Ti-Al₃Ti Metalik İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerin Üretimi

Proje No: 104M184

Prof. Dr. Sakin ZEYTİN Doç. Dr. Fatih ÜSTEL Yrd. Doç. Dr. Mediha İPEK Dr. Havva Kazdal ZEYTİN

> Nisan 2008 SAKARYA

ÖNSÖZ

Ti-Al₃Ti metalik-intermetalik laminat (MİL) kompozitler laminat kompozit ailesinin yeni bir üyesidir. Bu malzemeler metalik fazın sünekliği ile intermetalik fazın sertlik ve katılığını birleştirerek intermetaliklerin doğal gevrekliğini önler ve mühendislik uygulamalarında kullanılabilirliklerini artırır. Bu tür malzemelerin potansiyel kullanım alanları yapısal ve balistik uygulamalar olarak değerlendirilmektedir.

Bu proje çalışmasında, metalik titanyum ve aluminyum folyolarından hareketle Ti-Al₃Ti MİL kompozitinin üretilebilirliği araştırılmıştır. Bu yolla hazırlanan kompozit numunelerde mikroyapı gelişimi, intermetalik oluşumu, kırılma tokluğu ve kırılma ve çatlak ilerlemesi davranışı incelenmiştir.

Bu proje TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir (104M184). Proje çalışanları olarak, her türlü desteği için TÜBİTAK'a teşekkürü bir borç biliriz. Ayrıca, deneysel çalışmaların gerçekleştirilmesine izin veren Sakarya Üniversitesi Rektörlüğü'ne şükranlarımızı sunarız.

İçindekiler

BÖLÜM 1 Giriş ve Amaç	1
BÖLÜM 2 Laminat Kompozitler	3
2.1 Konsept	3
2.2 Metal-İntermetalik Laminat Kompozitler ve Ti-Al ₃ Ti MİL Kompozitler	4
2.3 Ti- Al ₃ Ti Kompoziti	8
2.4 Metal-İntermetalik Laminatların Üretim Şekilleri	10
2.5 Laminat Yapılarda Toklaştırma Mekanizmaları	12
2.6 Ti-Al İkili Denge Diyagramı	14
BÖLÜM 3 Deneysel Çalışmalar	17
3.1 Deney Malzemeleri	17
3.2 Deneylerin Yapılışı	18
BÖLÜM 4 Deney Sonuçları ve İrdeleme	20
4.1 Mikroyapı İncelemeleri	20
4.2 Faz Analizi	29
4.3 Sertlik	31
4.4 Tabaka Kalınlık Ölçümleri	35
4.5 Kırılma Tokluğu	36
4.6 Kırılma Davranışı ve Çatlak İlerlemesi	37
BÖLÜM 5 Genel Sonuçlar ve Öneriler	46
Kaynaklar	49
Ekler Ek A: Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerde İntermetalik Zanda Bilasim Dažisimi	50
Ek B: Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerde İntermetalik Zonun Büyümesi	53

Şekiller Listesi

Şekil no	Şekil adı	Sayfa no
1	MİL kompozit üretimi için deney düzeneği	5
2	a) Başlangıç titanyum ve aluminyum folyolarından hareketle üretilen b) tipik bir Ti-Al ₂ Ti MİL kompoziti	11
3	Al-Ti ikili denge diyagramı	15
4	Deneylerde uygulanan tipik bir ısıtma rejimi	19
5	650°C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunenin SEM mikroyapısı ve işaretli noktaların EDS analizleri	21
6	Şekil 5'deki mikroyapıya ait karakteristik EDS paternleri; a) %100 Ti, b) Ti ve Al (Al ₃ Ti), c) %100 Al	22
7	650°C'de 5 saat sinterlenmiş numunenin SEM mikroyapısı ve işaretli noktaların EDS analizleri	22
8	Şekil 7'deki numunenin yüksek büyütmelerdeki görüntüsü (gri tomurcuklar titanyum aluminid ve koyu bölgeler metalik aluminyumca zengin bölgeler)	23
9	650°C'de 7,5 saat sinterlenmiş 250μm Ti–100μm Al istifli numunenin SEM mikrovapısı ve intermetalik tabakada avrılmalar	23
10	700°C'de a) 2,5, b) 7,5 ve c) 10 saat süreler ile işlem görmüş Ti-Al istiflerinin düşük büyütmeli SEM görüntüleri (a resmi BSE, diğerleri SE görüntüsü).	24
11	700°C de 2,5 saat sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve isaretli noktaların (EDS) elementel analiz sonucları	25
12	700°C'de 10 saat işlem gören numunenin SEM mikrografi ve isaretli noktaların EDS kimyasal analizleri	26
13	a) 650° C'de 7,5 saat ve 700° C'de b) 2,5, c) 7,5 ve d) 10 saat süreler ile islem görmüs Ti-Al istiflerinde Al ₃ Ti tabakasında poroziteler.	27
14	700°C'de 10 saat sinterlenen numunenin Al ₃ Ti tabakasının merkez bölgesinin yüksek büyütmedeki SEM mikrografi ve işaretli noktaların EDS analizleri	28
15	700°C'de 2,5, saat işlem gören numunelerde titanyun trialuminid (Al ₃ Ti) tabakasının a) titanyuma komşu ve b) merkez bölgesi. Titanyuma komşu bölge oldukça kompakt bir yapı gösterirken, merkez bölgesinde yoğun porozite bulunmaktadır.	29
16	650°C'de 2,5 saat süre ile işlem gören numunenin XRD paterni	30
17	700°C'de 7.5 saat süre ile işlem gören numunenin XRD paterni	30
18	700°C'de 10 saat süre ile işlem gören numunenin XRD paterni	31
19	650 °C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik dağılımı	33

20	650°C'de 5 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik dağılımı	33
21	700 °C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik	33
22	700°C'de 10 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik	34
23	700°C'de farklı süreler işlem görmüş numunelerde sertlik dağılımı.	34
24	Ti-Al ₃ Ti tabakalarında sertlik dağılımının a) optik mikroskop, b) SEM görüntüsü. Sağdaki geniş iz titanyum, diğer izler Al ₃ Ti katmanındadır. İz boyutlarının Şekil 20'de verildiği gibi, katmanın kenarından merkeze doğru büyüdüğü (sertlik düşüyor) görülmektedir.	35
25	Ti-Al ₃ Ti tabakalarında Vickers sertlik ucu ile oluşturulan çatlaklar ve çatlak yolları. a) 700 °C -7,5 saat, b) 700 °C -7,5 saat, c) 700 °C -10 saat	38
26	a) Brinell ve b) Vickers sertlik ucu ile yük uygulanmış Ti-Al ₃ Ti kompozitlerinde oluşmuş çatlaklar. Çatlakların sadece aluminid tabakasında olduğu dikkat çekicidir.	38
27	Brinell ucu ile yük uygulanması sonucunda oluşmuş çatlaklar ve titanyum tabakasında siddetli plastik deformasyon.	39
28	Çatlaklar titanyum tabakasının ince olduğu kısımlarda komşu aluminid tabakasına iletilirken (a ve b) kalın titanyumlu bölgelerde catlakta süreksizlik (c) gözlenmiştir	40
29	İlerleyen çatlağın titanyum tabakasında meydana getirdiği plastik deformasyon ve virtilma işaretleri (kayma bantları)	40
30	700°C'de 10 saat işlem görmüş ve Brinell sertlik ucu ile 100 kg yük uygulanarak çatlatılmış bir MİL kompozit numunesinde a) aluminid tabakasında dökülme, b)dökülen bölgenin merkezinin ve c) titanyuma komsu kışımlarının SEM görüntüleri	41
31	İntermetalik tabakaların merkez hattından ilerleyen bir çatlaklar.	42
32	a), b) ve c) 650 °C -7,5 saat, d) ve e) 700 °C -2,5 saat, f) 700 °C -10 saat işlem görmüş numunelerde darbeli yüklemelerin etkisi ile oluşan catlaklar	44
33	Şiddetli çatlak oluşumu sonucu dökülen bir intermetalik tabakanın kırık yüzeyleri (700°C-2,5 saat), a) merkez bölgesi, b) titanyuma komsu bölge	45
A1	700°C'de 4 saat süre ile işlem gören numunenin kesit mikrografi	50
A2	700°C'de 4 saat süre ile işlem gören numunenin kesit mikrografi ve isaretli noktalardan alınan EDS analiz sonucları	51
A3	700°C'de 4 saat süre ile işlem gören numunenin kesit mikrografi ve isaretli noktalardan alınan EDS analiz sonuçları	52
B1	İşlem görmemiş bir titanyum folyo kesitinin SEM görüntüsü. Mükemmel düz kenarlar dikkat çekiyor.	53

B2	650°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş bir Ti-Al folyo istifinin a)	54
	SEM görüntüsü (folyo kenarları birbirine tam uyumlu ve son derece	
	düz), b) bu istifin çizgi analizleri. Folyolar tamamen aluminyum veya	
	titanyumdan ibarettir. Difüzyon yok.	
B3	Bir Ti-Al folyo istifinde titanyum-aluminyum ara yüzeyinde	54
	intermetalik fazın oluşumu. Sağdaki açık renk faz titanyumdur.	
B4	700°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş farklı Ti-Al folyo istiflerinin	55
	SEM görüntüleri. Farklı Ti-Al folyo çiftlerinde intermetalik	
	çekirdeklenmesi ve büyümesi farklı hızlarda gelişmiştir. Açık renk	
	faz titanyum folyo ve koyu renk faz aluminyum folyodur.	
B5	Şekil 4'deki numunenin başka bir bölgesinin görüntüsü ve işaretli	56
	noktaların EDS analizleri.	
B6	Tomurcuksu yapıdan daha kompakt bir titanyum aluminid yapısı ve	58
	işaretli noktaların EDS analizleri.	
B7	Titanyum tabaka üzerinde oksit filmi	59
B8	Katı Ti – sıvı Al ara yüzeyinde Al ₃ Ti'nin sentezinde ard arda oluşan	60
	olaylar; a) Baslangic b) ve c) İnce tabaka halinde çekirdeklenme ve	
	büyüme d) Ara yüzey enerjisinin sonucu olarak küresellesme e)	
	Katılaşma ve düşük reaksiyon kinetiği f) Yeni oluşan ara yüzeyden	
	bitişik Al ₃ Ti bölgeleri g) Bitişik Al ₃ Ti bölgelerinin küreselleşmesi ve	
	katılaşması h) Kürelerin ayrılması	
	, , ,	

Tablolar Listesi

Tablo no	Tablo adı	Sayfa no
1	Deneylerde kullanılan folyoların özellikleri	18
2	Folyoların başlangıç ve sinterleme sonrası kalınlıkları	36

ÖZET

Ti-Al₃Ti Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerin Üretimi

İntermetalik malzemeler yüksek basma mukavemeti ve katılığı, yüksek oksidasyon direnci ve ergime sıcaklığına sahiptir. Fakat sınırlı dislokasyon hareketinden dolayı oda sıcaklığında gevrek kırılma gösterirler ve bu da onların kullanımlarını sınırlar. Bu limitasyonun önüne geçmek için stratejilerden biri intermetalikleri sünek fazlarla takviye ederek tokluklarını artırmaktır. Her formdaki sünek takviye fazı intermetaliğin tokluğunu artırmakla beraber en etkili olan laminatlarla yapılan takviyedir.

Metalik-intermetalik laminat (MİL) kompozitler metalik titanyum ve aluminyum folyolarının ardışık sıralı istiflerinin sıcakta basınç altında reaksiyona girmesi ile üretilir. Nihai ürün metalik titanyum ile Al₃Ti intermetaliğinin sıralı tabakalarından meydana gelir.

Bu çalışmada, MİL kompozit üretmek için başlangıç malzemesi olarak ticari saf titanyum ve aluminyum folyoları kullanılmıştır. Folyo istifi 650 ve 700°C'de 2,5-5-7,5 ve 10 saat süre ile basınç altında pişirilmiştir. Mikroyapısal ve mekanik özelliklerin belirlenmesi için, kompozit numuneleri SEM, SEM-EDS, XRD, sertlik deneyi gibi teknikler kullanılarak karakterize edilmiştir. Sonuçlar aluminyumun titanyumla reaksiyona girerek Al₃Ti'a dönüştüğünü ve bir miktar titanyumun harcanmadan kaldığını göstermiştir. Nihai yapıda sadece metalik titanyum ve Al₃Ti intermetaliği vardır.

Statik ve dinamik yüklemeler altında intermetalik tabakada yoğun çatlaklar meydana gelmiş ve metal/intermetal arayüzeyine ulaşmıştır. Metalik titanyum tabakası gerilemelerin etkisi ile plastik olarak şekil değiştirmiş fakat yırtılmamıştır.

Anahtar kelimeler: Laminat kompozit, Ti-Al₃Ti kompoziti, metal-intermetalik, kırılma, plastik deformasyon, tokluk

ABSTRACT

Fabrication of Ti-Al₃Ti Metallic-Intermetallic Laminate (MIL) Composites

Intermetallics are known to possess high compressive strength and stiffness, high oxidation resistance and melting temperature. However, intermetallics exhibit limited dislocation mobility leading to brittle fracture at low temperature, thus limiting their use as structural components. One of the strategies for overcoming this problem and for increasing the utility of intermetallics involves the toughening of the intermetallic with ductile reinforcements. Among of various types of ductile phases, laminate form has the maximum toughening efficiency followed by fiber and particulate morphology.

Metallic-intermetallic laminate (MIL) process consists of stacking aluminum and titanium foils in alternating layers. To form intermetallic phase Al_3Ti , the diffusion and reaction between titanium and aluminum are necessary. Pressure and heating are applied in a furnace. Final structure consists of alternating layers of metallic (unreacted) titanium and Al_3Ti intermetallic.

In this study, in order to produce MIL composite, commercially pure aluminum and titanium foils were used as starting materials. Stacked foils in alternating layers were processed at 650 and 700°C for 2,5-5-7,5 and 10 h under pressure in a open air furnace. To determine the microstructural and mechanical properties, samples were characterized by using SEM, SEM-EDS, XRD and hardness tests. The results showed that aluminum was completely consumed in forming the intermetallic compound and some of titanium foil remained as unreacted. Metallic titanium and titanium tri aluminid were detected in final structure.

Under static and dynamic loads, various intensive cracks were developed in intermetallic layer and they were reached to metal-intermetallic interface. Metallic titanium layer was deformed plastically by application of loads, no tearing were shown.

Key words: Laminate composite, Ti-Al₃Ti composite, metal-intermetallic, fracture, plastic deformation, toughening

BÖLÜM 1

Giriş ve Amaç

Malzeme mikroyapısının hedeflenen mekanik ve fonksiyonel özellikleri elde edecek şekilde tasarımı sahası yeni malzeme geliştirme stratejilerinin bir ana yolu olmuştur. Servisteki mekanik yükleri taşıması amaçlanan yapısal malzemeler meso-, mikro-, veya nano-yapıların biçimlendirilmesi (tailoring) yolu ile ilave performans-artırıcı fonksiyonları sağlamak üzere tasarlanabilmektedir. Bu performans artırıcı yeteneklere sahip yapısal malzemeler "sentetik multifonksiyonel malzemeler" olarak adlandırılmaktadır. Çok bileşenli karakterleri ile yapısal malzemeler performans artırıcı multifonksiyonel malzemelerin tasarımı için firsatlar sunar. Yakın zamanlarda, "metalik-intermetalik laminat (MIL) kompozitler" denilen yeni bir yapısal malzeme sınıfı geliştirilmiştir. Bu malzemeleri geliştirme çabalarının amacı, bir yandan düşük fiyatlı, tasarlanabilen ve fonksiyonel mikroyapılar elde etmeyi kolaylaştırırken, öte yandan bilinen pozitif mühendislik özelliklerini geniş alanlara yaymak ve spesifik yapısal özellikleri optimize ederek multifonksiyonel kompozitler tasarlamak ve üretmektir.

Metal-intermetalik kompozitler bileşenlerin iyi ve faydalı özelliklerini kombine edecek şekilde, (intermetalik fazın yüksek mukavemet ve katılığı ve metalik fazın yüksek tokluğunu) yapısal uygulamalar için tasarlanmıştır. İntermetalikler tokluk artırmak üzere sünek partikül, çubuk veya tabakalar ile takviye edilmektedir. Gevrek malzemelerin sünek fazlarla takviyesi çatlak açılımını sınırlandırmaya yarayan bir köprü bağı oluşturmak üzere kullanılır. Sünek fazın plastik deformasyon enerjisi kompozitin kırılma direncini artırıcı bir etki yapar (Harach, 2001).

Ti-Al₃Ti MIL kompozitleri yüksek sıcaklık ve basınçlarda kontrollü bir reaksiyon kullanan yeni tek adımlı bir proses ile elementel titanyum ve aluminyum folyolarından hareketle bu yapıları taklit etmek üzere üretilmektedir. Bu üretim prosesinin yeniliği bu prosesin açık havada (atmosferde) gerçekleşmesi ve tam yoğun bir laminat kompozit üretimine izin vermesidir. Orijinal titanyum ve aluminyum folyolarının kalınlığı öyle seçilir ki, bitişik titanyum tabakaları ile reaksiyona giren aluminyum tabakaları tamamen harcanır. Son

tabakaların kalınlıkları orijinal titanyum ve aluminyum folyoların kalınlıklarına bağlıdır. Bu proses çok esnek olup titanyum dışındaki metal/alaşım folyoları da kullanılabilmektedir veya aynı kompozitte değişik metal/metal aluminid kombinasyonları üretmek mümkündür.

Bu projenin genel amacı, düşük ağırlıklı zırh ve yüksek performans yapı uygulamaları için yüksek spesifik mukavemet, tokluk ve katılığa sahip bir malzeme geliştirmektir. Monolitik titanyum zırh ve yapısal uygulamalarda bu gün aktif olarak kullanılıyor olmakla beraber, onun kullanımını yüksek üretim maliyetleri sınırlamaktadır. Ti-Al₃Ti laminat sistemi monolitik titanyuma veya diğer laminat sistemlere nazaran daha düşük yoğunlukta yüksek mukavemet, tokluk ve katılık kombinezonuna sahiptir. Dahası, Al Ti'a nazaran ucuz olduğundan, Ti-Al₃Ti sistemi monolitik titanyumdan ekonomik olarak çok daha caziptir.

Çalışmanın amacı, yüksek mukavemetli intermetalik fazı yüksek tokluğa sahip metalik faz ile kombine edip genel olarak istenilen özelliklere sahip bir kompozit malzeme üretmektir. Burada üretilmesi planlanan malzeme yüksek oranda anizotropik ve heterojendir ve dolayısıyla, hasar eğilimi de yöne çok bağlı olacaktır.

Bu proje çalışmasında, ticari saf metalik aluminyum ve titanyum folyoları 650 ve 700°C'lerde açık atmosferli fırınlarda 10 saate kadar sürelerde basınç altında tutulmuştur. Üretilen kompozit örneklerin mikroyapıları ve fazları SEM, SEM-EDS, XRD ile sertlik ve kırılma toklukları Vickers sertlik ölçüm metodu ile ve kırılma ve çatlak ilerleme davranışları SEM ile karakterize edilmiştir.

BÖLÜM 2

Laminat Kompozitler

2.1 Konsept

Alternatif metal ve seramik laminatlarından yapılan laminat yapılar yapı elemanlarının özelliklerinde önemli iyileşmeler sağlamaktadır. Yakın zamanlarda, laminat metalintermetalik kompozitler üzerinde yoğun bir ilgi oluşmuştur (Xia, 1999). Gerçekte, bileşenlerin iyi özelliklerinden faydalanarak tokluğu artırılmış bir malzeme üretmek için laminat kompozit tasarlama fikri yeni değildir. 1966'larda Ti-5Al-2,5 Sn alaşım laminatları aynı kalınlıklı kitlesel numuneden 6-7 kat daha yüksek tokluk göstermişlerdir. Çeşitli intermetalik ve seramikler farklı sünek metal laminatlarla toklaştırılmıştır. Bu tür bazı laminatlar gevrek bileşenlerin yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmaktadır. Takviye laminatın geometrisi hakkında da çok sayıda çalışma yapılmıştır (dik veya paralel gibi). Laminat kompozitlerde sünek fazın hacim oranı arttıkça tokluğun artığı gösterilmiştir. Hatta Rohatgi aynı hacim oranlı laminatlarda, kalın laminatların bölünmüşlere nazaran daha yüksek tokluk sağladığını da göstermiştir. Laminatların yüksek tokluğu çeşitli toklaştırıma mekanizmalarından ileri gelmektedir (Adharapurapu-2006, Rohatgi-2005).

Laminat kompozitler elektronik cihazlar, yapısal komponentler, zırh gibi bazı potansiyel alanlar için yoğun olarak araştırılmaktadır. Seramik-seramik, metal-seramik, metal-metal, metal-seramik-intermetalik ve metal-intermetalik sistemler (Li-2004, Peng,2005-1) gibi çok tabakalı veya laminat kompozitlerin tasarım, üretim ve mekanik özellikleri üzerine önemli bir ilgi oluşmuş ve arzu edilen özeliklere sahip malzemeler üretilebilmiştir. Bu kompozitlerin hasar direncinin artırılmasıyla mukavemet ve tokluk artışı elde edilebilmiştir, burada çatlak ucundaki sünek ligamentin plastik deformasyonu önemlidir ve çatlak ilerlemesini kontrol etmektedir (Peng, 2005-1).Özel olarak Ti-Al₃Ti sistemi düşük yoğunluğu ve mükemmel spesifik mekanik özellikleri nedeniyle yapısal uygulamalar için büyük bir potansiyele sahiptir. Bu intermetalikler yüksek sıcaklık sentez reaksiyonları ile açık atmosferde bile

sentezlenebilmektedir. Bu durum çok önemli bir teknolojik avantajdır, zira endüstriyel üretimde maliyet düşürücü bir etkisi vardır (Li, 2004).

2.2 Metal-İntermetalik Laminat Kompozitler ve Ti-Al₃Ti MİL Kompozitler

Yüksek sıcaklık uygulamaları için potansiyel malzemeler olan intermetalikler kendilerini oluşturan metallerden farklı kristal yapıya sahip faz veya bileşiklerdir, Farklı bir malzeme sınıfı olarak, intermetalik malzemeler yüksek basma mukavemeti ve katılığı, yüksek oksidasyon ve korozyon direnci, yüksek ergime sıcaklıkları, genellikle iyi sürünme dirençleri, iyi yüksek sıcaklık mukavemetine ve nispeten düşük yoğunluğa sahiptirler (Adharapurapu-2005, Li-2007). Fakat düşük çekme sünekliğine sahiptirler ve düşük sıcaklıklarda gevrek kırılma gösterirler. Zira çatlak ucunda sınırlı dislokasyon hareketliliği vardır, kayma ve ikizlenme sistemleri yeterli değildir ve ya hiç plastik deformasyon olmadığı veya çok az plastik deformasyon olduğu için düşük yüzey enerjileri vardır (kırılma toklukları yaklaşık 2 MPam^{1/2} mertebesindedir). Bu nedenle bunların mühendislik malzemeleri olarak kullanılması zayıf kırılma direnci ve sınırlı üretilebilirliği nedeniyle birçok halde kısıtlanmıştır (Adharapurapu-2005, Li-2007, Rajan-2008). İlave olarak, bazıları düşük sıcaklıklarda ortamdaki neme de hassasiyet gösterirler (Li, 2007).

Yapısal olarak kullanılabilir intermetaliklerin geliştirilmesi için önemli çabalar vardır. Bir çok araştırmacı intermetaliklerin deformasyon mekanizması ve gevrek kırılma problemi üzerine yoğunlaşırken bazıları takviye fazları katmak ve proses değişkenlerini optimize etmek suretiyle mikroyapı kontrolü ile mekanik ve kırılma özelliklerini iyileştirme üzerine konsantre olmuşlardır. Bu stratejilerden biri, intermetaliklerin kullanımı için onların tokluğunu sünek takviyelerle artırma stratejisidir. Bu maksatla son iki on yılda farklı şekilli sünek faz takviyesi içeren kompozitler geliştirilmiş ve mekanik özellikler üzerine sünek takviyenin etkileri araştırılmıştır. Bu kapsamda, yoğun çabaların sonucunda, nikel, demir ve titanyum bazlı ve partikül, fiber veya tabaka takviyesi ile özellikleri iyileştirilmiş yeni intermetalikler geliştirilmiştir. Bunların çoğu yapısal ve havacılık uygulamaları için cazip mekanik ve kırılma özellikleri sağlamaktadır. Bileşen özelliklerini optimizasyonu ile her türlü sünek takviyeli intermetalik kompozitler düşük sıcaklıklarda intermetaliklerin gerek duyduğu süneklik ve tokluğu verir. Ancak, laminat kullanılarak yapılan tasarımlar hem statik hem de çevrimli yüklemelerde en iyi tokluk artışı sağlamıştır (Harach-2001, Adharapurapu-2005, Li-2007). Bu çalışmalar, optimal uygulama-spesifik mikroyapısal dizaynın her bir bileşenin iyi özelliklerinin birleştirilmesi ile elde edilebileceğini göstermiştir ki, metal-intermetalik laminat (MİL) kompozitlerin geliştirilmesi bu yönde atılan bir adımdır (Adharapurapu, 2005).

Yakın zamanlarda geliştirilen yeni çok fonksiyonlu bir malzeme sınıfı metalik-intermetalik laminat (MIL) kompozitler olarak adlandırılan bir malzeme grubudur ve esas olarak, yapıyı oluşturan ana fazlara dayalı olarak Ti-Al₃Ti metalik-intermetalik laminat kompozitleri olarak adlandırılır. Metalik-intermetalik laminat (MIL) kompozitleri Be, Al, Ti ve çeliğe alternatif olarak geliştirilen çok fonksiyonlu bir malzeme grubudur ve füze savunma sistemleri (missile defense interceptor airframes and electronic subsystems), yapısal ve termal management problemlerinin çözümünde kullanılması planlanmaktadır. Bu uygulamalar için en cazip malzeme grubu berilyum alaşımlarıdır; ancak sağlık, fiyat, mevcudiyet ve üretim problemleri gibi problemleri vardır. Diğer alternatif malzemeler kötü performansa sahiptir (Vecchio, 2005).

Ti-Al₃Ti MIL kompozitleri yüksek sıcaklık ve basınçlarda kontrollü bir reaksiyon kullanan yeni tek adımlı bir proses ile elementel titanyum ve aluminyum folyolarından hareketle üretilmektedir. Bu üretim prosesinin yeniliği bu prosesin açık havada (atmosferde) gerçekleşmesi ve tam yoğun bir laminat kompozit üretimine izin vermesidir. **Şekil 1** basit bir açık atmosfer plaka şeklindeki düz bir presin kullanılması ile MIL kompozitlerin üretimi için proses düzeneğini şematik olarak göstermektedir.



Şekil 1. MİL kompozit üretimi için deney düzeneği.

MİL prosesi titanyum ve aluminyum folyolarının ardışık sıralı istiflerini kapsar. Folyo istifi kompozit üretim cihazına konur ve ısıtıcı iki nikel tabla arasına yerleştirilir. Basınç ve ısıtma açık atmosferde yapılır. Başlangıç titanyum ve aluminyum folyolarının kalınlığı öyle seçilir ki, bitisik titanyum tabakaları ile reaksiyona giren aluminyum tabakaları tamamen harcanır. Reaksiyon tamamlandığında bir miktar titanyum kalmalıdır. Ti ve intermetalik arasında hiçbir boşluk bulunmamalıdır (Li, 2004). Bu tür bir tabaka oluşum düzeni ile Al₃Ti ve harcanmadan kalan titanyum tabakalarının değişken sıralı tabakalarından ibaret bir kompozit meydana gelir. Son tabakaların kalınlıkları orijinal titanyum ve aluminyum folyoların kalınlıklarına bağlıdır. Bu proses cok esnek olup titanyum dışındaki metal/alaşım folyoları da kullanılabilmektedir veya aynı kompozitte değişik metal/metal aluminid kombinasyonları üretmek mümkündür. Örneğin, titanyum yerine başlangıç metal tabakası olarak demir-esaslı, nikel esaslı ve kobalt esaslı alaşımlar kullanılarak, bu teknikle MIL kompozitler başarı ile üretilmektedir (Rohatgi, 2005). Bu yolla üretilen MIL kompozitler iki boyutlu laminat yapılardır. Bu yapılarda, arzu edilen özellik ve fonksiyonları elde etmek için, tabakanın sayısı ve kalınlığı kontrol edilebilmekte, hedeflendiği gibi üretilebilmekte, tabakalar (daha ince tabakalara) bölünebilmekte ve bileşimsel olarak değiştirilebilmektedir.

MIL kompozitlerin bileşim, fiziksel ve mekanik özellikleri, basit bir şekilde tek tek folyoların kalınlıklarını, bileşimlerini ve tabaka sıralarını değiştirmek suretiyle kompozitin kalınlığı içinde değişebilir ve biçimlendirilebilir. Bu yaklaşımı kullanarak MIL kompozitlerin üretimi bu kompoziti spesifik fonksiyonları yerine getirebilecek mikroyapı tasarlamak suretiyle yapısal malzemelerin üretimi için uygun kılan birçok önemli anahtar **avantajlara** sahiptir (Vecchio, 2005):

Birincisi, kullanılan başlangıç malzemeleri ticari olarak mevcut metalik folyo formundadır, başlangıç malzemesi maliyeti küçük ölçekli araştırma ortamlarında yaygın olarak aranılan ilginç malzeme üretim yollarının birçoğuna nazaran makul ölçüde düşüktür. Bunun başka bir anlamı da şudur: Kullanılan bileşimlerin çoğu kolayca üretilebilmektedir.

İkincisi, başlangıçta sünek metalik folyoların kullanımı tabakaların karmaşık şekillerde üretilebilmesini mümkün kılar. Bu, karmaşık, üç-boyutlu yapılar ve son şekle yakın parça üretimi için her bir folyonun basit talaş kaldırılması yanında çubuklar, borular, şaftlar ve koniler gibi düzlemsel şekli olmayan yapıların üretimine zemin hazırlar.

Üçüncüsü, sıcaklık, basınç ve atmosfer gibi proses şartları çok yalındır. Aluminyum folyo içeren numunelerde, proses sıcaklıkları 700°C'nin altındadır ve proses basıncı da 4 MPa'dan düşüktür. Bu tür MIL kompozitlerin üretiminin belki de en önemli özelliği şudur: Proses açık havada gerçekleştirilir ve özel bir inert gaz veya vakum odası gerekli değildir. Bu tür proses özelliklerinin kombinasyonu işlemi düşük maliyetli yapar, kompleks şekil üretimine izin verir ve bilgisayar kontrolü kolaydır.

Son olarak, MIL kompozitlerin mikroyapısı folyo kalınlığı ve bileşimi ve proses koşulları tarafından belirlenmektedir. Malzeme yapımı/tasarımı metal folyoların seçimi üzerine kurulduğu için, bir yüzeyden diğerine mikroyapıyı tamamen biçimlemek mümkündür. İlave olarak, MIL kompozitlerin fiziksel ve mekanik özellikleri folyo bileşimi ve kalınlığının seçimi ile de biçimlenebilmektedir. Bu da MIL kompozit malzeme sisteminin spesifik performans amaçlarını elde etmek için mikroyapıyı kullanma açısından çok uygun olduğunu göstermektedir.

Ti-Al sisteminde farklı aluminidlerin mümkün olmasından dolayı, Al₃Ti intermetaliğinin oluşumu, aluminyum doğrudan titanyum ile reaksiyona girdiği zaman termodinamik ve kinetik açıdan diğer aluminidlere üstün gelir. Al₃Ti intermetaliğinin bu tercihli oluşumu büyük bir şanstır, zira onun elastik modülü (216 GPa) ve oksidasyon direnci diğer titanyum aluminidlere (Ti₃Al ve TiAl) göre daha yüksek ve yoğunluğu daha düşüktür (3,3 g/cm³). Al₃Ti intermetaliğinin (ve genelde, intermetaliklerin) yüksek basma mukavemeti ve katılığı onların yüksek bağ mukavemetinden ileri gelir. Ne var ki, dislokasyonların sınırlı hareketi (ve antifaz sınırlı çiftli süperdislokasyonlar) nedeniyle intermetalikler düşük sıcaklıklarda gevrektirler, yetersiz sayıda kayma ve ikizlenme sistemleri vardır ve/veya çok düşük yüzey enerjisi çatlak uçlarındaki çok az veya hiç plastik deformasyona neden olur. Örneğin, Al₃Ti oda sıcaklığında aşırı gevrektir ve yaklaşık 2 MPam^{1/2}'lik çok düşük bir kırılma tokluğuna sahiptir. Çeşitli araştırıcılar onları partiküllerle, çubuklarla ve sünek metal tabakaları ile takviye ederek intermetaliklerin tokluğunu artırmayı denemişlerdir. İlgi çekici nokta şudur: Sünek takviye fazının aynı hacim oranı için, laminat formundaki sünek faz maksimum toklaştırma etkisine sahiptir ve onu fiber ve partikül morfolojileri takip eder (Rohatgi, 2005).

Malzemelerin tokluğunu artırmak için laminat kompozit yapma fikri yeni değildir. 1966'da, bir Ti- 5Al -2.5Sn alaşımının laminatlarının aynı kalınlıktaki kitlesel numuneye nazaran 6-7 kat daha yüksek bir tokluğa sahip oldukları gösterilmiştir. Literatürde ayrıntılı olarak

incelenmiş laminatlar arasında Al-Al₂O₃ sistemi, γ-TiAl-TiNb, metalik bileşeni Cu, Ni veya Al olan metal-alumina kompozitleri sayılabilir (Rohatgi, 2005). Metal-intermetalik lamine kompozitlerin sentezi ve prosesi NiAl ve Ni₃Al intermetalik bileşikleri üretmek için nikel ve aluminyum folyolarının kullanılması ile başlamıştır. Bu folyoların yüksek termal iletkenliğinden dolayı, nikel ve aluminyum arasındaki reaksiyon kendini sürdüremez. Bundan dolayı, folyolar nikel ve aluminyum tozlarının peletlerine (kimyasal fırın) gömülmekte, ateşleme bu şekilde olmakta ve toz reaksiyonundan yeterli enerji sağlandığı için folyolar reaksiyona girmekte ve nihayetinde %100 NiAl olusmaktadır. Toz reaksiyonunun numunenin tamamına yayılmasından önce su verilmek suretiyle nikel ve intermetalik tabakalarından olusan bir kısım (parca) elde edilmektedir. Tabakalı nikel ve intermetalik mikrovapısı vakumda ve argon atmosferinde küçük ölçekli metal-intermetalik lamine kompozitleri üretmek için daha fazla çalışmayı gerektirmektedir. MIL kompozitlerin açık havada üretimi için 2000'li yılların başına kadar (2001) hiçbir sonuç sunulmamıştır. Bu kompozitleri açık havada üretebilme oldukça önemlidir; zira vakum veya inert atmosferler daha yüksek donanım maliyetleri, daha uzun süreli işlemlere ihtiyaç duyduğu gibi üretilebilecek numune boyutlarına da bir sınır getirmektedir (Harach, 2001).

2.3 Ti- Al₃Ti Kompoziti

İntermetalik malzemeler, özel olarak titanyum-titanyum trialuminid veya nikel-tri nikel aluminid laminat kompozit sistemleri, havacılık, otomotiv ve diğer yapısal uygulamalar için büyük potansiyele sahiptir. Zira MİL kompozitler monolitik titanyumdan ve diğer laminat sistemlerinden daha düşük yoğunluk ile yüksek mukavemet, tokluk ve katılık kombinezonuna sahiptirler. Dahası, al Ti ve Ni'e göre nispeten daha ucuz olduğu için, Ti Al₃Ti ve Ni-Ni₃Al sistemleri monolitik titanyum ve nikelden ekonomik olarak daha çekicidirler (Vecchio-2005, Peng-2005-2). Reaktif folyo sinterlemesi prosesi sırasında, başlangıç metal folyo çiftleri Ti-Al₃Ti veya Ni-Ni₃Al oluşturmak üzere reaksiyona girerler, yapı kimyasal olarak bağlı reaksiyona girmemiş Ti veya Ni tabakaları ile tamamlanmış reaksiyon ürünü olan Al₃Ti veya Ni₃Al intermetalik fazlarından oluşur. Seramiğe benzer Al₃Ti ve Ni₃Al fazları kompozite yüksek sertlik ve tokluk kazandırırken reaksiyona girmemiş Ti veya Ni ise tokluk ve süneklik sağlar, bu durum sisteme karşılıklı esneklik kazandırır. Çok tabakalı kompozit yapısı Al ve Ti veya Ni'in başlangıç folyo kalınlığını seçmek suretiyle nihai ürünün tabaka kalınlığında ve

faz hacim oranlarında değişimlere izin verir (Vecchio-2005, Rohatgi-2005). Proses ciddi anlamda pahalı değildir, zira kompleks ısı ve kimyasal işlemler gerekmez, döküm, alaşımlama, katılaştırma vs lazım değildir (Vecchio, 2005).

Li ve ark. yaptığı çalışmada, Ti-Al₃Ti MIL kompozitinin sünekliğinin metalik titanyum fazının miktarının artması ile arttığı sonucuna varılmıştır. MIL kompozit çok düşük şekil değişimi hızı duyarlığı göstermiştir. Kompozitin basma mukavemeti yaklaşık olarak titanyum alaşımının mukavemetine eşittir. Bu sonuç, titanyumun zayıf intermetaliğin etkilerini sınırlamada çok önemli olduğunu göstermektedir (Li, 2004).

Açık havada MIL kompozitlerin üretimi farklı şekillerin (tam boyuta yakın üretim dahil) daha büyük boyutlarda üretimine olanak sağlar. Üretimde daha büyük boyutlar ve artan esneklik zırh ve yapısal malzemeler (özellikle düşük ağırlığın gerekli olduğu havacılık uygulamaları) gibi kullanım alanları için bu kompozit sınıfının göz önüne alınmasını mümkün kılar. Açık havada, ısı kaynaklarının ve yük uygulama sistemlerinin seçimlerinde büyük bir esneklik vardır. Başlangıç folyo malzemeleri çok geniş bir kalınlık ve bileşimde bulunabilmektedir ve bu çalışmada gösterileceği gibi, açık havada reaksiyona girecek olsalar bile sadece küçük bir ön hazırlama gereklidir. Mükemmel mikroyapı kontrolü ve tabaka kalınlığının yüksek bir hassasiyetle seçilebildiği farklı mikroyapıların elde edilebilmesi için büyük bir potansiyel sunmaktadır. Ayrıca, folyo istif sırası ve folyo malzemeleri spesifik uygulamalar için optimize edilmiş dereceli yapıları (graded structures) ve mikroyapıları elde edecek şekilde kalınlıkça değiştirilebilmektedir. Dahası, bu kompozitler potansiyel olarak istenilen yüksek oranda anizotropik özelliklere sahiptirler (Harach, 2001).

Sonuç Ti-Al₃Ti kompoziti, Be alaşımlarına uzun araştırmalar sonucu elde edilen bir alternatiftir. Be alaşımları yüksek üretim maliyeti ve insan sağlığına karşı tehlikelerine karşılık yüksek hızlı uçaklar, füzeler (nozullar), uzay araçları ve uçak frenleri gibi uç uygulamalar için primer yapısal ısı azaltıcı malzemelerdir. Ti-Al₃Ti kompozitleri bu tür uygulamalar için gerekli kırılma tokluğu, termal iletkenlik, düşük ağırlık, katılık ve boyutsal kararlılık gibi özellikleri sağlar.

2.4 Metal-İntermetalik Laminatların Üretim Şekilleri

Metal–intermetalik kompozitleri üretmek için çeşitli proses yolları kullanılmaktadır: Ekstrüzyon, vakum plazma sprey, yönlü katılaştırma, ark döküm, PVD (Xia, 1999), difüzyonla birleştirme, biriktirme ve sprey şekillendirme (Adharapurapu, 2005). Her bir proses kendi özel koşullarına ve faz yapısına bağlı karakteristik mikroyapılar oluşturur ve hepsinin belirli sınırlamaları vardır. Xia ve ark (Xia, 1999), nikel aluminid/nikel laminat kompozitleri üretmek için interlayer in-situ reaksiyon prosesi olarak anılan bir proses geliştirmişlerdir. Burada düzenli dağılmış intermetalik tabakalar, alternatif metal levhalar arasında yüksek sıcaklıkta oluşan in situ reaksiyonla oluşturulmuştur. Deneylerde, laminat nikel aluminid elde etmek için saf nikel ve aluminyum levhalar kullanılmıştır. Levhalar önce %15-20 hidroklorik asitle 10 dakika yıkanmış ve sonra su ile temizlenmiştir. Kurulamadan sonra, aluminyum-nikel çok tabakalı yapısı, tabakalar arasında sıkı temas sağlamak için 220 MPa basınç altında preslenmiş ve 10⁻² Pa basınç altında vakum firınında işlem görmüştür.

Titanyum-titanyum tri aluminid metalik-intermetalik laminat (MIL) kompozitler yüksek sıcaklıklarda ve basınç altında kontrollü bir reaksiyon kullanarak bir yeni tek adımlı proses ile elementel titanyum ve aluminyum folyolarından üretilmektedir. Bu üretim tekniğinin yeniliği açık havada gerçekleştirilmesi ve tam yoğun bir laminat kompozit üretilmesidir. Orijinal titanyum ve aluminyum folyolarının kalınlığı, bütün aluminyum tabakasının bitişik titanyum tabakası ile reaksiyona girerek harcanacağı şekilde seçilmektedir. Bu tür bir tabaka tasarımı alternatif Al₃Ti ve Ti tabakalarından oluşan bir yapı ile sonuçlanır (**Şekil 2**) ve final tabakaların kalınlığı orijinal titanyum ve aluminyum folyoların kalınlığı oriyinal titanyum ve aluminyum folyoların kalınlığı bir yapı ile sonuçlanır (**Şekil 2**) ve final tabakaların kalınlığı orijinal titanyum ve aluminyum folyoların kalınlığına bağlı olur. Bu proses oldukça esnektir, zira Ti haricindeki metal/alaşım folyoları da ayrı ayrı veya kombinezon halinde metal-metal aluminid kompozitleri elde etmek için kullanılabilir. Mesela, Fe-bazlı, Ni-bazlı ve Co bazlı alaşımlar başlangıç malzemesi olarak Ti yerine kullanılıp yukarıdaki teknikle MIL kompozitler başarı ile üretilebilmiştir (Rohatgi, 2005).

Metal-intermetalik laminat (MİL) kompozitlerin üretimi ve sentezi NiAl ve Ni₃Al intermetaliklerinin üretilmesi için nikel ve aluminyum folyoları kullanılarak başlamıştır. Ancak bu folyoların yüksek termal iletkenliğinden dolayı nikel ve aluminyum arasındaki reaksiyon kendi kendini devam ettiremez. Bu nedenle folyolar nikel ve aluminyum tozlarından peletlere gömülmüş ve yeterli enerji toz reaksiyonundan sağlanmış ve %100NiAl

üretilmiştir. Takiben vakum ve koruyucu gaz atmosferi altında metal-intermetalik kompozit üretimleri yapılmıştır. Ancak, açık atmosferde MİL kompozit üretimi ile ilgili bilgi yoktur.



Şekil 2. a) Başlangıç titanyum ve aluminyum folyolarından hareketle üretilen b) tipik bir Ti-Al₃Ti MİL kompoziti

MİL kompozitlerin açık havada üretimi hem geniş plakaların kullanımı hem de şekil esnekliği açısından çok avantajlıdır. Ayrıca, açık havada proses üretim maliyetlerini de çok etkiler. Açık havada ısı kaynağı seçimi de esnektir. Başlangıç malzemeleri geniş bir kalınlık ve bileşim spektrumunda bulunabilir. Hazırlık masrafı azdır. Mükemmel mikroyapı kontrolü ve değişkenliği potansiyeli vardır. Nihayet bu tür kompozitler yüksek oranda anizotropik özelliklere sahiptirler (Harach, 2001).

MİL kompozit üretimi için kullanılan reaksiyon reaktif folyo metalurjisi ve reaksiyon birleştirmesi veya kendiliğinden yürüyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) olarak isimlendirilmektedir (Harach-2001, Adharapurapu-2005). Yüksek sıcaklık sentezi orijinal olarak toz bileşenler refrakter bileşikler üretmek için geliştirilmiş olup (dış ısı kaynağı olmadığında) kendi kendine yürüyen yüksek ekzotermik reaksiyon ile karakterize edilmektedir. Harach'ın çalışmasında (Harach, 2001), MIL kompozitler **reaktif folyo sinterleme tekniği** ile Al ve Ti folyolarının 700°C'de ısıtılan bir fırında basınç altında beraberce ısıl işleme tabii tutulması ile elde edilmiştir. Bu prosesin en önemli yanı, **özel bir koruyucu atmosfer gaz veya vakuma ihtiyaç duyulmaması** yani **ticari olarak mevcut Al ve Ti folyoları kullanılarak açık atmosferde yapılmış** olmasıdır. İşlem süresi 10 saat veya daha uzun olabilir. MIL prosesi değişken sıra ile aluminyum ve titanyum folyolarının dizilmesinden ve sonra kompozit sentez cihazına yerleştirilmesinden ibarettir. Folyo istifi/

dizisi kartuşla ısıtılmış iki nikel plaka arasına yerleştirilir ve yük uygulayan cihazın çenelerine bağlanır. Basınç uygulanması ve ısıtma açık havada yapılır. Başlangıç basıncı 3,8 MPa'dır. Sıcaklık 25°C'den 625°C'ye ısıtılır ve orada 2-3 saat beklenir. Bu, tabakaların difüzyon ile birbirine bağlanmasına imkan verir. Sıcaklık sonra 650°C'ye çıkarılır. Reaksiyonun başlaması basınçta azalmaya yol açar ve sıvı fazın oluşmaya başlaması ile basınç 1,5 MPa'a kadar düşer. Reaksiyonun tamamlanmasıyla, basınç tekrar 3,5 MPa'a yükseltilir. MIL prosesindeki basınç/sıcaklık ilişkisi aluminyumun tümüyle reaksiyona girecek ve son üründe tabakalar arasında hiçbir boşluk kalmayacak şekilde seçilmektedir. Başlangıç Al ve Ti alaşımı plakaların kalınlıkları final fazları arasında istenen kalınlık ve oranı verecek şekilde seçilmektedir. Folyo boyutları, Al₃Ti intermetalik bileşiği oluşturmak suretiyle aluminyumun tamamıyla harcanacağı şekilde seçilmektedir. Son ürün, kısmen reaksiyona girmemiş metalik Ti fazı ile Al₃Ti intermetalik tabakalarının sıra ile dizilmiş şeklinden ibarettir (Li, 2004).

2.5 Laminat Yapılarda Toklaştırma Mekanizmaları

Laminat kompozitler elektronik cihazlar, yapısal parçalar, zırh gibi bazı potansiyel alanlar için yoğun olarak araştırılmaktadır. Seramik-seramik, metal-seramik, metal-metal, metal-seramik-intermetalik ve metal-intermetalik sistemler arzu edilen özeliklere sahiptirler (Li, 2004).

Alternatif metal ve intermetalik veya seramik tabakalardan yapılan laminat yapılar yapı elemanlarının özelliklerinde önemli iyileşmeler sağlamaktadır. Bunun sonucu olarak, yakın zamanlarda, metal-intermetalik laminat kompozitler üzerinde yoğun bir ilgi oluşmuştur. Malzemelerin tokluğunu artırmak için laminat kompozit tasarlama fikri yeni değildir. 1966'larda Ti-5Al-2,5 Sn alaşım laminatları aynı kalınlıklı kitlesel numuneden 6-7 kat daha yüksek tokluk göstermişlerdir. Laminatların yüksek tokluğu çeşitli toklaştırma mekanizmalarından ileri gelmektedir (Rohatgi, 2005).

Yapısal malzemeler açısından önemli bir özellik statik ve çevrimli yüklemeler altında çatlak ilerlemesine dirençtir. Malzemelerde tokluk mekanizmaları kabaca iki kategoriye ayrılabilir: Dahili ve harici.

Dahili toklaştırma, mikroyapının çatlak ilerlemesine gösterdiği doğal direncin bir sonucu olarak ortaya çıkar. Bu mekanizma tane şeklini, tane boyut etkilerini, çökeltileri, partiküller arası mesafeleri, alaşım elementlerini, bağ mukavemeti, sünekliği vb içerir ve bunlar

dislokasyon hareketliliği veya plastik zon boyutlarını değiştirmeye meylederler. Metallerde, dahili toklaştırma plastik deformasyonla ilgilidir (Adharapurapu-2005, Rohatgi, 2005).

Harici toklaştırma çatlak ucunda lokal gerilme şiddetini ve bu şekilde çatlak ilerlemesi için "itici güç"ü azaltan mekanizmalara dayanır (Rohatgi, 2005). İntermetalik ve seramikler genelde çok az dislokasyon hareketi gösterirler veya hiç göstermezler, bu nedenle doğal veya dahili çatlak ilerleme dirençleri çok küçüktür. Bu tür yüksek derecede gevrek malzemelerde, kararsız kırılma ve ardından hasar, uygulanan gerilme şiddet faktörü malzemenin kırılma direncine (Kıc) ulaşınca meydana gelir ve çatlak ilerlemesi sırasında hemen hemen sabit kalır. Gevrek malzemelerde, harici bir toklaştırma çatlak zonunun arkasında bir proses zonu meydana getirmek suretiyle tokluk artışı için etkili bir şekilde kullanılabilir. Tokluk artışı sağlayan bu tür davranış R-eğrisi davranışı olarak bilinir ve çatlak ilerlemesine direnci artırır. Bazı tür seramiklerde, dönüşüm toklaşması gibi başka türlü harici toklaştırma mekanizmaları da vardır.

İyi bilinmektedir ki, seramik ve intermetalikler gibi gevrek malzemelerin mühendislikte geniş çaplı kullanımını onların düşük toklukları sınırlamaktadır. Çatlak yayılması için gerekli kritik gerilme şiddetini artırmak için çeşitli toklaştırma stratejileri önerilmiştir. Gevrek seramik/intermetalik sistemlerde toklaştırma en etkili bir şekilde tipik olarak sünek faz takviyesi ile yapılır, burada deforme olan sünek fazın plastik işi enerji tüketimini artırmak için kullanılmaktadır. Sünek faz proses sırasında değişmeden kalır ve ilerleyen çatlağın yüzeyleri arasında bir köprü kurmaya çalışır (Peng, 2005-1, Peng, 2005-2). Bu köprü çatlak ilerlemesine kapalı alanlar meydana getirmek suretiyle bağ bölgesinde çatlak açılımını ve çatlak büyümesini sınırlar; kompozitin kırılma direncini artırmak için sünek metal fazındaki plastik deformasyon enerjisinden faydalanır (Harach, 2001). Takviyeden sonra gevrek seramik sistemlerde, daha önce söylendiği gibi, ana özellik onların R-eğrisi davranışı göstermeleridir.

Ti-Al₃Ti laminat kompozitlerindeki toklaştırma harici türdür. Laminat kompozitlerde etkili olan çeşitli harici toklaştırma mekanizmaları aşağıda kısaca anlatılmaktadır (Rohatgi, 2005):

 Çatlak saptırma: Bu mekanizma ilerleyen bir çatlağın önünde tabaka delaminasyonu oluştuğu zaman veya bir çatlak bir ara yüzeyle karşılaştığı zaman meydana gelir. Bu mekanizma metalik fazın miktarından bağımsızdır.

- Çatlak körelmesi: Bu mekanizma bir çatlak kopmuş bir bölge ile karşılaştığı zaman meydana gelir ve sonuç olarak, sapar ve körelir. Bu mekanizma metal faz miktarından bağımsızdır.
- Çatlak köprüleşmesi. Bu mekanizmada, kırılmamış sünek tabaka çatlağın hareketini önler ve çatlak ilerlemesi köprü oluşturan unsurların (ligament) gerilmesini gerektirir. Bu mekanizma tipik R-eğrisi davranışı verir ve sünek faz miktarına bağlıdır.
- Gerilme dağılımının değişmesi: Çatlak ucu önündeki tabakalardaki delaminasyonlar bir lokal gerilme azalması veya yeniden dağılımına sebep olur. Bu mekanizma Reğrisi davranışına sonuç verebilir.
- 5) Çatlak alnının kıvrılması (convolution): Birbirine benzemeyen sünek tabakalardan ibaret bir kompozit çatlak test edildiğinde, daha az sünek bileşendeki çatlak alnı daha sünek bileşendeki çatlağa gider (yönelir). Sonuç çatlak alnı önemli ölçüde kıvrılmış olur ve ara yüzeyde delaminasyona yol açabilir. Bu şekilde çatlak yavaşlar ve daha sünek tabakada çatlak ilerlemesi için gerekli plastik yırtılma ile hızı azaltılır. Bu mekanizma metalik fazın hacim fraksiyonuna bağlıdır ve R-eğrisi davranışı ile sonuçlanabilir.
- 6) Lokal deformasyon modunda değişme: Bölücü yönde test edilen bir laminata, çatlak ucunda önemli deformasyon her bir tabakanın deformasyon modunu düzlem şekil değişiminden düzlem gerilmeye değiştirebilir. Deformasyon modundaki bu değişim tabakaların düz kırılmadan ziyade kayma ile kırılmasına neden olabilir ve bunun sonucunda çatlak büyümesi için gerekli gerilme artar. Bu toklaştırma mekanizması Reğrisi davranışı ile sonuçlanabilir.

2.6 Ti-Al İkili Denge Diyagramı

Şekil 3'de gösterilen Ti-Al ikili denge diyagramı oldukça karışıktır ve farklı kaynaklardaki diyagramlarda önemli farklar bulunur. Aluminyum 665 ve titanyum 1670°C'de ergimektedir. Katı halde aluminyum herhangi bir faz dönüşümü göstermez. Titanyum ise faz dönüşümü gösterir: Sıkı paket hekzagonal yapılı α -Ti oda sıcaklığından 882°C'ye kadar kararlıdır; bu sıcaklıkta ergime sıcaklığına kadar kararlı olan β -Ti'a dönüşür. Birçok titanyum alaşımının özellikleri bu fazların oranları ayarlanmak sureti ile kontrol edilebilmektedir.

Ti-Al ikili denge diyagramda 4 intermetalik bileşik vardır:

 $α_2$ -Ti₃Al: Yaklaşık olarak ağırlıkça %13-23 Al içerikleri arasında karalı olan bu faz yaklaşık 1210°C de ötekteoid reaksiyonla (α-Ti + β-Ti → Ti₃Al) oluşur.

γ-TiAl: Yaklaşık ağ. %36-42 Al içerikleri arasında yaşayan bu bileşik bileşime bağlı olarak 1350°C üzerindeki sıcaklıklarda ergir. Yaklaşık 1430°C'de ve ağ.% 40 Al bileşiminde α-Ti ve sıvıdan peritektik reaksiyonla oluşur (α-Ti + Sıvı → γ-TiAl).

TiAl₂: Yaklaşık olarak ağ. %51-52 Al bileşim aralığında bulunan bu bileşik 1250°C'de γ TiAl ve δ fazlarından ötektoid reaksiyon ile oluşur. Δ fazı yaklaşık 1150°C üzerinde dar bir aralıkta kararlıdır.



Şekil 3. Al-Ti ikili denge diyagramı (Mishin, 2000)

TiAl₃ (Al₃Ti): Ağırlıkça yaklaşık %63 Al bileşiminde bulunan bir intermetaliktir. Yaklaşık 1330°C'de ağ. %63 Al bileşiminde δ ve sıvı fazlarından peritektik reaksiyon ile oluşur. Daha düşük aluminyum bileşimlerinde TiAl2 ve daha yüksek Al bileşimlerinde sıvı (yüksek sıcaklıklar) veya Al (düşük sıcaklıklar) ile beraber bulunur. Bu bileşik yüksek elastik modül, yüksek katılık ve yüksek basma mukavemeti gibi özellikleri ile dikkat çekmektedir.

Ti-Al sistemindeki çeşitli mümkün aluminidlerden, Ti ile aluminyum direkt reaksiyona girdiği zaman, Al₃Ti intermetaliğinin oluşumu termodinamik ve kinetik açıdan diğer aluminidlerin oluşumuna tercih edilmektedir. Al₃Ti'un bu tercihli oluşumu bir tesadüftür, zira TiAl₃ ve TiAl gibi diğer aluminidlere nazaran onun Young Modülü (216 GPa) ve oksidasyon direnci yüksek ve yoğunluğu (3,3 gr/cm3) düşüktür. Al₃Ti'un (genelde intermetaliklerin) yüksek basma mukavemeti ve yüksek basma katılığı onların yüksek bağ mukavemetlerinden ileri gelir. Bununla beraber, sınırlı dislokasyon hareketliliği, yetersiz sayıda kayma veya ikizlenme sistemleri ve/veya çatlak ucunda çok az plastik deformasyon (veya hiç plastik deformasyon) nedeniyle çok düşük yüzey enerjisi gibi nedenlerden dolayı intermetalikler düşük sıcaklıklarda gevrektirler. Mesela, Al3Ti oda sıcaklığında aşırı gevrektir ve yaklaşık 2 MPam1/2'lik çok düşük bir kırılma tokluğuna sahiptir (Rohatgi, 2005).

Al-Ti denge diyagramındaki titanyumca zengin bileşikler, Ti₃Al ve TiAl, bir bileşim aralığında bulunurlar. Bu iki bileşiğin aksine, Al₃Ti bir çizgi bileşiğidir ve tetragonal DO22 birim hücresinde kristalleşir. Ti₃Al, TiAl ve TiAl₃ katı Ti ve sıvı Al içeren reaksiyonlardan oluşurken diğer bileşikler (TiAl₂, Ti₂Al₅) ise bir seri katı-sıvı ve/veya katı hal reaksiyonlarından meydana gelirler. Bunlar için başlangıç fazlarından biri olarak TiAl oluşumu gereklidir. Toz metalurjisi yolu ile titanyum aluminid sentezi üzerinde yapılan çalışmalar Ti-Al sistemindeki diğer tüm aluminidlerden önce Al₃Ti'nin oluştuğunu göstermiştir (Peng, 2005-1). Ti-Al sisteminde yapılan termodinamik çalışmalarda çeşitli intermetalik bileşikler için serbest enerjiler hesaplanmıştır. 273-1473 K sıcaklık aralığında, Al₃Ti'un TiAl ve Ti₃Al bileşiklerinden daha düşük oluşum serbest enerjisine sahip olduğu bulunmuştur. Sonuçta, katı titanyum ve sıvı aluminidlere üstünlük sağlar (Peng, 2005-1, Peng, 2005-2).

BÖLÜM 3

Deneysel Çalışmalar

3.1 Deney Malzemeleri

Deneylerde, Alfa Aesar (<u>www.alfa-chemcat.com</u>) firmasından temin edilen ve özellikleri **Tablo 1**'de verilen folyolar kullanılmıştır. Folyo saflık ve kalınlıklarının seçiminde şu faktörler göz önüne alınmıştır:

- a) Saflık: Literatürde bu derecede saf olmayan, hatta Al ve Ti alaşımları kullanılarak MİL kompozit üretildiğine dair çalışmalar vardır. Dolayısıyla, folyonun saflığı MIL kompozit üretimi için birinci derecede belirleyici bir faktör değildir. Ancak, bir dereceye kadar saf folyoların kullanılması oluşacak intermetalik fazları tanımlamada kolaylık sağlar. Folyo bileşimlerinin yukarıdaki gibi seçilmesi, Al ve Ti denge diyagramı göz önüne alındığında, olası intermetalik faz sayısını denge diyagramındaki fazlarla sınırlar ve faz tanımlamasını kolaylaştırır. Ancak, istenirse daha karmaşık bileşimli alaşım folyoları kullanılarak MIL kompozit üretimi ve o koşullarda faz tanımlaması da mümkündür. Folyoların saflık derecelerinin birbirinden farklı olması noktasında ise, folyo üreticisi firmanın koşullarına bağlı kalınmıştır.
- b) Kalınlık: Folyo kalınlıklarının seçimi iki faktörce etkilenmiştir: i) Literatürdeki çalışmalar ve ii) Son üründe metalik fazın kalması gereği. Özellikle ikinci faktör önemlidir. Zira, MİL kompozit üretimi sırasında, Al ve Ti folyolar arasında bir difüzyon reaksiyonu ile intermetalik faz oluşur. Son üründe, hem metalik hem de intermetalik fazların kalması gerektiği için, özellikle yüksek sıcaklıklardaki uzun tutma sürelerinde reaksiyona girmemiş metalik Ti fazının kalmış olması istenirken metalik aluminyum ise tamamen tüketilmelidir. Bu nedenle, iki yanından aluminyum ile çevrili olmasından dolayı, reaksiyona girmemiş bir titanyum tabakasının kalmasını sağlamak için her istifteki titanyum folyoların kalınlığı aluminyum folyonun kalınlığına eş veya ondan daha büyük olmalıdır. Bu çalışmada, folyo kalınlıkları eşit seçilmiş ve 250 µm kalınlıklı aluminyum ve titanyum folyolar kullanılmıştır.

I ubio I. Deneyic	abio 1. Deneyterde Kanalman foryolarin özemikleri								
Folyo adı	Kalınlığı, µm*	Saflık, %*							
Ti	250	99,5							
Al	250	99							

Tablo 1. Deneylerde kullanılan folyoların özellikleri

*Kalınlık ve saflık değerleri, tedarikçi firma tarafından sağlanan ürün kartları üzerindeki değerlerdir.

3.2 Deneylerin Yapılışı

Tablo 1'de özellikleri verilen folyolardan 8x14 mm boyutlarında parçalar kesilmiş, parça kenarları çapaklardan arındırılmış ve birbirlerine iyi temas etmeleri için, kesme sırasında oluşan düzgünsüzlükler bir el presi yardımı ile giderilerek mümkün olduğunca düz bir yüzey elde edilmesi sağlanmıştır. Alkol ile yıkanan titanyum ve aluminyum folyo numuneleri kurutulduktan sonra bir cımbız yardımıyla ardışık sıralı dizilerek düzgün bir şekilde istif edilmişlerdir. İstiflerin alt ve üst sıraları titanyum folyolardan oluşur. Dolayısı ile her istifte aluminyum folyodan bir fazla titanyum folyo bulunmaktadır. Örnek olarak; 250 µm kalınlığında folyolar kullanıldığında, 4 titanyum ve 3 aluminyum folyosu beraberce istif edilmişlerdir. İstif kalınlığının yaklaşık olarak aynı olmasına (1500 ± 250 µm) dikkat edilmiştir. Folyo istifleri bir refrakter zemin üzerine özenle yerleştirildikten sonra üzerlerine, 2 MPa basınç sağlayacak şekilde sabit yükler uygulanmıştır. Yüksek yük uygulamalarının özellikle yüksek sıcaklıklarda eriyen aluminyumun basınç etkisi ile titanyum folyoların arasından dışarı akmasına yol actığı ve bunun sonucu olarak titanyum folyoların bir ara intermetalik tabaka ile birbirlerine bağlanmasında problemler meydana geldiği görülmüştür. İstifler, açık atmosferli bir elektrik direnç fırınına yerleştirilmiş ve kademeli olarak işlem sıcaklığına ısıtılmışlardır. Fırının ısıtma hızı 10°C/dakika olarak seçilmiş, 500°C sıcaklığına erişildiğinde 10 dakika beklenmiştir. Süre, fırın istenen sıcaklığa eriştikten itibaren ölçülmüştür (Sekil 4). Yukarıda anlatılan koşullar altında önceden belirlenen süreler fırında tutulan ve sürenin bitiminde oda sıcaklığına soğumasından sonra fırından alınan istifler gerekli incelemelerin yapılması için hazırlanmışlardır.

Fırın sıcaklıkları 650 ve 700°C ve tutma süresi ise 2,5 - 5 - 7,5 ve 10 saat olarak seçilmiştir. Süre tamamlandığında, numuneler fırında soğutulmuştur. Bu nedenle, fırının sıcaklığı yavaş bir şekilde azaldığı için, difüzyon reaksiyonunun belirlenenden daha uzun bir süre devam etmiş olması mümkündür. Elde edilen numunelerin mikroyapıları ve fazların kimyasal bileşimleri SEM ve SEM-EDS, faz yapıları XRD, faz sertlikleri ve sertlik dağılımları mikrosertlik, tabaka kalınlıkları optik mikroskop ile incelenmiştir. İntermetalik tabakanın kırılma tokluğu Vickers sertlik ucu ile oluşturulan izler yardımı ile belirlenmiş, Brinell ve Vickers uçları ile çatlatılan kompozit numunelerinin kırılma davranışları SEM kullanılarak karakterize edilmiştir.



Şekil 4. Deneylerde uygulanan tipik bir ısıtma rejimi

BÖLÜM 4

Deney Sonuçları ve İrdeleme

4.1 Mikroyapı İncelemeleri

Sinterlenmiş ürünler dik kesitlerini gösterecek şekilde kalıplandıktan sonra normal metalografik yollarla zımparalanmış ve parlatılmıştır. İntermetalik faz ile metalik fazın kolay ayırt edilebilir olması ve denemelerde bu fazın çözelti ile çok hızlı bir şekilde reaksiyona girerek yüzey kalitesini bozması nedeniyle, numuneler dağlanmamıştır. JEOL 6060 LV taramalı elektron mikroskobu kullanılarak sinterlenmiş numunelerin mikroyapıları sekonder elektron ve geri saçılan elektron modları ile incelenmiş ve EDS yardımıyla fazların kimyasal yapıları belirlenmiştir.

Sekil 5'de 650°C'de 2,5 saat süre ile 2 MPa basınç altında işlem gören 4 Ti ve 3 Al folyo istifinin Ti ve Al birleşme yüzeylerinin SEM görüntüsü verilmiştir. Resimde, alt ve üstteki açık bölgeler Ti, ortadaki koyu gri bölge Al'dur (Şekil 5b). Al ve Ti arasında kalan açık gri bölgeler ise Al ve Ti'un reaksiyona girdiği arayüzeylerdir. Bu bölgede intermetalik oluşumu başlamıştır. İntermetalik oluşumunun aluminyum ve titanyumun zenginleştiği bölgelerde tomurcuklar şeklinde başladığı ve Ti/Al ara yüzeyinden itibaren hem Al folyonun merkezine doğru (titanyum atomlarının hareketi) hem de Ti folyo tarafına doğru (Al atomlarının hareketi ile) yürüdüğü açıkça görülmektedir. Bu durum literatürde anlatılan mekanizma ile tam olarak uyumludur (Harach, 2001). İşlem sıcaklığı aluminyumun ergime sıcaklığına çok yakındır, bu bakımdan Ti atomlarının aluminyum folyo içerisinde çok daha hızlı hareket edecekleri açıktır. İntermetalik fazı ile gerek metalik titanyum ve gerekse metalik aluminyumun arayüzeyinin girintili çıkıntılı morfolojisi büyüme şeklinin bir sonucudur ve karakteristiktir. Şekil 5'deki SEM mikrografi ve SEM-EDS analiz sonuçları 650°C'de 2,5 saat sinterlenmiş bir numunede difüzyonun başladığını fakat tamamlanmadığını göstermektedir. İstenen kompozitin üretimi için Al'un tükenerek intermetalik faza dönüşmesi gereklidir ve bunun için koşullar yeterli değildir.

Ti-Al ikili denge diyagramından, Al₃Ti fazının kararlılık aralığının ağırlıkça 63-64 Al içeriğinde bulunduğu görülür (**Şekil 3**). Denge diyagramında, daha yüksek aluminyum oranlarında (67-68 gibi) Al₃Ti ile birlikte metalik aluminyum vardır. **Şekil 5b**'de verilen ağırlıkça element oranlarından yapıda metalik Ti ve Al ile birlikte bir miktar Al₃Ti fazının oluştuğu anlaşılmaktadır. **Şekil 6**'da EDS paternleri örnek olarak verilmiştir.



Element, ağ. %	1	2	3	4	5	6	7
Al	68,8	68,2	100	67,4	68,3	100	-
Ti	31,2	31,8	-	32,6	31,7	-	100

Şekil 5. 650°C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunenin SEM mikroyapısı ve işaretli noktaların EDS analizleri

İşlem süresinin artması ile aluminyum folyonun tüm kesiti boyunca titanyum difüzyonu gerçekleşir ve merkezde dahi titanyumun zenginleştiği görülür. **Şekil 7**'de 250µm Ti–250µm Al kalınlığında folyolar kullanılarak oluşturulan ve 650°C'de 5 saat sinterlenen numunenin SEM mikroyapısı görülmektedir. Bu numune üzerinde yapılan SEM-EDS analizleri (**Şekil 7b**)

1, 2, 3 ve 5 noktalarının bileşiminin Al₃Ti bileşiğine yakın olduğunu ortaya koymuştur. 4 ve 6 numaralı noktalarda ise alüminyumun yüksek konsantrasyonda olduğu ve az miktarda oksijenin bulunduğu görülmüştür. **Şekil 7**'deki yapı süreksizlikler göstermektedir (açık koyu bölgeler); bu durum büyüme morfoljisinin bir sonucudur ve aluminyumun tüketilmesi daha uzun süre ve/veya yüksek sıcaklıkları gerektirir. Bu numunenin daha yüksek büyütmelerde alınan bir görüntüsü aluminid tabakasının tomurcuklu morfolojisini gayet güzel bir şekilde sergilemiştir (**Şekil 8**), bu resimdeki koyu bölgelerin esasen aluminyumca zengindir.



c)

Şekil 6. **Şekil 5**'deki mikroyapıya ait karakteristik EDS paternleri; a) %100 Ti, b) Ti ve Al (Al₃Ti), c) %100 Al



Element, ağ. %	1	2	3	4	5	6
Al	68,8	74,4	67,7	96,7	67,6	96
Ti	31,2	25,6	32,3	1,9	32,4	-
0	-	-	-	1,4	-	4

Şekil 7. 650°C'de 5 saat sinterlenmiş numunenin SEM mikroyapısı ve işaretli noktaların EDS analizleri



Şekil 8. **Şekil 7**'deki numunenin orta bölgelerinin yüksek büyütmelerdeki görüntüsü (gri tomurcuklar titanyum aluminid ve koyu bölgeler metalik aluminyumca zengin bölgeler)

650°C'de işlem süresinin artması ile metalik aluminyum tamamen harcanır ve tüm kesit boyunca neredeyse homojen yapılı bir aluminid tabakası oluşur.

Bazı deneylerde, numunelerde aluminyum folyonun tam ortasında süreksiz hatlar görülmüştür. **Şekil 9**'da 650°C de 7,5 saat sinterlenmiş numunede bir örneği gösterilen bu durum daha ziyade çok sayıda katman istifleyerek veya ince folyolar kullanılarak yapılan numunelerde görülmektedir. Bir boşluk şeklinde görülen bu süreksizlik gerçekte intermetalik tabakanın merkez hattında bulunmaktadır. Nedeni, buranın son dönüşen hat olması ve burada oksit, reaksiyon atığı ve safsızlıkların yoğunlaşmasıdır.



Şekil 9. 650°C'de 7,5 saat sinterlenmiş 250µm Ti–100µm Al istifli numunenin SEM mikroyapısı ve intermetalik tabakada ayrılmalar

Şekil 10'da 700°C'de 2,5-7,5 ve 10 saat süreler ile işlem görmüş Ti-Al istiflerinin düşük büyütmeli SEM görüntüleri verilmiştir. Genel olarak, bu görüntüler benzerdir: Titanyum (açık renk) ve aluminyum (koyu renk) tabakaları birbirlerine iyi yapışmıştır. Aluminyum tabakasının yapısı değişmiş ve titanyum aluminide dönüşüm başlamış ve gerçekleşmiştir. Bu tabakanın titanyum tabakasına komşu bölgelerinde monoblok bir yapı gözlenirken orta kısımlar porozitelidir. İşlem sıcaklığı artıkça ve işlem süresi uzadıkça porozite miktarı azalmaktadır. Ancak, 700°C'de 10 saat işlem gören numunelerde dahi halen bir miktar porozite görülmektedir. Başlangıç titanyum ve aluminyum folyoları porozitesiz olduklarına göre, bu porozite titanyum aluminid oluşumu sırasında meydana gelir ve miktarı titanyum aluminid oluşumu ile ters orantılıdır.



Şekil 10. 700°C'de a) 2,5, b) 7,5 ve c) 10 saat süreler ile işlem görmüş Ti-Al istiflerinin düşük büyütmeli SEM görüntüleri (a resmi BSE, diğerleri SE görüntüsü).

700°C'lik işlem sıcaklığında yapılan deneylerde kısa sürelerde bile metalik aluminyum görünmez olmuş (**Şekil 11**) ve aluminyum ve titanyumun oldukça homojen olarak dağıldığı

bir intermetalik tabakası elde edilmiştir. Burada, örnek olarak 700°C'de 2,5 saat sinterlenen numunelere ait resim ve analizler verilmiştir.

Başlangıçta 250µm Ti–250µm Al kalınlığındaki folyolar kullanılarak oluşturulan ve 700°C'de 10 saat pişirilen numunenin SEM mikrografi **Şekil 12a**'da ve EDS analiz sonuçları **Şekil 12b**'de verilmiştir. Bu numuneye ait ağırlıkça element oranları incelendiğinde 1. noktada Ti ve 2, 3 ve 4 numaralı noktalarda ise Al₃Ti bileşimine yakın bir bileşim vardır, ancak kesitin ortasına düşen 3 numaralı noktada bir miktar oksijen de bulunmaktadır. X ışınları incelemeleri de bazı numunelerde az da olsa TiO₂ fazı detekte edilmiştir.

Dikkat edilirse, **Şekil 12**'de metalik titanyum ve aluminid arayüzeyinin dalgalı bir morfolojiye sahip olduğu görülür. Titanyum aluminid oluşumunun henüz başladığı 650°C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunenin yapısını gösteren **Şekil 5**'deki arayüzeyin aşırı girintili çıkıntılı morfolojisi yerine titanyum aluminid olşumunun tamamlandığı bu şekildeki arayüzeyin morfolojisi oldukça farklıdır ve arayüzey nispeten düz sayılabilir. Arayüzeyin bu değişken morfolojisi, bir anlamda, titanyum aluminid oluşumunu değerlendirmek için bir tür görsel kıstas gibi alınabilir.



Element, ağ. %	1	2	3	4	5	6
Al	-	67	67,3	67,4	68,1	87,6
Ti	100	33	32,7	32,6	31,9	32,4

Şekil 11. 700°C de 2,5 saat sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve işaretli noktaların (EDS) elementel analiz sonuçları

Ti		+1		
		+ ₂		
		+ ₃ + ₄		
Ti	AND ST	130x	200	um
lement, ağ. %	1	2	3	4
Al	-	67,4	66,5	67,4
Ti	100	32,6	24,7	32,6
0	-	-	8,8	-

Şekil 12. 700°C'de 10 saat işlem gören numunenin SEM mikrografi ve işaretli noktaların EDS kimyasal analizleri

Düşük büyütmeli SEM görüntülerinde titanyum aluminid tabakası homojen gibi görünmekle beraber gerçekte orta kısımlarda poroziteli bir yapı vardır (Şekil 13). Bu durum SEM'de yüksek büyütmelerde daha açık olarak görülmektedir (Şekil 14). Bu porozitelerin reaksiyona son katılan aluminyum bölgelerine ait olduğu düşünülmekle beraber, EDS analizleri bu bölgelerde belirgin bir aluminyum fazlalığı göstermemiştir. Açıkça, daha hassas analizler yapılması ihtiyacı vardır. (Şekil 14b). Bu küçük porozitelerin varlığı ile ilgili iki yorum yapılabilir:

- a) Dış basınç bir ölçüde yetersizdir,
- b) Yoğunluğu düşük (2,7 g/cm³) olan aluminyumdan daha yoğun (3,3 g/cm³) bir intermetalik faz oluşmaktadır (hacim daha az olacak)

Titanyumun yoğunluğu 4,1 gr/cm³ ve aluminyumun yoğunluğu 2,7 gr/cm³'tür. Bunlardan oluşan Al₃Ti aluminidinin yoğunluğu ise 3,3 gr/cm³'tür (Cahn, 1996). Titanyum aluminid oluşumuna bakıldığında, bu dönüşümün gerçekleşmesi için aluminyum içerisine titanyum atomlarının difüze olması gerektiği görülür. Ancak, difüzyon sıcaklık ve zamana bağlı olarak gerçekleşir. Yani hafif (yüksek hacimli) aluminyumun daha yoğun (ancak düşük hacimli) Al₃Ti'a tam olarak dönüşmesi için daha uzun süre titanyum difüzyonu gerekecektir. En

önemlisi, büyük hacmin yerini küçük hacimli fazın tam olarak doldurması için de hem bu süreye hem de basınç uygulanmasına ihtiyaç vardır. Sonuç olarak, poroziteler, ancak yüksek sıcaklık ve uzun sürelerde ve yüksek basınç altında kaybolacaktır.



Şekil 13. a) 650°C'de 7,5 saat ve 700°C'de b) 2,5, c) 7,5 ve d) 10 saat sürelerle işlem görmüş Ti-Al istiflerinde Al₃Ti tabakasında poroziteler.



Şekil 14. 700°C'de 10 saat sinterlenen numunenin Al₃Ti tabakasının merkez bölgesinin yüksek büyütmedeki SEM mikrografi ve işaretli noktaların EDS analizleri

650°C'de 7,5 saat ve 700°C'de 2,5-7,5 ve 10 saatlik işlemler sonucu elde edilen Ti-Al₃Ti yapıları bileşim açısından da oldukça benzerdir. Yani, Ti-Al folyo istifi yeterince yüksek sıcaklıkta basınç altında tutulduğunda, titanyum atomları hızlı bir şekilde aluminyum tabakası içerisine girmekte ve arayüzeyden içeriye doğru hızlı bir titanyum zenginleşmesi olmaktadır. Kısa süreli işlemlerde bile, titanyum aluminid tabakasının titanyuma komşu bölgeleri ile orta kısımları neredeyse aynı kimyasal bileşime ulaşmıştır. Bu kısımlar tamamen kompakt bir yapıya sahip olmuşken iç kısımlarda belirgin porozite vardır (**Şekil 15**). Tutma süresindeki farklılık, daha önce ifade edildiği gibi porozite boyutlarında kendini göstermektedir. Ancak, kısa sürelerde veya düşük sıcaklıklarda, henüz titanyum aluminid oluşumuna katılmamış (veya titanyumun difüze olmadığı) bir miktar aluminyum bulunmaktadır.



Şekil 15. 700°C'de 2,5, saat işlem gören numunelerde titanyun trialuminid (Al₃Ti) tabakasının a) titanyuma komşu ve b) merkez bölgesi. Titanyuma komşu bölge oldukça kompakt bir yapı gösterirken, merkez bölgesinde yoğun porozite bulunmaktadır.

4.2 Faz Analizi

Rigaku D/MAX/2200 model x-ışınları difraktometresi ile Cu Kα radyasyonu kullanılarak numunelerin dik kesitlerinden (hem Ti hem de intermetalik fazları gösterecek şekilde) XRD analizleri yapılmıştır. Örnek olarak, 650°C'de 2,5 saat, 700°C'de 7,5 saat ve 700°C'de 10 saat süre ile işlem gören numunelerin XRD paternleri **Şekil 16-18**'de gösterilmiştir. Yapılan XRD incelemeleri işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak faz yapısı ve şiddetindeki değişimleri ortaya koymuştur. 650°C'de 2,5 saat süre ile işlem gören numunelerde hakim fazların metalik aluminyum ve metalik titanyum olduğu, fakat titanyum aluminid intermetaliğinin oluşmaya başladığı detekte edilmiştir. (**Şekil 16**). 650°C'de işlem süresinin 5 saate artması ile metalik aluminyum ve titanyum aluminid ana fazlarından ibarettir. Sürenin 7,5 saat olması durumunda ise metalik aluminyum çok azalmış buna karşılık Al₃Ti hakim faz olmuştur.



Şekil 16. 650°C'de 2,5 saat süre ile işlem gören numunenin XRD paterni

700°C'de 2,5 saat işlem gören numunelerde hakim fazlar metalik titanyum ve Al₃Ti intermetliğidir, metalik aluminyum çok azalmıştır. Bu numunede düşük şiddetli TiO₂ piki de detekte edilmiştir. Süre artışı ile metalik aluminyum piki iyice küçülmüş ve 10 saat işlem gören numunelerde neredeyse kaybolmuştur. 700°C'de süre artışı ile Al₃Ti fazının şiddeti artarken metalik titanyum fazının şiddeti azalmıştır (**Şekil 17 ve 18**). Bazı numunelerde zayıf bir TiO₂ piki detekte edilmiş ancak Al₂O₃ piki gözlenmemiştir. 700°C'de 10 saat süre ile işlem gören numunenin faz yapısı referans alındığı zaman, burada sunulan XRD sonuçları literatürde farklı çalışmalarda sunulanlarla tamamen benzerdir (Harach-2001, Peng-2005-1).



Şekil 17. 700°C'de 7.5 saat süre ile işlem gören numunenin XRD paterni



Şekil 18. 700°C'de 10 saat süre ile işlem gören numunenin XRD paterni

XRD analizlerinde az miktarda TiO₂ bulunurken fark edilir bir Al₂O₃ fazı detekte edilememiştir. Bilindiği gibi, bu çalışmada kullanılan hem aluminyum hem de titanyum kuvvetli oksitlenme eğilimleri vardır. Bu açıdan, açık atmosfer koşullarında gerçekleştirilen deneylerde, gerçekte TiO₂ olumu gözlenmişken Al₂O₃ oluşumunun da gözlenmesi beklenirdi. Zira aluminyum oksitin oluşum serbest enerjisi titanyum oksit oluşum serbet enerjisinden daha düşüktür. Ancak, titanyum aluminid teşekkülü sırasında titanyum fazının yaşamasına karşılık aluminyum fazının hızlı bir şekilde harcanarak azalması ve titanyum aluminide dönüşmesi nedeniyle, detekte edilebilir aluminyum oksit oluşumu için sürenin yeterli olmadığı (veya oluşmuşsa da, miktarın deteksiyon sınırları altında kaldığı) düşünülebilir.

4.3 Sertlik

Numunelerin sertlikleri bir mikrosertlik cihazı yardımı ile Vickers sertliği cinsinden ölçülmüştür. Genel olarak; metalik alüminyumun sertliği 30 HV, titanyumun sertliği 120–150 HV ve intermetalik fazın sertliği ise 300–650 HV mertebesindededir. Metalik fazların sertlikleri işlem öncesi sertliklerine yakındır ve işlem parametreleri ile sertlik değişimleri çok önemli değildir. Ancak intermetalik tabakaların sertlikleri a) tabaka kalınlığı boyunca ve b) işlem sıcaklığı ve süresi ile dikkat çekecek şekilde değişim göstermektedir.

İntermetalik tabakanın metalik titanyuma komşu bölgeleri en yüksek sertliğe sahiptir. Tabakanın merkezine doğru sertlik düşmektedir. Bu durum esasen beklenen bir durumdur; zira titanyuma komşu bölgelerde Al₃Ti oluşumu en erken tamamlanır (yani aluminyum harcanması ve stokiometrik Al₃Ti bileşimine erişme/yaklaşma öncelikle bu bölgelerde olur). Dolayısı ile bu bölgelerin sertliği Al₃Ti sertliğine en yakın veya ona eş değer olur. Tabakanın iç kısımlarının sertliği ise, kısa süreler ve düşük sıcaklıklarda düşükken, süre ve sıcaklık arttıkça, aluminyumun harcanarak Al₃Ti oluşumun ilerlemesine bağlı olarak yükselmektedir.

650°C'de 2,5 saat işlem gören numunelerde titanyum aluminid oluşumu henüz başlamış olduğu için sadece metalik titanyum ve aluminyum bölgelerinin sertlikleri ölçülebilmiştir. Şekil 19 bu numuneye ait bir kesit boyunca sertlik dağılımını vermektedir. Bu diyagramdan, titanyumun sertliğinin 130 HV ve aluminyumun ise (merkezde) 30 HV mertebesinde olduğu görülmektedir. Aluminyum bölhesinin sertliğinde merkezden kenarlara doğru bir artış vardır ki, bu titanyum difüzyonunun bir sonucudur. İşlem süresi arttıkça titanyum aluminid oluşumu gelişmiş ve iki titanyum arasındaki bölgenin sertliği metalik titanyumun sertliğinden yüksek olmuştur (Şekil 20). Bu bölgede titanyuma komşu bölgelerin sertliğinin merkez sertliğinden bariz şekilde yüksek olduğu açıktır. Bu durum, henüz titanyum aluminid oluşumu gerçekleşmemiş dahi olsa, bölgelerde aluminyum ile titanyumun karıştığının bir göstergesidir. Sıcaklık ve sürenin artışı ile tüm aluminid tabakasının sertliği artmış ve merkez bölgesinde dahi en az 350 HV seviyesine yükselmiştir (Şekil 21 ve 22). Bu sonuç, bu tabakanın merkez bölgesinin de titanyumca zenginleştiğini göstermektedir, ancak tabakanın merkezi ile kenarı halen farklı sertliklere sahiptir (bu durum kimyasal yapılarının da bir ölçüde farklı olduğuna işaret eder). Bu bulgular, esasen yukarıda anlatılan SEM ve EDS analizleri ile de uyumludur. Ancak, SEM-EDS analizleri, örneğin 700°C'de 10 saat işlem gören numunede (Şekil 22), titanyum aluminid oluşumunun meydana geldiği tabakada, tabakanın kenarı ile merkezi arasındaki bileşim farklılığının büyük olmadığını göstermiştir. Yani SEM-EDS sonuçlarına göre, kenar ile merkez arasındaki sertlik farkı bu derece olmayabilir. Ancak, yine SEM incelemeleri, titanyum aluminid tabakasının ortasında bu fazın büyümesinin bir sonucu olarak porozitelerin varlığını göstermişti. Sertliğin bir ölçüde daha düşük çıkmasının bir nedeni bu tür porozite türü oluşumlar olabilir.

Al₃Ti fazı için ölçülen sertlik değerleri 600 HV üzerine kadar çıkmaktadır ve bu bulgu diğer çalışmalardaki sonuçlara benzerdir (Krüger, 2003). Bu yüksek sertlik değeri aluminid tabakasının bir anlamda gevrekliğine de işaret etmektedir. Zaten MİL kompozit tasarımının temel fikri bu noktada yatmaktadır: Al₃Ti fazının yüksek sertliği (düşük tokluğu) ile metalik titanyum fazının yüksek sünekliğini kombine etmek.



Şekil 19. 650 °C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik dağılımı



Şekil 20. 650°C'de 5 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik dağılımı



Şekil 21 700 °C'de 2,5 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik dağılımı



Şekil 22. 700°C'de 10 saat sinterlenmiş numunede kalınlık boyunca sertlik dağılımı

Şekil 23 700°C'de işlem gören numuneler için sertliğin Ti-Al₃Ti-Ti tabakaları boyunca nasıl değiştiğini toplu halde göstermektedir. Yukarıda anlatıldığı gibi, titanyum aluminidin titanyuma komşu bölgeleri stokiometrik olarak, Al₃Ti fazının bileşimine erişmiştir, yani bu fazın dönüşümü tamamlanmıştır. Bu bölgeler monoblok yapıslıdır ve sertlik değeri 500-650 HV arasında değişmektedir. Oysa merkez kısmında hem poroziteler vardır, hem de bir miktar dönüşmemiş aluminyum bulunmaktadır ki, bu bölgenin sertliği 300-350 HV mertebesindedir. Bu sertlik değişimi optik mikroskop görüntüsünde açık bir şekilde görünmektedir (**Şekil 24**).



Şekil 23. 700°C'de farklı süreler işlem görmüş numunelerde sertlik dağılımı.



Şekil 24. Ti-Al₃Ti tabakalarında sertlik dağılımının a) optik mikroskop, b) SEM görüntüsü. Sağdaki geniş iz titanyum, diğer izler Al₃Ti katmanındadır. İz boyutlarının **Şekil 20**'de verildiği gibi, katmanın kenarından merkeze doğru büyüdüğü (sertlik düşüyor) görülüyor.

4.4 Tabaka Kalınlık Ölçümleri

Optik mikroskop yardımı ile ölçülen başlangıç ve sinterleme sonrasında ölçülen tabaka kalınlıkları sinterleme sıcaklık ve süresine bağlı olarak **Tablo 2**'de gösterilmiştir. Burada anılan başlangıç folyo kalınlıkları folyo ürün kartı üzerindeki değerlerdir. Tablodan, düşük sıcaklık ve sürelerde intermetalik tabaka kalınlıklarının düşük olduğu, buna karşılık metalik titanyum tabakalarının orijinal folyo kalınlığından sadece biraz daha ince olduğu ve henüz intermetalik oluşumu tamamlanmadığı için metalik Al tabakasının da ölçüldüğü görülmektedir. Uzun işlem sürelerinde ve yüksek sıcaklıklarda, daha kalın Al₃Ti tabaka ile daha ince metalik titanyum kalınlıkları ölçülmüştür. Genel olarak, işlem sıcaklığı ve süresi arttıkça titanyum kalınlığı azalırken aluminid kalınlığı artmıştır. Bu artışın hızı uzun sürelerde daha düşüktür. 700°C'de 5 saat süre ile uygulanan işlem gören numunede elde edilen bir derece ters sonuç, deneyler esnasında uygulanan yükün sürekli sabit tutulamayışı ile ilgili olabilir. Bu tür durumlarda, aluminyum sıvı olduğu için, uygulanan yükün artması halinde tabaklar arasından dışarı sızması muhtemeldir. Buna benzer sonuçlarla Peng'in çalışmalarında da karşılaşılmıştır (Peng-2005-1, Peng-2005-2).

Deney	İşlem süresi	Başlangıç folyo		Son tabaka	
Sıcaklığı	(saat)	kalınlı	ıkları (µm)	kalınlı	kları (µm)
		Ti	Al	Ti	Al ₃ Ti
650°C	2,5	250	250	241	235
	5	250	250	160	320
	7,5	250	250	156	320
700°C	2,5	250	250	155	358
	5	250	250	130	380
	7,5	250	250	140	375
	10	250	250	113	378

Tablo 2. Folyoların başlangıç ve sinterleme sonrası kalınlıkları

4.5 Kırılma Tokluğu

Titanyım-titanyum aluminid metalik-inermetalik laminat (MIL) kompozitini geliştirmenin en önemli gerekçelerinden biri kombine olarak metalik fazın süneklik ve tokluğundan (enerji absorbe edebilme kapasitesinden) ve intermetelik fazın sertlik ve yüksek elastik modülünden faydalanmaktır. Sertlik ölçümleri titanyumun 120-150 HV ve Al₃Ti fazının ise 600 HV'ye ulaşan bir sertliğe sahip olduğunu göstermektedir. Ancak, yüksek sertliğine karşılık titanyum aluminidin kırılma tokluğu 1,6 ila 2.1 MPam^{1/2} mertebesinde ölçülmüştür ki bu değerler yaklaşık 2 MPam^{1/2} olarak verilen (Rohatgi-2005, Adharapurapu-2005) literatürdeki değerler ile tamamen uyumludur.

Titanyum aluminid tabakası Vickers ucu ile üzerine yük uygulandığında izin köşelerinden çatlar. Çatlaklar aluminid tabakası içerisinde hızlı bir şekilde ilerler. Ancak, ister yakın ister uzak mesafede olsun, çatlak ucu titanyum tabakasına ulaştığında çatlak ilerlemesi kesinlikle durur (**Şekil 25**). Titanyumun bu özelliği MIL kompozit geliştirmenin en önemli gerekçelerinden biridir.

Şekil 25a'daki görüntü, intermetalik zonun merkezinde oluşturulan bir Vickers izinin tabakayı her iki yandaki titanyum tabakasına doğru çatlattığı ve çatlakların metalik titanyum tabakasına gelince durduklarını göstermektedir. Şekil 25b'deki Vickers izi kasten bir kenara yakın oluşturulmuştur. Bu izin üst kenarında intermetalik tabakanın merkezine kadar ulaşan uzun bir çatlak vardır. İzin alt kısmında biri diyagonalin ucunda diğer ikisi yanal olmak üzere üç çatlak meydana gelmiş, ancak bu çatlaklar bitişik titanyum tabakasında sonlanmışlardır.

Bu durum, en azından titanyum tri-aluminid tabakasını kolayca çatlatan gerilmelerin titanyum tabakasını çatlatamadığını (yüksek enerjili olsalar dahi) göstermektedir. **Şekil 25c**'de ise Vickers ucu ile oluşturulan bir çatlağın yine titanyum tabakasında söndüğü görülmektedir.

4.6 Kırılma Davranışı ve Çatlak İlerlemesi

a) Sabit (Kontrollü) Yükleme Durumu

700°C'de 10 saat süre ile 2,5 MPa basınç altında tutulan 250 mikron kalınlığında titanyum ve 250 mikron kalınlığında aluminyum folyolardan oluşan kompozitler dik kesitini gösterecek şekilde metalografik olarak hazırlanmış ve en dış titanyum tabakasından kalınlık doğrultusunda parlatılmış yüzeye Brinell ve Vickers sertlik uçları kullanılarak yük uygulanmıştır. Vickers ucu ile uygulanan yük 62,5 kg ve Brinell ucu ile uygulanan yük 100 kg'dır. Yük kaldırıldıktan sonra kompozit numuneleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmişlerdir. Elde edilen bulgular aşağıda verilmiştir:

- Gerek Brinell (Şekil 26a) ve gerekse Vickers (Şekil 26b) sertlik ucu ile yük uygulanması sonucunda Al₃Ti tabakasında çok sayıda çatlak oluştuğu gözlenirken metalik Ti tabakasında bariz bir çatlak oluşmamıştır. Kalınlık doğrultusunda yükün uygulandığı noktaya komşu olan ve olmayan aluminid tabakalarında çatlama meydana gelmiş, fakat çatlak kompozitin kalınlığı boyunca süreklilik göstermemiştir.
- Brinell ucu ile yük uygulanması sonucunda aluminid tabakasında çatlak oluşumu yanında, özellikle yük uygulama noktasına yakın titanyum tabakalarında belirgin plastik deformasyon meydana gelmiştir (Şekil 27). Buna karşılık yükün Vickers ucu ile uygulandığı durumlarda aluminid tabakasında çatlama olmakla beraber titanyum tabakasında bu ölçüde fark edilir bir şekil değiştirme etkisi (plastik deformasyon) gözlenmemiştir. Titanyum tabakasında plastik deformasyonun meydana gelebileceği literatürde gösterilmiştir (Peng, 2005-1). Yük uygulama doğrultusu tabakalara diktir ve Şekil 27'deki görüntüler için yük resimlerin üst kenarlarından uygulanmıştır. Şekil 27a'da açık bir şekilde görüldüğü gibi, yük uygulanması ile oluşan çatlak koyu renkli intermetalik tabakada çok hızlı bir şekilde yayılmış ve açık renkli metalik titanyum tabakasına ulaşmıştır. Bu tabakada, çatlak uçlarından başlayan ve tabakayı yaklaşık 45° açı ile geçen kayma bantları açık bir şekilde görülmektedir. Çatlak enerjisi bu tabakada çatlak ucundaki plastik deformasyon ile sönülmenmiş gözükmektedir.





Şekil 25. Ti-Al₃Ti tabakalarında Vickers sertlik ucu ile oluşturulan çatlaklar ve çatlak yolları. a) 700 °C -7,5 saat, b) 700 °C -7,5 saat, c) 700 °C -10 saat



Şekil 26. a) Brinell ve b) Vickers sertlik ucu ile yük uygulanmış Ti-Al₃Ti kompozitlerinde oluşmuş çatlaklar. Çatlakların sadece aluminid tabakasında olduğu dikkat çekicidir.



Şekil 27. Brinell ucu ile yük uygulanması sonucunda oluşmuş çatlaklar ve titanyum tabakasında şiddetli plastik deformasyon.

- Çatlak, titanyumun tamamen harcandığı veya çok inceldiği kısımlarda bir aluminidden diğerine iletilmiş (Şekil 28a ve b), ancak yeterince kalın titanyum tabakanın bulunması durumunda aluminid tabakası içerisinde kalmıştır (Şekil 28c). Bu durum, MİL kompozitlerin kırılma tokluğunun sünek faz (bu çalışmada titanyum) miktarına bağlı olduğunu göstermektedir.
- İlerleyen çatlağın titanyum tabakasını tam olarak yırttığı gözlenmemiş olmakla beraber (Şekil 29) bazı çatlakların bir aluminid tabakasından komşu aluminid tabakasına iletildiği görülmektedir ki, bu durum titanyum tabakasının daha içerden yırtılmış olabileceğini düşündürmektedir. Bunun için uygulanan gerilmelerin düzeyinin etkili olacağı açıktır. Nitekim, titanyum tabakasının da yırtıldığı lireratürde belirtilmiştir (Li -2004, Adharapurapu-2005).
- Uygulanan yükün etkisi ile çatlaklar oluşurken bazı intermetalik tabaka bölgelerinde dökülmelere de yol açmıştır (Şekil 30a). Bu bölgelerin incelenmesi sonucunda, intermetalik zonun ortasında nispeten kaba taneli bir yapıya sahip kırık yüzeyi (Şekil 30b), titanyuma yakın kısımlarda ise daha ince taneli bir yapının (Şekil 30c) olduğu görülmüştür. Bu durum, aluminid oluşumu mekanizması göz önüne alındığında, tamamen beklenen bir durumdur. Zira ilk aluminid oluşumları aluminyum folyonun titanyuma komşu bölgelerinde başlar ve folyonun merkezine doğru ilerler. Genel SEM incelemelerinde de aluminidin dış kenarları kompakt iken orta kısmı poroz bir görüntü vermektedir.



Şekil 28. Çatlaklar titanyum tabakasının ince olduğu kısımlarda komşu aluminid tabakasına iletilirken (a ve b) kalın titanyumlu bölgelerde çatlakta süreksizlik (c) gözlenmiştir.



Şekil 29. İlerleyen çatlağın titanyum tabakasında meydana getirdiği plastik deformasyon ve yırtılma işaretleri (kayma bantları).





 İntermetalik zonun dökülen bölgesinin tam ortasında, iki kenardan başlayan aluminid oluşumunun tamamlandığı merkez hattı görülmektedir. Bu hat, büyüyen intermetalik tabakanın önünde ötelenen oksit, reaksiyon artıkları (Harach, 2001) ve aluminyum gibi fazları da içerebileceği için, genellikle intermetalik zonun en zayıf bölgesidir ve birçok numunede belirgin şekilde çatlaklıdır (Şekil 31).



Şekil 31. İntermetalik tabakaların merkez hattından ilerleyen çatlaklar.

- Üretilmiş ancak yüklemeye tabi tutulmamış numunelerde intermetalik zonda 3 tür çatlak oluştuğu gözlenmiştir: a) Aluminidi kalınlığı boyunca kesen dik çatlaklar, b) merkez hattı boyunca ilerleyen çatlaklar ve c) intermetalik kalınlığına göre 45° açı ile yönlenmiş çatlaklar. Bu çalışmada dik ve boyuna çatlaklar içeren çok sayıda numune üretilmiş, ancak bunlar inceleme dışı tutulmuşlardır.
- MİL kompozit örneklerinin tabakalara dik ve paralel yönde yüklenmesi durumunda dört tür çatlamanın meydana geldiği ortaya konmuştur (Rohatgi-2005, Li-2007): Delaminasyon: Bu tür çatlaklar, sıklıkla tabakalara paralel yükleme yapıldığı zaman meydana gelir ve çatlakların metalik titanyum ve intermetalik tabaka arayüzeyinden ilerleyerek kompoziti zayıflatması ile sonuçlanır.

Titanyumun burkulması: Delaminasyon sonucunda yükü sadece titanyum tabakanın taşıması gerekir. Titanyum tabaka, eğer yeterince kalın değilse, yüklere dayanamaz ve burkulur.

Merkez hattı çatlakları: Bunlar, her iki yükleme durumunda ortaya çıkarlar ve intermetalik tabakanın orta hattı boyunca ilerler. Bu hat reaksiyon önünde ilerleyen atıklar ve empüritelerce zengin, fakat intermetaliğin en zayıf bölgesidir. Bu bölgede ilerleyen çatlaklar merkez hattının iki yanında ilerleyerek titanyum tabakalar ulaşır. Kayma bantları: Titanyum tabakasına ulaşan çatlaklar burada titanyumun köprüleşme etkisi ile karşılaşır. Çatlak ucundaki plastik deformasyon çatlağın ilerlemesini yavaşlatır veya durdurur. Bu durum kayma bantları ile karakterize edilmektedir.

Titanyumun yaklaşık 130 HV ve Al₃Ti intermetaliğinin ise 350-600 HV arasında sertlik değerlerine sahip olduğu, SPH yapılı titanyumda kayma sistemlerinin (3 adet) bulunmasına karşılık tetragonal yapılı Al₃Ti'de oda sıcaklığında yeterli kayma sisteminin bulunmadığı ve titanyumun elastik modülünün 103 GPa ve Al₃Ti'un ise 216 GPa olduğu (Cahn-1996, Rohatgi-2003) göz önüne alınırsa, intermetalik fazda çok sayıda çatlak oluşumuna sebep olan yük uygulamalarının niçin metalik titanyumu çatlatamadığı (veya zorlukla çatlattığı) ve buna bağlı olarak, Ti- Al₃Ti metalik-intermetalik laminat (MİL) kompozitinin tasarlanma gerekçesi kolayca anlaşılabilir.

b) Ani Yükleme (Kontrolsüz-Dinamik Yükleme) Durumu

Standart Vickers ve Brinell sertlik uçları ile yük uygulamak suretiyle çatlak oluşturma durumunda yük istenilen düzeyde kontrol edilmektedir. Ancak, daha yüksek seviyeli kontrolsüz yükler uygulanması halinde dahi MIL kompozitte meydana gelen çatlaklar sadece titanyum aluminid tabakasında ilerlemiş ve titanyum tabakası çatlağın kompozitin kalınlığı boyunca ilerlemesini engellemiştir. Bu çalışmada, MIL kompozit numuneleri üzerine batıcı bir uç yardımı ile ard arda 4 darbe uygulanmıştır (yük veya gerilme düzeyi belli değil). Bu darbeler altında, makroskobik olarak numunenin plastik şekil değiştirdiği, titanyum aluminid tabakalarının çatlamasına karşılık numunenin halen bütünlüğünü koruduğu gözlenmiştir. SEM incelemeleri darbelerin etkisi ile tüm titanyum aluminid tabakalarında çok sayıda ve siddetli çatlakların oluşmasına karşılık titanyum tabakalarında hiçbir çatlama olmadığını ortaya koymuştur (Şekil 32). Çatlakların intermetalik tabakaların kalınlığı ve uzunluğu boyunca bir ağ gibi ilerlediği, titanyum tabakalarına gelince geri dönüp intermetalik tabakalarının diğer ucuna yöneldiği görülmektedir (Şekil 32a-f). En şiddetli çatlakların görüldüğü Şekil 32f'de titanyum tabakasında plastik deformasyon izleri de rahatlıkla fark edilmektedir. Çatlaklar intermetalik tabakaları dik olarak kat ederek metalik tabakalara ulaşmış, ancak burada kesintiye uğramışlardır. Gerçekte, resimler dikkatlice incelenirse, intermetalik tabaka yüzeylerine ulaşan çatlakların titanyum tabakalarında plastik deformasyona neden olduğu da fark edilebilir. Yine Şekil 32f'de, intermetalik tabaka ile titanyum arayüzeyine ulaşan çatlakların arayüzey boyunca ilerlediği de açıkça görülmektedir. Bu durum tabakalı yapılarda en çok karşılaşılan hasar türü olan delaminasyondur. Bunun nedeni, arayüzeyin, metalik tabakayı çatlatamayan çatlağın ilerleyebileceği düşük enerjili bir yol olmasıdır. Ayrıca, çatlamanın intermetalik tabakalarının orta hattı boyunca en şiddetli

olarak ilerlediği görülmektedir (**Şekil 32b-d**). Bu hattın en yüksek poroziteli bölge olduğu hatırlanmalıdır. Bu teste maruz kalan numunelerde, intermetalik tabakada ilerleyen çatlakların titanyum tabakalarına ulaştığı noktalarda yerel plastik deformasyonlar (kayma bantları) meydana geldiği gözlenmiş fakat titanyum tabakasını yırtarak geçen bir çatlak görülmemiştir.



Şekil 32. a), b) ve c) 650 °C -7,5 saat, d) ve e) 700 °C -2,5 saat, f) 700 °C -10 saat işlem görmüş numunelerde darbeli yüklemelerin etkisi ile oluşan çatlaklar.

Titanyum aluminid katmanındaki dökülmüş çatlak bölgeleri üzerinde de SEM ile kırık yüzey incelemesi yapılmıştır. Brinell ucu kullanılarak çatlak oluşturulan numunelerdekine benzer bulgular burada da elde edilmiştir. **Şekil 33a**'daki görüntü dökülmüş bir titanyum aluminidin orta kısımlarındaki bir bölgeden alınmıştır (**Şekil 32d**'deki numune). Şekilden poroziteli yapıyı açık bir şekilde görmek mümkün olmaktadır. Bu resmin sol üst köşesinde intermetaliğin merkez hattı fark edilmektedir. **Şekil 33b**'deki resim ise aynı numunenin titanyum zonuna yakın çatlak-dökülme bölgesinden alınmıştır. Bu resimde, tanelerin birleşerek daha büyük boyutlara ulaştığı görülmektedir ki, titanyuma yakın titanyum aluminid



Şekil 33. Şiddetli çatlak oluşumu sonucu dökülen bir intermetalik tabakanın kırık yüzeyleri (700°C-2,5 saat), a) merkez bölgesi, b) titanyuma komşu bölge.

BÖLÜM 5

Genel Sonuçlar ve Öneriler

Ti ve Al folyolarının ardışık sıralı dizilmesi ile elde edilen istiflerin farklı sıcaklık ve sürelerde açık atmosferli fırında sinterlenmesi ile üretilen numunelerin incelenmesi ile aşağıdaki **sonuçlar** elde edilmiştir:

- a) 650°C'lik sinterleme sıcaklıklarında kısa süre tutulan numunelerde aluminid oluşumu başlamış ancak tamamlanmamıştır. Bu sıcaklıkta intermetalik oluşumunun tamamlanması için 7,5 sat veya daha uzun tutma sürelerine ihtiyaç vardır. 700°C'de işlem gören numunelerde Al₃Ti intermetaliği elde etmek için daha kısa süreler yeterlidir, gerçekte tam bir aluminid elde etmek için 10 saat veya daha uzun süre tutmak gereklidir. SEM görüntüleri ve EDS analizleri her ne kadar tabakanın homojen bir kimyasal bileşime sahip olduğunu gösteriyorsa da XRD incelemeleri 700°C'de 7,5 saatlik bekleme sürelerinde dahi az da olsa metalik aluminyum bulunduğunu ortaya koymuştur. SEM-EDS analizleri 700°C'deki sinterleme işlemlerinin, istenilen Ti ile Al₃Ti tabakasını verdiğini göstermiştir.
- b) Yüksek işlem sıcaklıkları veya uzun işlem sürelerinde Ti-Al₃Ti metalik-intermetalik laminat kompozitleri başarılı bir şekilde üretilmiştir.
- c) SEM bulgularına benzer olarak, XRD incelemeleri düşük sıcaklık ve kısa sürelerde dahi Al₃Ti fazı oluşumunun başladığını, ancak tamamlanması (aluminyumun tüketilmesi) için yüksek sıcaklık ve/veya uzun sürelere gerek olduğunu göstermiştir.
- d) İşlem sıcaklığı ve süresi ile intermetalik zonun kalınlığı artarken titanyum tabakanın kalınlığı azalmıştır.
- e) MIL kompozitteki Ti fazının sertliği 120-150 HV, Al₃Ti intermetalik fazının sertliği 600 HV ve kırılma tokluğu 1,6-2,1 MPam^{1/2} mertebesindedir.
- f) Uygulanan statik ve dinamik yüklerin etkisiyle intermetalik tabakada şiddetli çatlaklar oluşmuştur.
- g) Uygulanan gerilmenin boyutuna göre, titanyum tabakası yüksek oranda plastik olarak şekil değiştirmiş, ancak yırtılmamıştır. Plastik deformasyon (kayma bandı oluşumu) çatlak ilerlemesini önleyici bir etki yapmaktadır.

 h) Yük uygulanması ile MİL kompozitlerde merkez hattı çatlakları, delaminasyon ve kayma bantları oluşmuştur.

Bu proje çalışması sürecinde gerçekleştirilmemiş veya proje kapsamı içerisinde düşünülmemiş ancak gerçekleştirilmesi yararlı ve mümkün olan aşağıdaki çalışmaların yapılması **önerilmekte**dir:

- a) Belirlenmiş deney sıcaklıklarında 30 60 90 ve 120 dakika süreyle deneylerin gerçekleştirilmesi. Bu proje çalışmasında deneyler 2,5 saat aralıklarla gerçekleştirilmiştir. Özellikle ilk aluminid oluşum mekanizmasının tam olarak açıklığa kavuşturulması için kısa süreli deneylerinin yapılmasının yararlı olacağı düşünülmektedir.
- b) Bu proje çalışmasında, üç nokta eğme deneyi opsiyonel olarak öngörülmüş fakat bu test için yeterli boyutlarda deney numunesi üretimi yapılamamıştır. Yeterli boyutta deney numuneleri üretmek suretiyle üç nokta eğme deneyi yapılmalı ve MİL kompozitlerin kırılma davranışı bu yolla da incelenmelidir.
- c) Metalik-intermetalik laminat (MİL) kompozitlerin potansiyel kullanım alanlarından biri zırh malzemesi olarak kullanımlarıdır. Bu nedenle, yeterli boyutta örnekler hazırlanarak bu malzemelerin balistik özellikleri, alternatif malzemelerle karşılaştırmalı olarak, ortaya konulmalıdır.
- d) Başlangıç folyo kalınlıkları olarak ürün kartları üzerinde yazan değerler alınmıştır. Gerçekte, başlangıç folyo kalınlıklarında ürün kartı üzerindeki değere göre farklılıklar olabilmektedir. Bu nedenle, deney süresi ve sıcaklığına bağlı olarak, başlangıç folyo kalınlığı ve deney sonunda oluşan fazların kalınlığını esas alarak yapılacak bir kinetik çalışması yeterli doğrulukta olmayacaktır. Bu bakımdan, kinetik çalışmasının doğruluğunu artıracak teknikler geliştirilmelidir. Örneğin, başlangıç folyoları arasına aluminyum ve titanyum ile reaksiyona girmeyecek referans malzemeler (çok ince bir fiber gibi) yerleştirilebilir. Bu konuda, bu proje sürecinde aluminyum ve titanyum folyoları arasına mikron boyutlu alumina tozu konularak bir çalışma yapılmış ancak başarılı bir sonuç alınamamıştır (sadece bir deneme).
- e) Proje sürecinde kazanılan deneyimler ışığında, benzer çalışmaların Türkiye'de üretilen nispeten saflığı daha düşük aluminyum folyolar ile de gerçekleştirilebileceğine inanılmaktadır. Bu kapsamda, yurtiçinde üretilen aluminyum folyolar ile titanyum,

nikel, niobyum ve demir veya alaşımlarının folyoları kullanılarak çalışmalar tekrarlanabilir ve bu numunelerin balistik performansları araştırılabilir.

Kaynaklar

- 1. ADHARAPURAPU, R. R., Vecchio, K. S., Rohatgi, A., Jiang, F., Fracture of Ti-Al₃Ti Metal-Intermetallic Laminate Composites: Effects of Lamination on Resistance Curve Behavior, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 36A, Nov., 3217-3236, (2005).
- CAHN, R.W., Haasen, P., Kramer, E. J., (Editörler), Materials Science and Technology, Vol. 8, Structure and Properties of Nonferrous Alloys (Ed. K. H. Matucha), Weinheim, New York, (1996).
- HARACH, D. J., Vecchio, K. S., Microstructure Evolution in Metal-Intermetallic Laminate (MIL) Composites Synthesized by Reactive Foil Sintering, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 32A, June 2001, 1493-1505, (2001).
- KRÜGER, L., Trommer, F., Wielage, B., Mücklich, S., Meyer, L. W., Vecchio, K. S., Meyers, M. A., Brazing of Metal-intermetallic Laminate (MIL) TiAl₃-Ti6Al4V Composites, Proc. Welding and Brazing Conf., San Diego, Feb., 17-19, (2003).
- Lİ, T., Grignon, F., Benson, D. J., Vecchio, K. S., Olevsky, E, A., Jiang, F., Rohatgi, A., Schwarz, R. B., Meyers, M. A., Modeling the Elastic Properties and Damage Evolution in Ti-Al₃Ti Metal-intermetallic Laminate (MIL) Composites, Mat. Sci. Eng. A, 374, 10-26, (2004).
- LI, T., Jiang, F., Olevsky, E. A., Vecchio, K. S., Meyers, M. A., Damage Evolution in Ti6Al4V-Al₃Ti Metal-Intermetallic Laminate Composites, Materials Science and Engineering A, 443, 1-15, (2007).
- 7. MISHIN, Y., Herzig. C., Diffusion in the Ti-Al System, Acta Materialia, 48, 589-623, (2000).
- 8. PENG, L.M., Li, H., Wang, J.H., Processing and Mechanical Behavior of Laminated Titanium-titanium Tri-aluminide (Ti-Al₃Ti) Composites, Mat. Sci. Eng A, 406, 309-318, (2005) (Peng, 2005-1).
- 9. PENG, L. M., Wang, J. H., Li, H., Zhao, Z. H., He, L. H., Synthesis and Microstructural Characterization of Ti-Al₃Ti Metal-intermetallic Laminate (MIL) Composites, Scripta Materialia, 52, 243-248, (2005) (Peng, 2005-2).
- RAJAN, T. P. D., Pillai, R. M., Pai, B. C., Functionally Graded Al-Al₃Ni in Situ Intermetallic Composites: Fabrication and Microstructural Characterization, J. Alloys and Compounds, 453, L4-L7, (2008).
- ROHATGI, A., Harach, D. J., Vecchio, K. S., Harvey, K. P., Resistance Curve and Fracture Behavior of Ti-Al₃Ti Metallic-Intermetallic Laminate (MIL) Composites, Acta Materialia 51, 2933-2957, (2005).
- 12. XIA, Z, Liu, J. Zhu, S., Zhao, Y, Fabrication of Laminated Metal-intermetallic Composites by Interlayer in-situ Reaction, J. Mat. Sci., 34, 3731-3735, (1999).
- 13. VECCHIO, K. S., Synthetic Multifunctional Metallic-Intermetallic Laminate Composites, JOM. 57 (3), 25-31, (2005).

EKLER

EK-A

Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerde İntermetalik Zonda Bileşim Değişimi

Şekil A1'de 700°C'de 4 saat süreyle sinterlenmiş numuneye ait düşük büyütmeli genel bir SEM görüntüsü verilmiştir. Bu görüntüdeki açık renk fazlar titanyum folyoyu, koyu renk fazlar ise aluminyum folyoyu temsil etmektedir. Aluminyum folyo bölgesinin daha yüksek büyütmeli iki görüntüsü **Şekil A2** ve A**3**'de verilmiştir. **Şekil A2** Şekil A1'de soldaki, **Şekil** A**3** ise sağdaki aluminyum folyo bölgesinin ayrıntılı görüntüsüdür.





Şekil A2'de 700°C'de işlem gören numunenin SEM mikrografi ve işaretli noktalardan alınan EDS nokta analiz sonuçları verilmiştir. Mikrografin açık renkli iki yanı titanyum folyo ve orta koyu kısmı ise aluminyumdan ibarettir. Aluminyum bölgesinin noktalı bir yapıda olduğu ve tam ortasında folyo boyunca uzanan daha koyu bir zon bulunduğu görülmektedir. Aluminyumun titanyuma komşu bölgesinden içeriye doğru yapılan EDS analizleri, burada aluminyum ve titanyumun reaksiyona girdiğini göstermiştir. 1 numaralı en dış bölgede, beklendiği gibi, Ti en yüksektir ve içeriye doğru azalmıştır. Ancak 2 ve 3 numaralı bölgeler arasında 100 mikron bir fark olmakla beraber bileşim değişimi olmamıştır. 4 numaralı analiz

aradaki koyu hattan alınmış olup yaklaşık olarak tamamen aluminyumdan ibarettir. 5 nolu analiz, ortadaki aluminyumca zengin çizgiye ve titanyumun kenarına nazaran 2 nolu analiz ile aynı konumdan alınmış olmakla beraber, 2 numaralı analiz sonuçlarından oldukça farklıdır ve hemen hemen Al₃Ti bileşimine uygundur. Bu veriler, difüzyonun homojen olmadığını göstermektedir. Bu durumu izah etmek zordur. Ancak, aluminyum folyonun mikroyapısının yekpare olmadığı ve açıklı koyulu bölgelerden oluştuğu görülmektedir. Muhtemelen, koyu noktacıklar reaksiyona girmemiş aluminyumdan, nispeten açık renk bölgecikler ise aluminyum-titanyum fazından ibarettir.



Element, ağ %	1	2	3	4	5
Al	75	81,9	81,7	98,4	64,7
Ti	25	18,1	18,3	1,6	35,3

Şekil A2. 700°C'de 4 saat süre ile işlem gören numunenin kesit mikrografı ve işaretli noktalardan alınan EDS analiz sonuçları

 700° C'de 4 saat süre ile işlem gören numunenin başka bir bölgesinin kesit mikrografi ve işaretli noktalardan alınan EDS analizleri oldukça farklı sonuçlar vermiştir (**Şekil A3**). Burada, beklenin aksine, aluminyum miktarı dışarıdan (1 nolu analiz) içeriye (3 nolu analiz) doğru azalmıştır. Bu bölgelerdeki analiz sonuçları aluminyum ile titanyumun reaksiyona girdiği fakat Al₃Ti oluşunun henüz gerçekleşmediğine işaret etmektedir. Koyu renkli bölgeden alınan 4 nolu analiz burada çok az bir titanyum bulunduğunu, buranın aluminyumca zengin olduğunu göstermektedir. 5 nolu bölge yaklaşık olarak 2 nolu bölge ile simetriktir, ancak bileşimi ondan bir miktar farklıdır.

$+1^{+}2_{3}^{+}4_{5}^{+}$	
80 X -	200 µm

Element, ağ %	1	2	3	4	5
Al	89,4	86,7	80,9	97,6	81,6
Ti	10,6	13,3	19,1	2,4	18,4

Şekil A3. 700°C'de 4 saat süre ile işlem gören numunenin kesit mikrografı ve işaretli noktalardan alınan EDS analiz sonuçları.

Şekil A3'den elde edilen bulgular, difüzyonun homojen olmadığını bir kere daha göstermiştir, ancak aluminyumun niçin dış bölgede daha yüksek oranda bulunduğunu anlamak zordur. Bu noktada, yine mikroyapıdan yardım almak gerekir. Mikroyapı, daha önce bahsedildiği gibi, aluminyum ve titanyumun farklı miktarlarını içeren adacıklar şeklindedir ve analiz edilen noktanın bulunduğu yer analiz sonuçlarını çok etkilemektedir. Ancak, proses ilerledikçe hem aluminyum ile daha fazla titanyum reaksiyona girecek (yani Ti miktarı artacak), hem de tüm yapının Al₃Ti bileşimine erişmesi sağlanacaktır.

EK-B

Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerde İntermetalik Zonun Büyümesi

Şekil B1 işleme girmemiş bir titanyum folyonun kesitini göstermektedir. Bu şekilde, folyonun her iki kenarının mükemmel olarak düz olduğu açıkça görülmektedir. Şekil B2a'da ise 650°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş bir Ti-Al folyo istifinin görüntüsü vardır. Bu şekle göre, titanyum ve aluminyum folyo kenarları birbirine tam olarak uyum sağlamıştır (yapışmıştır) ve ara yüzey (Şekil B1'deki gibi) düzdür. Titanyum ve aluminyum folyo ara yüzeylerinde herhangi bir ayrılma görülmemektedir. Böyle olmakla beraber, bu iki folyo birbirlerine sadece mekanik olarak rampa edilmiş haldedir, yani 650°C'de tutma sırasında aluminyum ve titanyum folyolar arasında difüzyona dayalı bir atom transferi (en azından EDS ile ölçülebilecek ve mikroyapısal olarak fark edilecek boyutta) gerçekleşmemiştir. Şekil B2b'de bu tür bir istiften alınan çizgisel EDS analizlerini göstermektedir ki, burada aluminyum ve titanyumun birbirine komşu bölgelerinde kimyasal yapı değişimi yoktur.



Şekil B1. İşlem görmemiş bir titanyum folyo kesitinin SEM görüntüsü. Mükemmel düz kenarlar dikkat çekiyor.

Şekil B3'te yine 700°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş başka bir Ti-Al folyo istifinin SEM görüntüsü vardır. Bu resimde, titanyum ve aluminyum folyo ara yüzeyinde her iki folyodan renk olarak farklı yerel bir oluşumun geliştiği görülmektedir. Bu oluşum, aluminyum ve titanyum arasında meydana gelen reaksiyonun bir ürünüdür ve arzu edilen sonuçtur. EDS analizleri bu fazın hem aluminyum hem de titanyum içerdiğini göstermektedir.



Şekil B2. 650°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş bir Ti-Al folyo istifinin a) SEM görüntüsü (folyo kenarları birbirine tam uyumlu ve son derece düz), b) bu istifin çizgi analizleri. Folyolar tamamen aluminyum veya titanyumdan ibarettir. Difüzyon yok.



Şekil B3. Bir Ti-Al folyo istifinde titanyum-aluminyum ara yüzeyinde intermetalik fazın oluşumu. Sağdaki açık renk faz titanyumdur.

Şekil B4 700°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş farklı Ti-Al folyo istiflerinden alınmış iki SEM resmini göstermektedir. Burada, aynı şartlarda işleme tabi tutulan bir örnek üzerinde, intermetalik oluşumunun bir aluminyum-titanyum folyo çifti boyunca bazı noktalarda başladığı bazılarında ise uzun mesafeler boyunca çekirdeklenme olmadığı görülmektedir.



Şekil B4. 700°C'de 2,5 sat süre ile işlem görmüş farklı Ti-Al folyo istiflerinin SEM görüntüleri. Farklı Ti-Al folyo çiftlerinde intermetalik çekirdeklenmesi ve büyümesi farklı hızlarda gelişmiştir. Açık renk faz titanyum folyo ve koyu renk faz aluminyum folyodur.

Şekil B4b'de 500 mikron kalınlığındaki titanyum folyoları ile 250 mikron kalınlığındaki aluminyum folyoların ardışık sıralı dizilmesi ile oluşturulan istifin 700°C'de 2,5 saat sinterlendikten sonraki kesitini gösteren SEM mikrografı, difüzyon ile titanyum aluminid oluşumu ve büyümesi hakkında önemli bilgiler vermektedir. Mikrograf üzerinde Ti bölgeleri açık renk ve aluminyum bölgeleri koyu renk olarak görülmektedir. Dikkat edilirse, sağ taraftaki aluminyum folyo üzerinde, aluminyuma nazaran nispeten daha açık renkli bir oluşum vardır. Bu bölgede aluminyum ile titanyum reaksiyona girmiş ve titanyum aluminid oluşumu başlamıştır. Aynı numunenin başka bir bölgesinden alınan daha yüksek büyütmeli bir SEM mikrografi **Şekil B5**'de görülmektedir.

a) Şekil B4b'deki mikrografin sol tarafında koyu renkli folyo aluminyum olup iki tarafından titanyum ile çevrelenmiştir. Aluminyum ve titanyum ara yüzeyleri mükemmel olarak düzdür. 700°C'de 2,5 saat tutulduğu halde titanyum aluminid oluşmamıştır. Mikrografın sağ tarafındaki aluminyum ise, mikrografta görülen bölgede, titanyum ile reaksiyona girmiş ve titanyum aluminid oluşmuştur. Bu noktada, ne tür bir titanyum aluminid oluştuğu pek önemli değildir. Mikrografın bu sağ bölgesindeki aluminyum/titanyum folyo ara yüzeylerine bakılırsa, aluminid oluşan

bölgelerde ara yüzey halen iyi tanınabilir durumda olmakla beraber sol taraftaki Al/Ti folyo ara yüzeyi gibi mükemmel düz değildir. Ancak, burada aluminid oluşumunun gözlenmediği resmin alt kısımlarında yine düz Al/Ti ara yüzeyi görülebilmektedir. Bu olgu, aluminyum ile titanyum arasındaki reaksiyonun mükemmel düz ara yüzeye tam olarak paralel yürümediğini, bazı bölgelerde komşu bölgelere nazaran daha hızlı ilerlediğini, hatta bazı noktalarda ise reaksiyonun belirgin bir şekilde başlamadığını göstermektedir.



Element, ağ %	1	2	3	4	5
Al	61,1	72,7	100	97,3	75,4
Ti	38,9	27,3		2,7	Fe: 20,6

Şekil B5. Şekil 4'deki numunenin başka bir bölgesinin görüntüsü ve işaretli noktaların EDS analizleri.

b) Şekil B5'deki mikrograftan, difüzyonun olduğu bölgede ara yüzeyin ne yana doğru değiştiği de görülebilmektedir. Dikkat edilirse, görüntünün sağ alt kısmında difüzyonun olmadığı bölgede ara yüzey gayet düzdür ve intermetalik fazın geliştiği kısımlarda Al/Ti ara yüzeyi difüzyon bölgesinde titanyum folyosu içerisine doğru ilerlemiştir. Bir başka deyişle, ara yüzey yaklaşık 20 mikron kadar titanyum içerisine girmiştir, yani titanyum folyonun kalınlığı kabaca 20 mikron azalmıştır. Difüzyonun titanyum folyonun her iki tarafından ilerlemesi gerektiği ve bu örnekte difüzyon

reaksiyonunun henüz tamamlanmadığı göz önüne alınırsa, reaksiyonun tamamlanması durumunda, metalik titanyum folyonun kalınlığının önemli ölçüde azalacağı tahmin edilebilir. Burada anlatılan durumda, seçilen titanyum folyo kalınlığı 500 mikron ve aluminyum folyo kalınlığı 250 mikrondur. Eğer ters bir seçim yapılsa veya 500 mikron aluminyum ile örneğin 100 mikron kalınlığındaki titanyum folyo kombine edilse, reaksiyonun tamamlandığı durumda metalik titanyumun kalmaması veya kendinden beklenen görevi yapamayacak kadar incelmesi olasıdır. Dolayısıyla, folyo kalınlıklarının doğru seçimi önemlidir.

- c) **Sekil B4b**'deki mikrograftan görülen bir diğer önemli nokta da sudur: Aluminyum ile titanyumun birbirlerine difüzyonu düz ara yüzeye paralel bir şekilde gelişmemektedir. Difüzyon, sanki bir depozisyon reaksiyonu gibi, küçük tomurcuklar şeklinde ilerlemektedir. Durum Şekil B5'deki mikrograf yardımı ile daha açık bir şekilde görülebilmektedir. Mikrografin sol ve sağ yanları metalik titanyum ortası ise (koyu zon) aluminyum folyonun bulunduğu bölgedir. Yukarıda anlatıldığı gibi, titanyum ile komşu aluminyum bölgelerinde aluminyuma nazaran daha açık gri renkte görülen adacıklar (tomurcuklar) aluminyum ile titanyum arasında reaksiyonun başladığını göstermektedir. Bu adacıklardan alınan EDS analizleri buradaki Al oranının ağ. 72-76 arasında olduğunu göstermiştir. Bu aluminyum miktarı Al₃Ti için gerekli olandan daha fazladır ve bu fazın oluşumu için daha fazla titanyum difüzyonuna ihtiyaç vardır. Bu numunede, titanyuma yakın bölgelerde ise ağ. 61 Al vardır ve TiAl₃ oluşumu daha yakındır. Mikrografta aluminyum folyonun tam ortasında ise reaksiyona henüz girmemiş metalik aluminyum bulunmaktadır. Gri adacıkların olduğu bölgede adacıklar arasında koyu renkli bölgecikler dikkati çekmektedir ki, bunlar da metalik aluminyumdur (aluminyum veya çok az titanyum içeren aluminyum). Tomurcuklar arasındaki bu aluminyum bölgeleri (ve aradaki geniş monolitik aluminyum bölgesi), reaksiyon ilerledikçe (süre uzadıkça) titanyum aluminid haline dönüşecekler ve daha kompakt bir görüntü vereceklerdir (Şekil B6). Burada görülen titanyum aluminid içerisindeki titanyum miktarı ağ.34,5-38,5 arasındadır ve Al₃Ti bileşimine uymaktadır.
- d) Şekil B6'da resmin ortasında görülen koyu renkli hat (intermetalik zonun merkez hattı) henüz reaksiyona girmemiş aluminyum ve ilerleyen reaksiyon önünde bulunan safsızlıklarca oluşturulur.



Element,	1	2	3	4	5	6	7
ağ.%							
Al	65,4	62,5	61,5	91,2	61,9	63,3	65,4
Ni	34,6	37,5	38,5	1,8	38,1	36,7	34,6
				7 O			

Şekil B6. Tomurcuksu yapıdan daha kompakt bir titanyum aluminid yapısı ve işaretli noktaların EDS analizleri.

e) Şekil B4 ve özellikle Şekil B5'in gösterdiği diğer bir husus da şudur: Şekil B5'deki mikrografta aluminyum folyonun* ortasında yer alan metalik aluminyum zonu üzerinde nispeten açık renkli sınır çizgileri şeklinde görülen faz Fe-Al fazıdır. Demir, muhtemelen folyo içerisinde, az miktarda bulunmaktadır. Bu fazın, titanyum aluminid oluşumunun gözlenmediği bölgede, aluminyum folyonun yüzeyine kadar ulaştığı (Şekil B5, sağ alt) ancak titanyum aluminid oluşumunun gözlendiği bölgede ise bir cephe oluşturarak merkeze doğru hareket ettiği (veya titanyumca merkeze doğru ötelendiği) görülmektedir. Bu tür safsızlıklar, aluminid oluşumu ve gelişimi sürecinde merkez hattında toplanmaya eğilimlidir ve sonuç olarak bu hatta çatlak oluşumunu kolaylaştırırlar.

^{*}Bu folyonun saflığı %99'dur ve safsızlığın ne olduğu hakkında ürün kartında bilgi yoktur.

Eşdeğer çalışma şartlarında az veya çok farklı intermetalik faz çekirdeklenme ve büyüme adımlarının gelişmesi ilginç bir durumdur. Literatürde (Harach, 2001), aluminyumun ergime sıcaklığından düşük sıcaklıklarda yapılan deneylerde, titanyum ile aluminyum folyo istifleri arasında intermetalik fazın oluşumu sırasında ilk olarak bir oksit filminin oluştuğu anlatılmaktadır. Hem aluminyum hem de titanyum oksijene karşı ilgisi yüksek bileşenler oldukları için, atmosferik koşullarda yapılan deneylerde yüzey oksitlenmelerinin oluşması beklenmektedir. İntermetalik fazın çekirdeklenmesi, ancak bu oksit filminin kırılması ile mümkün olmaktadır. Kırılan oksit filmi büyüyen intermetalik faz önünde (bu çalışmada) aluminyum folyonun merkezine doğru ötelenmektedir. Difüzyon aluminyum folyonun her iki kenarından ilerlediği için, bu filmler orta hatta toplanmaktadır. Dolayısıyla, orta hat gerçekte bir intermetalik katmanın en zayıf yeri olacak gibi gözükmektedir.

Gerçekten, bir oksit filminin varlığı bazı numunelerde ortaya konulabilmiştir. **Şekil B7**, titanyum folyo üzerindeki çok ince bir oksit filmini göstermektedir. Bu film yaklaşık olarak ağ. %32,4 oksijen, %18,4 aluminyum ve %49,2 titanyum içeren kompleks bir oksittir.



Şekil B7. Titanyum tabaka üzerinde oksit filmi.

Harach ve Vecchio (2001) çalışmalarında (Harach, 2001) anlatıldığı gibi, intermetalik oluşumunun ilk safhasında meydana gelen oksit filmi intermetalik fazın çekirdeklenmesini geciktirmekte, fakat aluminyumun difüzyonunu durdurmamaktadır. Bunun sonucu olarak oksit filmi kırılır, titanyum-aluminyum ara yüzeyinde birçok noktada izole halde titanyum

aluminid kürecikler çekirdekleşir ve bu kürecikler birleşmeyi sağlamak için önce ara yüzey düzleminde büyür. Bu intermetalik oluşumunun ilk adımıdır. İkinci adımda, intermetalik tabaka ara yüzeye dik olarak sürekli bir şekilde büyümektedir. Bu bakımdan, reaksiyonun birinci adımı ara yüzey kontrollü büyüme ve ikinci adımı difüzyon kontrollü büyüme olarak nitelendirilmektedir.

İntermetalik kürelerin sıvı ya da katı mı oldukları bilinmemektedir. Eğer küreler sıvı ise intermetalik oluşumu şu şekilde açıklanmaktadır: Reaksiyon Al-Ti ara yüzeyinde başlar ve ilerler. Bu noktada ara yüzey kuvvetleri baskındır ve reaksiyon ürünü kürecik oluşturur. Ti-Al yüzey alanı azaldığı reaksiyon kinetiği azalır ve küreciklerin katılaşması başlar. Kürecikler katılaşırken yeni intermetalik çekirdeği Ti-Al ara yüzeyi boyunca oluşur ve komşu kürecikler oluşturmak için büyür. Komşu kürecikler, katılaşan bitişik kürecikleri baskı altında tutar ve onların sıvı içine atılmasına ve yeni yüzey alanı meydana gelmesine yol açacak şekilde kuvvetler uygular. Bu proses Al tükenene kadar devam eder ve difüzyon bariyeri oluşturmaz. Eğer intermetalik küreler katı olarak oluşmuş ise küreler sıvı faz içine kovulur. Bu mekanizma **Şekil B8**'de anlatılmıştır. Üzerinde fikir birliği edilen bir başka husus ise, Ti-Al



Şekil B8. Katı Ti – sıvı Al ara yüzeyinde Al₃Ti'nin sentezinde ard arda oluşan olaylar; a) Başlangıç b) ve c) İnce tabaka halinde çekirdeklenme ve büyüme d) Ara yüzey enerjisinin sonucu olarak küreselleşme e) Katılaşma ve düşük reaksiyon kinetiği f) Yeni oluşan ara yüzeyden bitişik Al₃Ti bölgeleri g) Bitişik Al₃Ti bölgelerinin küreselleşmesi ve katılaşması h) Kürelerin ayrılması (Harach, 2001)

sisteminde Al₃Ti fazının büyümesi için titanyumun katı ve aluminyumun sıvı halde olması gereğidir (Harach, 2001). Bunun anlamı şudur: İşlem sıcaklığı aluminyumun ergime sıcaklığı altında olsa bile, Ti- ve Al arasındaki ekzotermik reaksiyon nedeni ile aluminyum lokal olarak eriyebilir. İntermetalik fazın çekirdeklenmesi öncesinde oluşan ve çekirdeklenme ile kırılan oksit filmi dikine (aluminyum folyonun merkezine doğru) büyüyen intermetalik fazın önünde ilk aluminyum merkez hattına doğru ötelenirler. Merkez hattı iki açıdan kritiktir ve aluminid tabakasının en zayıf yeridir:

a) Oksitlerin ötelenerek bu bölgede birikmesi,

b) Titanyumun titanyum aluminid oluşturmak için difüzyon mesafesinin uzaması ve metalik aluminyumun harcanmasının yavaşlaması nedeniyle burada poroziteli bir yapının oluşması.
Bu proroziteler aluminyumca zengindir ve bazı hallerde ötelenmiş oksitleri de içerebilmektedir.

İlk aluminyum folyonun merkez hattı, özellikle ince folyolarda olmak üzere, bu çalışmada başarısız intermetalik üretiminin ana nedeni olarak ortaya çıkmıştır.

Kaynak

HARACH, D. J., Vecchio, K. S., Microstructure Evolution in Metal-Intermetallic Laminate (MIL) Composites Synthesized by Reactive Foil Sintering, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 32A, June 2001, 1493-1505, (2001).

TÜBİTAK PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje No: 104 M184

Proje Başlığı: Ti-Al₃Ti Metalik İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerin Üretimi

Proje Yürütücüsü ve Araştırmacılar: Prof. Dr. Sakin ZEYTİN, Doç. Dr. Fatih ÜSTEL, Yrd. Doç. Dr. Mediha İPEK, Dr. Havva Kazdal ZEYTİN

Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Esentepe Kampüsü Serdivan-SAKARYA

Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:

Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 15 Nisan 2005-15 Ocak 2008 (3 ay uzatma) (30 ay)

Öz (en çok 70 kelime)

Metalik titanyum ve aluminyum folyalarının ardışık sıralı istifleri 650 ve 700°C'de 2,5-5-7,5 ve 10 saat sürelerle basınç altında açık atmosferli fırınlarda pişirildi. Elde edilen ürünler SEM, XDR, sertlik ölçümü gibi yöntemler kullanılarak yapısal ve mekanik özellikleri yönünden incelendi. Sonuçlar titanyum ve titanyum tri-aluminidden (Ti-Al₃Ti) oluşan metalik intermetalik laminat kompozit yapısının elde edildiğini gösterdi. Yük uygulanması halinde, intermetalik faz gevrek davranış gösterip çatlarken metalik titanyum tabakasının plastik deforme olarak çatlak ilerlemesine direnç gösterdiği anlaşıldı.

Anahtar Kelimeler: Laminat kompozit. Ti-Al₃Ti kompoziti, aluminid, intermetalik, çatlak ilerlemesi, tokluk

Projeden Yapılan Yayınlar:

Yüksek Lisans Tezi:

S. Yıldız, "Metalik-İntermetalik Laminat Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu", Sakarya üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ocak 2007.

Tebliğ:

Ti-Al₃Ti Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerde İntermetalik Fazın Oluşumu ve Karakterizasyonu (S. Yıldız, M. İpek, F. Üstel, S. Zeytin), 12. Denizli Uluslararası Malzeme Sempozyumu için gönderilen özet kabul edildi, yazım aşamasında.

Ti-Al₃Ti Metalik-İntermetalik Laminat (MİL) Kompozitlerinin Kırılma Davranışı (M. İpek, F. Üstel, S. Zeytin), 12. Denizli Uluslararası Malzeme Sempozyumu için gönderilen özet kabul edildi, yazım aşamasında.