



THE DETERMINATION OF VACUUM MELTING CONDITIONS FOR SOME INTERMETALLIC COMPOUNDS

İbrahim ÇELİK YÜREK* & Remzi GÜRLER

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Metalurji Enstitüsü, Batımeşelik, 26480 Eskişehir, Türkiye,
cibrahim@ogu.edu.tr, rgurler@ogu.edu.tr

ABSTRACT

The fast developments on the technology increase to need materials having high performance. Because of this, the development of technology depends on development of the materials that have superior properties. The intermetallic compounds with different physical and mechanical properties to give hope for using these materials in hard conditions. Intermetallic compounds considered as a mid group between metals and ceramics, and in the future believed to fill the gap between these two group materials. In this study, the vacuum induction melting conditions were determined for some intermetallic compounds. In that manner, Ni₃Al, NiAl, Ti₃Al, TiAl, Fe₃Al, FeAl and Mg₂Si intermetallic compounds were produced by vacuum induction melting, and their microstructures were observed.

Key Words: *Ordered intermetallics, High temperature materials, Vacuum metallurgy.*

BAZI DÜZENLİ METALLERARASI BİLEŞİKLERİN VAKUMDA ERGİTME ŞARTLARININ BELİRLENMESİ

ÖZET:

Günümüz teknolojisindeki hızlı ilerlemeler daha yüksek performansa sahip malzeme gereksinimini artırmaktadır. Bu yüzden teknolojik ilerleme bir manada üstün özellikli malzeme gelişimine bağlıdır. Metallerarası bileşiklerin çok farklı fiziksel ve mekanik özellikleri bu malzemelerin zor çalışma şartlarında kullanılabilmesi için ümit vermektedir. Metallerarası bileşikler metaller ile seramikler arasında yeni bir malzeme grubu olarak düşünülmekte ve gelecekte bu iki malzeme grubu arasındaki boşluğu dolduracağına inanılmaktadır. Bu çalışmada, gelecek vadeden bazı düzenli metallerarası bileşiklerin vakum indüksiyon ergitme şartları belirlenmiştir. Bu kapsamda, Ni₃Al, NiAl, Ti₃Al, TiAl, Fe₃Al, FeAl ve Mg₂Si metallerarası bileşikleri vakumda indüksiyon ergitme yoluyla üretilmiş ve mikroyapıları incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: *Düzenli İntermetalikler, Yüksek Sıcaklık malzemeleri, vakum metalurjisi*

1.GİRİŞ

Basit stokiometrik oranlarda göreceli olarak dar bileşim aralıklarında oluşan intermetaliklerin mükemmel yüksek sıcaklık mukavemet özellikleri çok ilgi çekicidir.[1]. Düzenli metaller arası bileşikler kritik düzenlenme sıcaklığının altında büyük oranda düzenli kristal yapılarıyla metalik malzemelerin eşsiz bir sınıfını oluştururlar.[2,3] Bu bileşikler kendilerini oluşturan farklı atomların aralarında oluşturdukları kuvvetli bağlar nedeniyle oldukça farklı mekanik ve fiziksel özellikler gösterirler.

Mukavemet ve tokluğun güzel bir kombinasyonunu oluşturan süperalaşım ancak 1100°C'nin altında kullanılabilir. Modern mühendislik seramikleri ise daha yüksek sıcaklıklarda kullanılabilir, fakat kovalent bağlanma nedeni ile kırılgan olmakta bu da kullanımını sınırlamaktadır. Metallerarası bileşikler, hem kullanım sıcaklığı hem de mekanik özellikler açısından metalik malzemeler ile seramik malzemeler arasındaki boşluğu doldurmaya aday malzemelerdir. Atomlar arası kuvvetli bağlar nedeni ile süperalaşımlardan daha yüksek mukavemet gösterirken, bağlanmanın hala metalik karakterde olmasından dolayı seramiklere göre daha az kırılgandırlar.[4,5]

Yüksek sıcaklıklarda kullanılabilir ideal bir malzeme yüksek ergime noktası, düşük yoğunluk, yüksek sıcaklıklarda iyi mukavemet ve sertlik, yüksek sürünme özellikleri, oda sıcaklığında yüksek süneklik ve iyi bir oksidasyon ve korozyon direncine sahip olmalıdır. Ticari ve savaş jet motorlarının performansı çalışma sıcaklığı arttıkça artar. Bundan dolayı 1000-1600°C sıcaklıklarda kullanılabilir malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Daha ileride 2000°C sıcaklıkta çalışabilecek malzemelere ihtiyaç duyulacaktır.[6]

Metallerarası bileşikler üzerindeki ilk araştırmalar oksitleyici ortamlarda oldukça koruyucu olan ince alüminyum oksit filmi oluşturmak için oldukça yüksek miktarda alüminyum içeren alüminatlarla odaklanmıştır.[4] Bunlar içinde nikel, demir ve titanyum alüminatlar en çok ilgi çekenlerdir. Nikel, demir ve titanyum alüminatlar ile diğer düzenli yapıdaki metallerarası bileşiklerin en büyük dezavantajları ise oda sıcaklığında gevrek kırılma ve düşük süneklik göstermeleridir. Oda sıcaklığındaki düşük kırılma mukavemeti ve şekillendirilebilme kabiliyeti alüminatların mühendislik malzemesi olarak kullanımını sınırlandırmaktadır.

Fe_3Al (DO_3 yapılı) ve $FeAl$ (B_2 yapılı) demir alüminatlar mükemmel oksidasyon ve korozyon direncine sahiptirler.[4] Fe_3Al demir alüminatlar, yüksek sıcaklıklarda oksidasyon ve sülfidasyonun olduğu endüstriyel uygulamalar için çok ilgi çekici olmuştur. Araştırma çalışmaları mekanik özelliklerin karakterizasyonu ile birlikte oda sıcaklığındaki sünekliğin artırılması, aşınma oksidasyon ve korozyon gibi fiziksel özelliklerin geliştirilmesi üzerinde odaklanmıştır.[1] Bu alaşımlar çok iyi oksidasyon ve korozyon direnci, düşük yoğunluk ve düşük maliyet açısından ferritik ve östenitik paslanmaz çeliklerden çok daha üstündür.

Nikel esaslı süper alaşımlarda en önemli mukavemetlendirici Ni_3Al 'dir. Konvansiyonel malzemelerin tersine Ni_3Al ve alaşımlarında akma mukavemeti artan sıcaklıkla düşme yerine artma gösterir.[2,4]. Ni_3Al 'in tek kristalli oldukça sünektir, fakat polikristaller düşük sıcaklıklarda kırılındır. Polikristalin Ni_3Al 'in kırılma direnci tane sınırlarındandır. Ni_3Al oda sıcaklığında çevresel – bir dış faktör- kırılma direnci düşürür.[4]. $NiAl$ 'in dört kilit avantajı vardır. Yoğunluğu nikel esaslı süper alaşımların yaklaşık üçte ikisi, termal iletkenliği bileşime ve sıcaklığa bağlı olarak nikel esaslı süper alaşımların 4 ile 8 katı, mükemmel oksidasyon direnci ve birçok intermetalik bileşiklerle karşılaştırıldığında plastik deformasyon kabiliyetini kolaylaştıran basit düzenli hacim merkezli kübik ($CsCl$) kristal yapısıdır. $NiAl$ 'in potansiyel uygulamalarından birisi yüksek basınçlı türbin paleleridir. [7]

Ti_3Al ve $TiAl$ esaslı titanyum alüminatlar çok düşük yoğunluklarından dolayı geliştirilmiş uçak motoru uygulamaları için çekici adaylardır. Kırılma direncinin olmamasına rağmen titanyum alüminatlar yüksek performans için büyük potansiyele sahiptirler. Bu alaşımlar konvansiyonel titanyum alaşımlarından daha yavaş difüzyon hızına sahip olduğundan mukavemetin korunması, sürünme ve gerilme kopması ve yorulma direnci gibi artan yüksek sıcaklık özellikleri gösterirler. En büyük dezavantajları ise düşük sıcaklıklarda düşük sünekliğe ilaveten yüksek sıcaklıklarda istenilenden daha düşük oksidasyon direnci göstermesidir.[2,3].

Mg_2Si metaller arası bileşiği havacılık ve taşımacılık sistemleri için kullanılabilir cazip bir malzemedir. Bu uygulamalarda yüksek sıcaklıklarda mukavemet sertlik ve diğer mekanik özelliklerini koruyabilen düşük yoğunluklu malzemelere ihtiyaç duyulur. Mg alaşımları düşük yoğunluğu ve yüksek mukavemet/ağırlık oranından dolayı bu endüstriye hakim olan Al alaşımlarına bir alternatif olarak gelişmektedir.[8]

Ticari açıdan umut verici olarak görülen birçok intermetalik sistemi Al gibi oksidasyona yatkın veya Ti gibi çok reaktif elementler içerir. Sonuçta ergitme ve döküm tekniklerine ait önemli sorular cevaplanmalıdır. Bu alaşımların üretiminde kullanılabilir ergitme ve döküm teknikleri Subhayı Sen ve ark. tarafından özetlenmiştir. Bu teknikler kısaca: Vakumda İndüksiyon Ergitme, Vakumda Arkla Yeniden Ergitme, Elektroliz Rafinasyonu, Plazma Ark Ergitmesi, Spray Döküm ve Yönlendirilmiş Katılaşma olarak özetlenebilir. Ticari açıdan önemli bazı intermetalik alaşımlar için kullanılan bazı ergitme işlemi teknikleri çizelge 1.1'de verilmiştir. [2,6]

Çizelge 1.1 Seçilen ticari intermetalik alaşımlar için işleme teknikleri. [6]

Alaşım	Ergitme işlemi	Döküm işlemi	Açıklamalar
IC-50 (Al-Ni)	VIMve havada indüksiyon	Direkt levha ve çubuk dökümü	Levhalar boşluksuz ince taneli kolonsal yapıya sahiptir. Çubuklar yüzeyden merkeze kolonsaldan dentritik yapıya dönerler.
IC-218 (Al-Ni)	ESR	İngotlar	Porozite olmayan üniform tane boyutu.
IC-72 (Al-Ni)	VIM	DS	Aspect oranı ve porozite seviyesi dönüşün hızına bağlı olan kolonsal taneler.
Ti-33,5Al	PSC	İngotlar, tabletler Turboşarjler diskleri	400-800ppm arasında oksijen kapan kolonsal yapı. Ağ. %0,3 oksijen kapması

VIM- vakum indüksiyon ergitme, ESR- Elektroslag rafinasyon, PSC- Plazma skull döküm, DS- yönlendirilmiş katılma

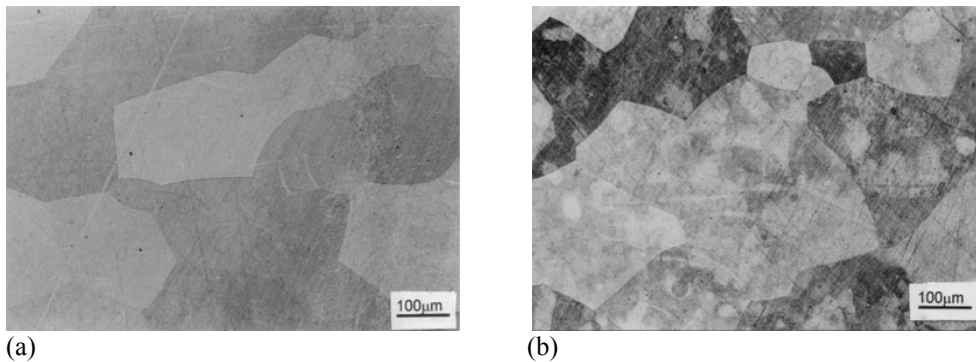
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, alaşım bileşimleri çizelge 2.1'de verilen oranlarda seçilen metallerarası bileşikler Leybold marka 40kW gücünde 10kHz frekansla çalışan vakum indüksiyon ocağında üretilmiştir. Ergitme öncesinde vakum hücresi $9,10^{-2}$ mbar basınca indirilmiş ve saf argonla iki defa süpürülmüştür. Ergitme sırasında vakum seviyesi 10^{-1} - 9.10^{-2} mbar aralığında tutulmuştur. Ergitme işleminde alumina ve grafit potalar kullanılmış ve ergimiş alaşımlar grafit kalıplara dökülmüştür. Bu alaşımlardan SEM-EDS ve optik mikroskopi çalışmaları için metalografik tekniklerle numuneler hazırlanmıştır. Mikroyapı karakterizasyonunda Olympus PMG3 optik mikroskobu kullanılmıştır. Hazırlanan alaşımların bileşimleri JEOL JSM-6400 ve bağlı Noran Voyager 2110 EDS analiz ünitesinde tespit edilmiştir. Çalışılan metallerarası bileşiklerin SEM-EDS analiz sonuçları tablo 2'de verilmiştir.

Çizelge 2.1 Çalışılan metallerarası bileşiklerin SEM-EDS analiz sonuçları

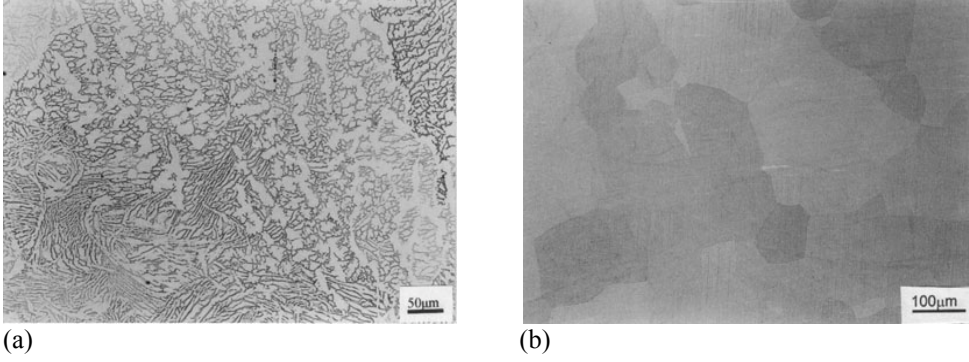
Bileşik	Bileşim %at.	
	Üretilmek istenen	Üretilen
Fe ₃ Al	75Fe-25Al	76,92Fe-23,08Al
FeAl	60Fe-40Al	59,82Fe-40,18Al
Ni ₃ Al	75Ni-25Al	74,39Ni-25,21Al
NiAl	55Ni-45Al	54,39Ni-45,19Al
Ti ₃ Al	70Ti-30Al	60,21Ti-39,07Al
TiAl	49Ti-51Al	48,09Ti-51,03Al
Mg ₂ Si	66Mg-34Si	65,64Mg-34,36Si

Demir aluminatların hazırlanmasında %99,98 saflıkta elektrolitik demir ve %99,7 saflıkta elektrolitik alüminyum kullanılmıştır. Ergitme işlemi alümin potada yapılmış ve herhangi bir pota - ergiyik reaksiyonu gözlenmemiştir. Alaşımların döküm yapılarını gösteren mikroyapı fotoğrafları şekil 2.1'de verilmiştir. Numuneler %20 H₂SO₄+%80 destile su çözeltisine daldırılıp 60-150saniye beklenerek dağlanmıştır.



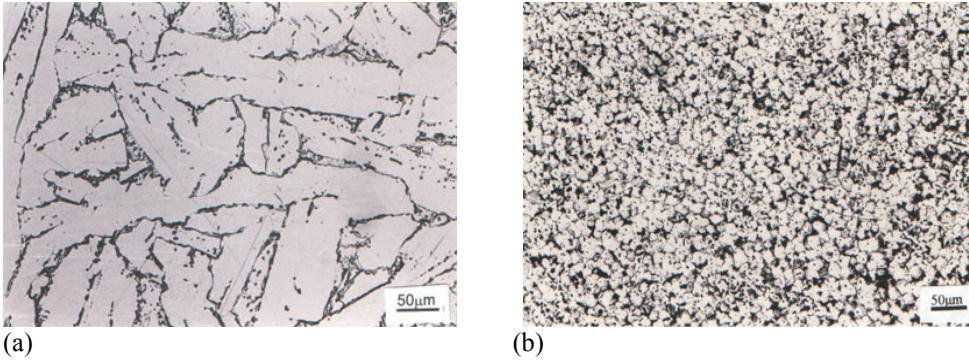
Şekil 2.1 Demir aluminatların döküm mikroyapısı, a)Fe₃Al ve b)FeAl

Nikel aluminatların hazırlanmasında %99,99 saflıkta elektrolitik nikel ve %99,7 saflıkta elektrolitik alüminyum kullanılmıştır. Ergitme işlemi alümina potada yapılmış ve herhangi bir pota - ergiyik reaksiyonu gözlenmemiştir. Alaşımların döküm yapılarını gösteren mikroyapı fotoğrafları şekil 2.2'de verilmiştir. Numuneler %30 destile su + %20HF + %30HNO₃ + %20HCl çözeltisine daldırılıp 120-150 saniye beklenerek dağlanmıştır.



Şekil 2.2 Nikel aluminatların döküm mikroyapısı, a) Ni₃Al ve b) NiAl

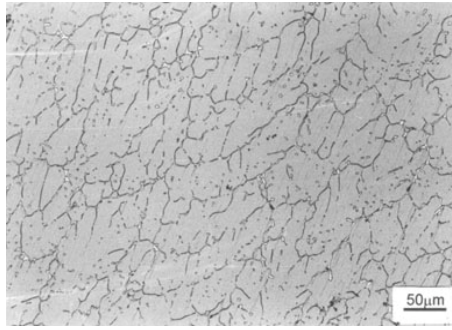
Titanyum aluminatların hazırlanmasında %99 saflıkta Ti ve %99,7 saflıkta alüminyum kullanılmıştır. Ergitme işlemi alümina potada yapılmıştır. TiAl'nin üretiminde ergitme sıcaklığı nispeten düşük olduğundan herhangi bir sorun yaşanmamıştır. Ancak, Ti₃Al'nin ergitme sıcaklığı nispeten yüksek olduğundan bir miktar titanyum potaya yapışmış, bu da bileşimde bir miktar kaymaya neden olmuştur. Alaşımların döküm yapısını gösteren mikroyapı fotoğrafları şekil 2.3'de verilmiştir. Numunenin dağlanmasında %3HF + %10HNO₃ + %88 destile su kullanılmıştır. Numune bu çözeltiye daldırılarak 30-60 saniye beklenmiştir.



Şekil 2.3 Titanyum aluminatların döküm mikroyapısı a)Ti₃Al ve b)TiAl

Mg₂Si metallerarası bileşiği stokiometrik bir bileşiktir. Bileşiğin hazırlanmasında %99,5 saflıkta silisyum ve %99,5 saflıkta magnezyum kullanılmıştır. Magnezyum ve silisyumun ergitme sıcaklıkları arasındaki farkın fazla olması ve magnezyumun buharlaşma problemi bu bileşiğin üretimini oldukça zorlaştırmaktadır. Bu alaşım ergitilmeden önce saf magnezyum alümina potada ergitilmiş ve herhangi bir pota- ergiyik reaksiyonuna rastlanmamıştır. Alaşımı sağlayacak uygun miktarlarda ölçülen Mg ve Si, Mg parçacıkları altta ve 2-20mm boyutlarındaki Si parçacıkları üstte olacak şekilde alümina potaya yerleştirilmiştir. Fırın iki defa argon ile süpürüldükten sonra yaklaşık 600mbar argon gazı basıncında fırın sıcaklığı yavaş yavaş yükseltilmiştir. 650°C civarında önce Mg ergimiştir. Sıcaklık biraz daha yükseltilecek magnezyumun silisyumu çözmesi amaçlanmıştır. 900°C civarında magnezyumun hızla buharlaştığı görülmüştür. Sıcaklık 1100°C'ye ulaştığında magnezyum

buharlaşmasının aşırı derecede arttığı izlenmiştir. Bu sıcaklıkta beklenirken fırın gücünü birden kesmiştir. Fırın soğutulup potaya bakıldığında Si ile alümina pota arasında reaksiyon olduğu, çatlayan potadan bakır sargıya sıvı metal sızdığı görülmüştür. Bu deneyim üzerine alümina pota yerine grafit pota kullanılmıştır.[8] Ayrıca Si kırılarak 1mm'nin altına indirilmiştir. Önce Mg parçacıkları grafit potaya yerleştirilmiş fırın iki defa argon ile süpürülmüş ve üçüncüsünde 1bar seviyesinde argonla doldurulmuştur. Fırın yavaş yavaş ısıtılarak magnezyumun tamamen ergimesi sağlanmıştır. 750-800°C civarında bir miktar toz Si ilave edilmiş ve sıvı magnezyumun üzeri Si ile örtülmüştür. Bu esnada hafif olan magnezyum buharlaşması kesilmiştir. Bu sıcaklıkta 10 dakika beklendikten sonra magnezyumun silisyumu çözdüğü görülünce sıcaklık 1100°C'ye çıkartılmış ve kalan silisyum da ilave edilmiştir. Yine yaklaşık 10 dakika sonra silisyumun alaşımında çözüldüğü ve magnezyum buharlaşmasının yeniden başladığı görülmüştür. Hemen güç artırılarak 1130°C civarına çıkılmış ve alaşım grafit kalıba dökülmüştür. Alaşımın döküm yapısını gösteren mikroyapı fotoğrafı şekil 2.4'de verilmiştir. Tane sınırlarını ağ gibi saran Mg-%1Si ötektoididir.



Şekil 2.4 Mg₂Si döküm mikroyapısı

3. SONUÇ VE ÖNERİLER

Vakum indüksiyon ergitme yoluyla, özellikle son 20 yıldır yoğun araştırma çalışmalarına konu olan ve yüksek kullanım potansiyeline sahip metallerarası bileşiklerin bazıları başarı ile üretilmiştir. Bundan sonraki çalışmalarda bu ikili alaşımlara üçüncü veya daha fazla alaşım elementi ilave edilerek mekanik özellikler geliştirilmelidir. Alaşım elementi ilavesinin korozyon direncine etkileri araştırılmalıdır. Vakum indüksiyon ergitme tekniğiyle üretiminde zorluklar bulunan metallerarası bileşiklerin diğer teknikler (örneğin toz metalurjisi) ile üretimi koşulları belirlenmelidir.

KAYNAKLAR

- [1] Cahn, R.W., Proceedings of Materials Week '96 on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties, and Applications, Ohio, 7-9 October 1996, edited by S.C. Deevi, V.K.Sikka, P.J.Maziasz and R.W.Cahn, USA, ASM International (1997) p 3.
- [2] Çelikyürek, İ, Vakumda Ergitme Yolu İle Bazı Düzenli Metallerarası Bileşiklerin Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Ocak 2000.
- [3] Liu, C.T., Stiegler J.O., (Sam) Froes, F.H., Metals Handbook, 10th ed. Vol 2, 913-942, 1999
- [4] Liu, C.T., and Kumar, K. S., Ordered Intermetallic Alloys. I. Nickel and Iron Aluminides, J.O.M., 38, May 1993
- [5] Froes, F.H., Suryanarayana, C. and Eliezer, D., Synthesizing process and modeling advanced materials, J. Mat. Sci., 27, p.5113, 1992
- [6] Sen S., and Stefanescu D. M., Melting and casting processes for high-temperature intermetallics, J.O.M., 30-34, May 1991
- [7] Darolia, R, NiAl alloys for high-temperature structural applications, J.O.M., 44, March 1991
- [8] Li, G.H., Gill, H.S. and Varin R.A., Magnesium Silicide Intermetallic Alloys, Met. Trans., Vol. 24A, 2383, November 1993.