlarına göre kaplama tabakası ile çelik altlık arasında karşılıklı difüzyon oluştuğu ve tabaka-altlık arasında kuvvetli bağlanmanın gerçekleştiği düşünülmektedir.
3. Belirlenen üretim şartlarında elde edilen TiAl kaplama tabakasının sertliği $509 \pm 80.8Hv_{0.05}$ ve FeAl kaplamasının sertliği ise $408.3 \pm 30.3Hv_{0.05}$ olarak belirlenmiştir.

Kaynaklar

- Onaran, K., 2009. Malzeme Kitabı. Bilim Teknik Yayınları, 381.
- Rodriguez, J. Moussa, S.O. Wall, J. Morsi, K., 2003. Low-energy forging of aluminide, intermetallics, *Scripta Materialia*, **48**, 707-712.
- Stoloff, N. Liu, C.T. Deevi, S.C., 2000. Emerging Applications of Intermetallics. *Intermetallics*, Elsevier Science B.V., 1313-1320.
- Yörük, G., 2010. Yanma Sentezi Yöntemi Kullanılarak İntermetalik Malzeme Esaslı Kaplama Üretimi ve Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 109.
- Westbrook, J.H., Fleischer R.L., 1996. Intermetallic Compounds, Materials Science and Technology, 661-665.