

TİTANYUM VE BAKIR MALZEMELERİN DİFÜZYON KAYNAK YÖNTEMİ İLE BİRLEŞTİRİLEBİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Kemal AYDIN, Mehtap HİDİROĞLU, Yakup KAYA, Nizamettin KAHRAMAN
Karabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Balıklarkayası Kampüsü, 78050, Karabük
kemal_616@hotmail.com, mehtap1616@hotmail.com, ykaya@karabuk.edu.tr, nkahraman@karabuk.edu.tr

(Geliş/Received: 19.08.2011; Kabul/Accepted: 06.12.2012)

ÖZET

Bu çalışmada, Ti-6Al-4V ile bakır malzemeler farklı sıcaklık (825 ve 850 °C) ve bekleme süreleri (15, 30 ve 60 dk) kullanılarak argon atmosferi altında difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirilmiştir. Kaynaklı birleştirmelere, arayüzey dayanımının belirlenebilmesi için sertlik ve kesme testi uygulanmıştır. Ayrıca, birleştirilmiş Ti-Cu kaynaklı bağlantıların arayüzeyinde meydana gelen reaksiyon bölgesinin mikroyapı özellikleri, optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak analiz edilmiştir. Analizlerde, reaksiyon bölgesinden çizgisel ve/veya bölgesel analizler yapılarak bu bölgelerin EDS grafikleri ve difüzyon haritaları çıkarılmıştır. Kaynaklı numunelere yapılan kesme testleri sonucunda, artan sıcaklık ve süre ile birlikte kesme mukavemetin arttığı belirlenmiştir. Yapılan sertlik ölçümleri sonucunda sertlik değerinin titanyum malzemeden ara bölgeye doğru arttığı, ara bölgeden bakır bölgesine doğru ise sertlik değerinin giderek azaldığı tespit edilmiştir. EDS analiz çalışmalarında, kaynaklı numunelerde sıcaklık ve süreye bağlı olarak farklı reaksiyon bölgelerinin oluştuğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Titanyum, bakır, difüzyon kaynağı, EDS analizi, kesme testi.

AN INVESTIGATION INTO THE JOINING OF TITANIUM WITH COPPER THROUGH DIFFUSION WELDING/BONDING

ABSTRACT

In this study, Ti-6Al-4V and copper were joined through different welding temperatures (825 and 850 °C) and holding time (15, 30 and 60 min) diffusion welding/bonding method under argon shielding. The welded joints were subjected to hardness and shearing tests in order to determine their interfacial strength. In addition, microstructural properties of the joined interface were examined using optical and scanning electron microscope (SEM). EDS graphs and diffusion maps of the interface were obtained by carrying out line and elemental analyses. The shearing tests revealed that increasing welding temperature and holding time increased the shearing strength of joined parts. The hardness tests indicated that hardness values increased with increasing distance from titanium to the interface and decreased with increasing distance from the interface to the copper. EDS analyses showed that different reaction areas took place in the welded parts depending on the temperature and holding time.

Keywords: Titanium, copper, diffusion welding, EDS analysis, shearing tests.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Difüzyon kaynağı, birleştirmek üzere eşleşmiş iki yüzeyin, malzemelerin ergime noktaları altındaki bir sıcaklıkta (0.5-0.8 Tm), malzemelerde tespit edilebilir plastik akmaya sebep olmayan bir basınçta katı hal difüzyonu yoluyla malzemeler arasında metalurjik bir bağ oluşuncaya kadar, malzemelerin özelliklerini

önemli ölçüde etkilemeyecek bir süre tutulmasıyla uygulanan bir katı hal kaynak yöntemidir [1,2]. Difüzyon kaynağı birçok ileri teknolojik malzeme için, özellikle geleneksel ergitme kaynağı işlemlerinin yetersiz kaldığı durumlarda etkili bir birleştirme yöntemidir [3]. Yöntemin en büyük avantajı benzer olmayan malzeme çiftlerinden yeni bir malzeme üretmektir [4].

Difüzyon kaynak yöntemi, gerek Ulusal, gerekse Uluslararası çalışmalarda farklı metallerin birleştirilmesinde sıklıkla kullanılmıştır. Literatürde, bir çok araştırmacı titanyumu, farklı metalik malzemelere (çelik, paslanmaz çelik, bronz) difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirmiştir [5-11]. Yapılan araştırmalar sonucu titanyum ile bakır malzemelerin difüzyon kaynağı ile ilgili bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Titanyum ve bakır birleştirmeler, günümüz endüstri uygulamalarında bakır üretimi için elektrolizörlerin katotlarında kullanılabilir [12,13]. Günümüzde araştırmalar elektrolitik bakır-titanyum birleştirmelerinde difüzyon kaynak yönteminin geliştirilmesine odaklanmıştır [13]. Bu yüzden çalışmada, titanyum ile bakır malzemelerin difüzyon kaynağı ile farklı parametrelerde birleştirilmesi ve birleşme arayüzey dayanımının ve özelliklerinin belirlenmesi üzerine odaklanılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

Bu çalışmada, titanyum ve bakır malzemeler, difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirilerek, bağlantıların mikroyapıları ile bazı mekanik özellikleri incelenmiştir. Birleştirme şartlarını belirlemek için yapılan deneylerde kullanılmak üzere 10 mm çapında Ti-6Al-4V (ASTM Grade 5) ve aynı çapta elektrolitik bakır (electrolytic Grade 99.99 % Copper) temin edilmiştir. Silisyum karbür kesici disk ile $\phi 10 \times 10$ mm ebatlarında kesilen numuneler, bakalite alma işleminden sonra standart metalografik numune hazırlama işlemlerine (zımparalama, parlatma) tabi tutulmuştur. Deneysel çalışmalar, Şekil 1'de fotoğraf ve şematik görüntüsü verilen TR2002 02710 U patentli difüzyon kaynak cihazında gerçekleştirilmiş ve kaynak esnasında bir malzeme çiftinin diğerine birleşmesini önlemek için iki çift arasında seramik bir malzeme kullanılmıştır.

Değişik sıcaklık ve süre kombinasyonları kullanılarak, aynı parametre seti ile her parametre değeri için 4 adet numune, difüzyon kaynağı ile birleştirilmiştir (Çizelge 1). Böylece tüm kaynaklar

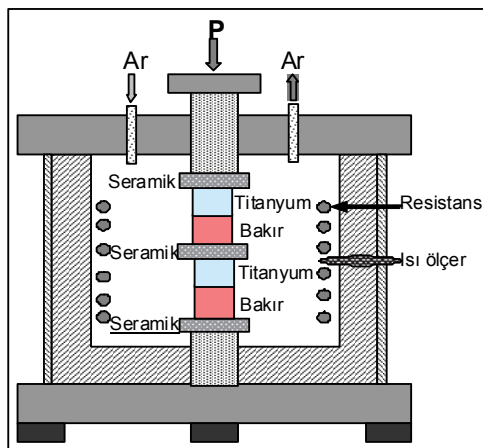
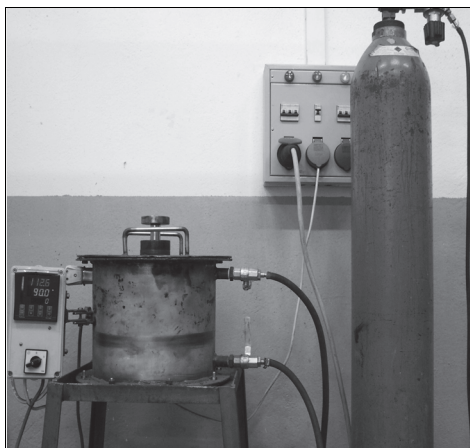
dört set halinde hazırlanmış, bir seti metalografik işlem için diğer üç set ise kesme testine tabi tutulmuştur. Kaynak esnasında difüzyon kaynak cihazı dakikada 20 °C/dakika ısıtma ve soğutma hızına programlanmıştır. Numuneler üzerine 3 MPa'lık bir basınç uygulanmış, daha sonra başlangıçta 5 dakika kadar kaynak ortamına 1 bar argon gazı verilmiş ve daha sonra bu oran kontrol edilebilecek minimum değere indirilmiştir. Kaynak esnasındaki gaz koruması fırın sıcaklığı oda sıcaklığına düşene kadar devam ettirilmiştir.

Çizelge 1. Deneylerde kullanılan kaynak parametreleri (Welding parameters used in this study)

Malzeme	Sıcaklık (°C)	Süre (dakika)	Basınç (MPa)	Kaynak ortamı
Ti-Cu	825	15	3	Argon
Ti-Cu	825	30		
Ti-Cu	825	60		
Ti-Cu	850	15	3	Argon
Ti-Cu	850	30		
Ti-Cu	850	60		

Difüzyon kaynağı yapılmış numunelerin kesme kuvvetine karşı göstermiş olduğu direnci belirlemek amacıyla numunelere kesme testi uygulanmıştır. Kesme testleri 0,5 mm/dakika basma hızında gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümlerinde 10 gr yük uygulanmış ve ölçüm işlemi kaynak arayüzeyinden başlayarak her iki metale doğru farklı aralıklarla yapılmıştır.

Kaynaklı numunelerin metalografik incelemeleri optik mikroskop ve EDS ile donatılmış SEM ile gerçekleştirilmiştir. Kaynaklı numuneler öncelikle boylamasına ortadan ikiye kesilmiş ve bakalite gömülmüşlerdir. Standart zımparalama ve parlatma işlemine tutulan numuneler son olarak dağlama işlemine tabi tutulmuşlardır. Birleşmenin bakır tarafı için kroll dağlayıcısı ile, titanyum tarafı ise % 73 H₂O - % 16 HF - % 6 HNO₃ - % 5 HCl karışımı ile dağlanmıştır.



Şekil 1. Difüzyon kaynak seti (Diffusion welding equipment)

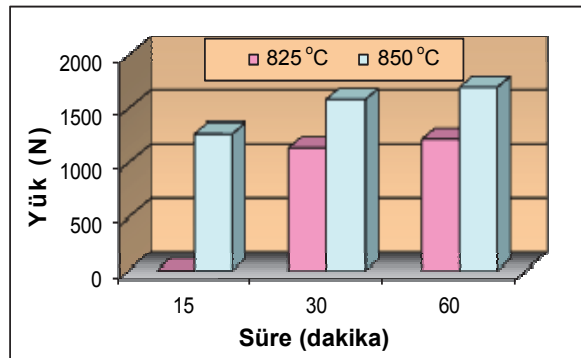
EDS çalışmaları, birleşme ara yüzeyi merkezinden ve ara yüzeyden her iki yönde olmak üzere farklı aralıklarla yapılarak difüzyon miktar ve mesafeleri ölçülmeye çalışılmıştır. Ayrıca, seçilen iki örnek numune üzerinde difüzyon bölgesinde çizgisel analiz yapılmış ve bu numunelerin, her bir element için difüzyon haritaları çıkarılmıştır. EDS analiz sonucu elde edilen veriler incelenerek, ilgili faz diyagramları kullanılarak kıyaslanmış ve arayüzeyde oluşan fazların elementer içerikleri ile intermetalikler tespit edilmeye çalışılmıştır.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Difüzyon kaynağı ile değişik süre ve sıcaklıklarda gerçekleştirilen kaynak işlemleri sonucu 15 dakika süre ile 825 °C'de kaynak işlemine tabi tutulan numunede birleşme gerçekleşmezken, diğer bütün şartlar için olumlu sonuçlar alınmıştır. 825 °C'de 15 dakika süre ile kaynak yapılan numunede birleşmenin olmamasına sebep olarak hem sıcaklığın düşük olması hem de sürenin az olması gösterilebilir. Nitekim süre 30 dakikaya çıkarıldığında veya süre sabit tutulup sıcaklık 850 °C'ye çıkarıldığında kaynak işlemi gerçekleşmektedir. Bilindiği gibi bu kaynak yönteminde atomların yayınabilmesi için yeterli sıcaklık, süre ve basınca ihtiyaç vardır. Difüzyon zaman gerektirir. Üniform bir yapı oluşturmak için çok sayıda atomun difüze etmesi gerekiyorsa, yüksek sıcaklıklarda bile uzun zaman gerekebilir. İşlem zamanı, yüksek sıcaklıklar kullanılarak veya difüzyon mesafesi mümkün olduğu kadar kısaltılarak azaltılabilir [14].

3.1. Kesme Testi (Shearing Test)

Titanium ve bakır malzemelerin difüzyon kaynağı ile farklı parametrelerde birleştirildiği bu çalışma sonucunda, kaynaklı birleştirmelere çekme-basma test cihazında, basma yönünde kesme testi uygulanmıştır. Her bir numune için basma yapılan üç numunenin ortalamaları alınmış ve parametreler arasındaki kıyaslamayı daha kolay anlaşılabilir hale getirmek için değerler Şekil 2'deki grafiğe aktarılmıştır.



Şekil 2. Kesme test sonuçları (Shearing test results)

Kesme deneyleri sonunda, tüm birleştirmelerde kopmanın arayüzeyde meydana geldiği, ancak titanium malzeme yüzeyinde bir miktar bakırın kaldığı gözlemlenmiştir. Bilindiği gibi bakır malzemenin sünekliği titanium malzemenin daha yüksektir. Bu yüzden bir miktar bakırın titaniumun yüzeyinde kalması beklenen bir sonuçtur. Kırık yüzeyler üzerinde gözle yapılan muayenede titanium yüzeyinde kalan bakır miktarları incelendiğinde, kaynak esnasında uygulanan ısı girdisinin ve sürenin artmasına bağlı olarak arttığı dikkat çekmiştir.

Şekil 2 incelendiğinde, 825 °C ve 15 dakika sürede, kaynak işleminin gerçekleşmediği görülmektedir. Bu sıcaklıkta birleşme işleminin gerçekleşmemesinin sebebi, uygulanan basınca göre sıcaklığın düşük oluşudur. Çünkü sıcaklık malzemenin akma gerilmesini azaltarak ilk plastik deformasyonu sağlar. Yüzey pürüzlerini gidererek gerçek temas alanını elde etme zamanını kısaltır. Ayrıca sürtünme ile şekil değiştirme oranını artırır [15]. Yüzeylerde yeterli deformasyonun gerçekleşmemesi nedeni ile yeterli yüzey teması sağlanamamış ve bu da ara yüzeyde zayıf bir bağ oluşumuna neden olmuş ve kaynak sonrası numune yaklaşık 2 m yükseklikten sert bir zemine serbest bırakıldığında numunelerden bazıları arayüzeyden ayrılmıştır. Bu serbest düşürme testi bütün numunelere birkaç kez uygulanmış ve birleşmelerin güvenli olduğu sonucuna varılmıştır. 825 °C ve 15 dakika süre ile birleştirilen numunelerden sağlam olarak görünenler metalografik çalışmalar için numune hazırlama esnasında ayrıldıklarında kesme testine tabi tutulmamışlardır. Elrefaey ve arkadaşları [9] titanium ile çeliği bakır arabağlayıcı kullanarak difüzyon kaynağı ile birleştirmeye çalışmışlar ve 800 °C sıcaklığın tam bir birleşme için yeterli olmadığını ve numunelerin çoğunun metalografi için hazırlama aşamasında ayrıldığını rapor etmişlerdir. Sıcaklık 850 °C'ye yükseltildiğinde ise tam bir birleşmenin sağlandığını belirtmişlerdir.

Kesme grafiği incelendiğinde, kaynak esnasında kullanılan farklı deney parametrelerinin kesme test sonuçlarını etkilediği açıkça görülmektedir. Burada en yüksek kesme mukavemetinin en yüksek sıcaklık (850 °C) ve sürenin (60 dakika) uygulandığı kaynaklı numunelerden ölçüldüğü görülmektedir. Grafik detaylı bir şekilde incelendiğinde, 825 °C'de 3 MPa basınç altında 30 dakika sürede, kesme dayanımı 1140 N iken, bu değer sürenin 60 dakikaya yükseltilmesiyle 1223 N'a yükselmiştir. Benzer biçimde sıcaklığın artmasına bağlı olarak da kesme dayanımının arttığı kolaylıkla söylenebilir. Şekil 2 süre açısından genel olarak değerlendirildiğinde, difüzyon kaynağı sonrasında kesme deneyinden elde edilen sonuçlara göre difüzyon kaynağında uygulanan süre arttığında, kesme mukavemetinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak süre uzadığında difüzyonun daha iyi bir şekilde

gerçekleşmesidir. Difüzyon kaynağında süre; bağımlı bir işlem parametresi olup, sıcaklık, basınç ve birleştirme türü ile ilişkilidir. Bu kaynak yönteminde sürenin üst değeri uygulayıcıya bırakılmıştır. Ancak, kaynak süresinin uzun olması kaynak ekonomisi açısından bir dezavantaj oluştururken, boşlukların oluşumunu, bileşimin değişimini ve kırılğan intermetalik bileşiklerin oluşumunu teşvik etmesi gibi bağlantının mekanik özelliklerini bozan olumsuzluklara da neden olabilir [1]. Bu çalışmada literatür bilgileri dikkate alınmış ve sürenin gereğinden fazla uzatılmasının meydana getireceği olumsuz etkiler azaltılmaya çalışılmıştır.

Aydın ve arkadaşları [13] aynı malzemeler (Ti-6Al-4V ile elektrolitik bakır) üzerinde aynı süre (15, 30 ve 60 dakika) ve basıncı (3 MPa) kullanarak, sadece daha yüksek sıcaklıklarda (875, 890 ve 900 °C) deneysel çalışmalar yapmışlardır. Bu çalışma sonucunda, kesme dayanımı 875 °C'de 15 dakika bekleme süresinde 1578 N, 30 dakika bekleme süresinde 1904 N ve 60 dakika bekleme süresinde ise 1996 N olarak ölçülmüştür. Benzer biçimde, 890 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen deneylerde, kesme dayanımları sırasıyla 1791 N, 2098 N ve 2171 N olarak ölçülmüştür. 900 °C'de 15 dakika süre ile birleştirilen numunede tam bir birleşme gerçekleşmiş ancak, yüksek sıcaklıktan dolayı bakır malzeme deformasyona, dolayısıyla da şekil değişimine uğradığı belirlenmiştir. Bu yüzden bu sıcaklıkta yapılan deney, çalışma dışı bırakılmıştır. Sonuç olarak, sıcaklık (890 °C'ye kadar) ve bekleme süre artmasına bağlı olarak kesme dayanımının arttığı görülmüştür.

Bir malzemenin sıcaklığı arttığı zaman, difüzyon katsayısı ve atomların akışı da artar. (Akı; her birim zamanda bir birim alan düzleminden geçen atomların sayısıdır). Yüksek sıcaklıklarda atomların difüzyonu için sağlanan enerji, atomların aktivasyon enerji engelini aşması ve daha kolaylıkla yeni kafes yerlerine hareket etmesini sağlar [14]. Bütün bunların yanında, difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirilen malzemelerin ergime sıcaklıkları farklarının yüksek olmasının, birleşme performansını olumsuz yönde etkileyeceği bir gerçektir. Çünkü kaynak esnasında kullanılan kaynak parametrelerinin seçimi, ergime sıcaklığı düşük olan malzeme göz önünde bulundurularak yapılmaktadır. Bu durumda titanyum ve bakır malzemeler arasındaki fiziksel özelliklerden ergime sıcaklığı farkının belirgin bir şekilde yüksek olması (yaklaşık 650 °C) birleşme arayüzey mukavemetini önemli derecede etkilemektedir.

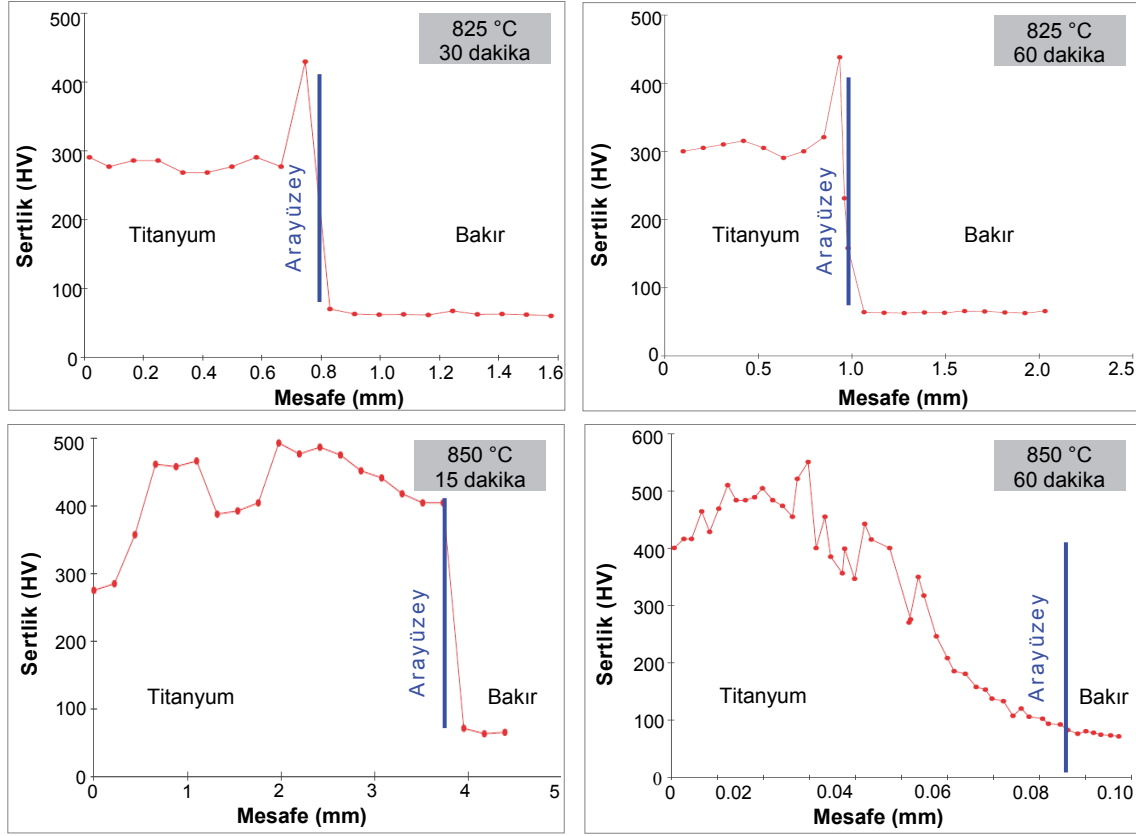
Mahendran vd., magnezyum ve bakır malzemeleri difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirmişler ve yaklaşık 400 °C ergime sıcaklığı farkının kaynak mikroyapısını ve performansını etkilediğini belirtmiştir [16]. Benzer çalışmada Kurt ve Somunkıran, farklı metalik malzemeleri değişik difüzyon sıcaklıklarında birleştirmişler ve artan

difüzyon sıcaklığı ile kesme dayanımının arttığını belirtmişlerdir [17].

3.2. Mikrosertlik Testi (Microhardness Test)

Mikrosertlik ölçümleri, birleşme bölgesinin her iki tarafından ve farklı aralıklarla yapılmıştır. Mikrosertlik ölçümleri, 825 °C'de 30 ve 60 dakika süre ile birleştirilmiş numunelerden, 850 °C'de ise 15 ve 60 dakika süre ile birleştirilen numunelerden yapılarak, hem sürenin hem de sıcaklığın etkileri belirlenmeye çalışılmıştır. Farklı kaynak parametrelerinin (sıcaklık ve süre) kullanılarak yapılan birleştirmelerden elde edilen sertlik test ölçümleri farklı aralıklarda ve arayüzeyden her iki yöne doğru yapılmıştır. Elde edilen sonuçlardan faydalanarak her kaynaklı bağlantıya ait mikrosertlik eğrileri belirlenmiştir. Mikrosertlik profilleri, difüzyon kaynak yöntemi ile birleştirilmiş numunelerin bağlantı bölgesinden, karşılıklı olarak çizgisel bir hat üzerinde, ara bölgedeki konsantrasyon farkının, malzemenin sertliğine etkisi ve ara yüzeyde intermetalik fazların oluşup-oluşmadığını belirlemek amacıyla alınmıştır. Şekil 3'de difüzyon kaynak yöntemi ile farklı sıcaklık ve sürelerde birleştirilmiş titanyum ve bakır malzemelere ait sertlik grafikleri verilmiştir. Sertlik ölçme cihazından elde edilen sertlik değerleri direkt olarak bilgisayara aktarma yapabilen bir sistem vasıtasıyla ekrana aktarılmış ve grafikler otomatik olarak çizilmiştir. Böylece, sertlik ölçme esnasında kişiye bağlı olarak meydana gelebilecek hatalar azaltılarak, elde edilen sonuçların doğruluk payı artırılmıştır.

Şekil 3 incelendiğinde, a, b ve c grafikleri birbirlerine benzerlik gösterirken d grafiği biraz farklılık göstermektedir. Bu ilk üç grafikte her bir mm aralığında 5-10 ölçüm yapılırken d grafiğinde 0,1 mm mesafeden 50 ölçüm yapılarak arayüzeydeki (faz bölgesi) sertlik değişim özellikleri daha iyi karakterize edilmeye çalışılmıştır. Bütün sıcaklık ve bekleme sürelerinde yapılmış olunan kaynaklı bağlantıların sertlik profilleri incelendiğinde; temelde tüm birleştirmelerin benzer özellikler gösterdikleri gözlenmiştir. Birleştirmenin bakır tarafından birbirine yakın değerlerde ölçülen düşük sertlik değerleri, arayüzeye gelindiğinde yükselişe geçmekte ve arayüzeyde tavan yapmaktadır. Sertlik değerleri arayüzeydeki faz bölgesi geçilip saf titanyuma gelindiğinde ise tekrar düşüş göstermektedir. Titanyum-bakır arayüzey bölgesinde elde edilen sertlik değerleri diğer bölgelerle karşılaştırıldığında daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu sonuç, bütün numunelerde Cu ve Ti'nin bir biri içerisinde yüksek yayılabilecek özelliklerinin sonucu olarak oluşan CuTi intermetalik bileşiklerinin varlığını doğrulamaktadır. Yapılan literatür araştırmaları sonucunda kaynak bölgesinde $\beta\text{Cu}_4\text{Ti}$, Cu_2Ti , Cu_3Ti_2 ve CuTi_3 intermetalik fazların bulunabileceği tespit edilmiştir [18].



Şekil 3. Mikrosertlik testi sonuçları (Microhardness test results)

3.3. Mikroyapı Çalışmaları (Microstructure Studies)

Mikroyapı çalışmalarında amaç, difüzyon kaynağı yapılmış numunelerde oluşabilecek fazların yapı ve dağılımları ile arayüzeyde oluşabilecek boşluklarının durumunu incelemektir. Mikroyapı çalışmaları hem optik mikroskop (Şekil 4, 825 °C'de 30 dakika) hem de SEM (Şekil 5, 825 °C'de 60 dakika) ile gerçekleştirilmiş örnek olması açısından ikişer adedi de verilmiştir. Fotoğrafa bakıldığında birleşme işleminin olumlu gerçekleştiği ve kaynak arayüzeyinde çizgi halinde ince bir oksit filminin olduğu (koyu renkli kısım) görülmektedir. Bu çalışma dâhilinde en düşük parametre ile birleştirilmiş bu numunede kaynak arayüzeyinde hapsolmuş olan oksit tabakası gerek sürenin artması, gerek sıcaklığın yükseltilmesiyle parçalanmakta ve farklı malzemelerin adhezyon kuvvetlerinden dolayı arayüzey bağ dayanımı artırılabilir. Malzeme yüzeyleri arasında birleşmenin sağlanması, yani farklı malzemelerde adhezyon ve benzer (aynı) malzemelerde kohezyon kuvvetlerinin teşekkülü için, malzeme yüzeylerinin atomlar arası bağın oluşabileceği yakınlıkta temasını sağlamak gerekir [19]. Nitekim aynı sıcaklıkta süre 60 dakikaya yükseltildiğinde birleşme arayüzeyinde yaklaşık 20 - 25 µm genişliğinde bir reaksiyon bölgesinin oluştuğu görülmektedir.

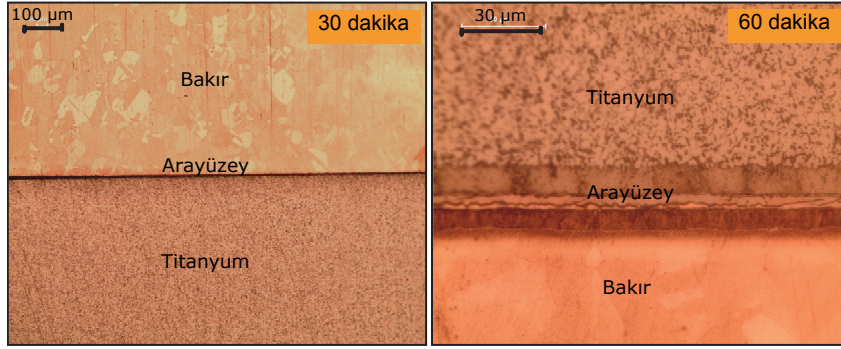
Şekil 5'de 850 °C'de a) 15 dakika b) 60 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin SEM görüntüleri

verilmiştir. Kaynak bölgesi incelendiğinde (Şekil 5 a), arayüzeyde üç farklı bölgenin oluştuğu ve bu bölgenin yaklaşık 100 µm olduğu dikkat çekmektedir. Burada, I. bölgenin bakırca zengin difüzyon bölgesini, III. bölge ise titanyumca zengin difüzyon bölgesini gösterdiği düşünülmektedir. Aynı sıcaklıkta süre 60 dakikaya çıkarıldığında (Şekil 5 b) arayüzeyde oluşan reaksiyon bölgesinin genişlediği ve yaklaşık 120 µm'ye yükseldiği görülmektedir. Buradan artan sıcaklık ve süreye bağlı olarak difüzyon bölgesinin genişlediği sonucuna varılabilir.

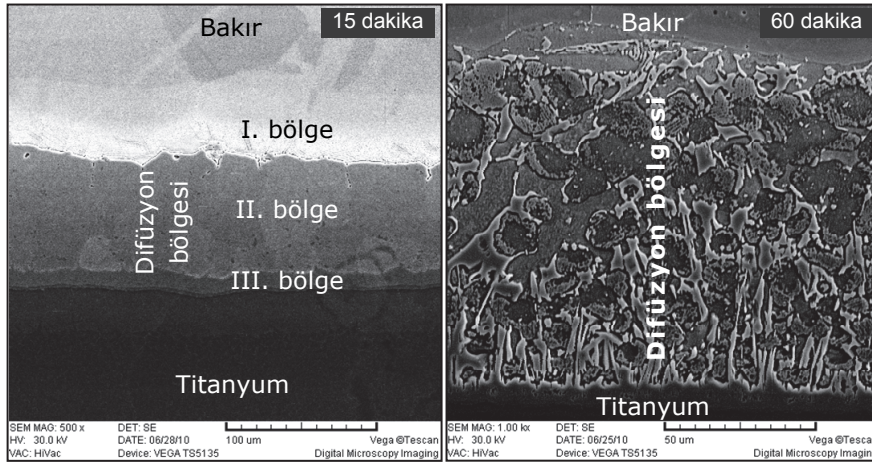
3.4. EDS Analiz İncelemeleri (EDS Analysis Examine)

Difüzyon kaynak yöntemi ile değişik kaynak parametrelerinin kullanıldığı çalışmalar sonucunda, numunelerin tümünden SEM ve EDS (hem bölgesel hem de çizgisel) analizleri yapılmıştır. Yapılan analizler sonucunda Titanium-Bakır denge diyagramı göz önünde tutularak oluşabilecek faz yapıları belirlenmeye çalışılmıştır. Bölgesel EDS analiz sonuçlarına göre fazların tespitinde, grafiklerin sol tarafındaki skala (full scala counts) değerleri dikkate alınarak o bölgedeki titanyum (Ti+Al+V) ve bakır oranları yaklaşık olarak belirlenmeye çalışılmıştır.

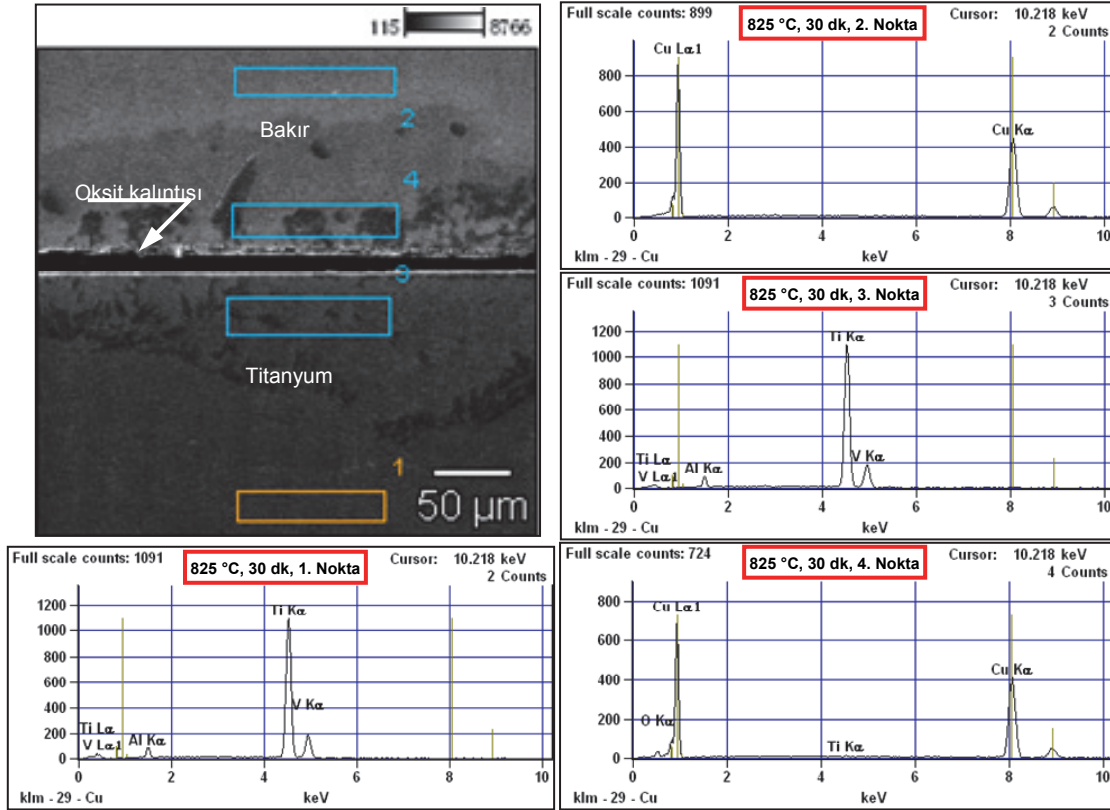
Şekil 6'da 825 °C'de 30 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin SEM'de EDS analizi yapılan bölgelerin görüntüsü ve analiz grafikleri verilmiştir. SEM görüntüsü üzerinde verilen rakamlar analiz grafiklerinde 1, 2, 3 ve 4. Nokta olarak kodlanmıştır.



Şekil 4. 825 °C'de birleştirilmiş numunelerin optik mikroskop görüntüleri (Optical microstructures of the samples joined at 825 °C)



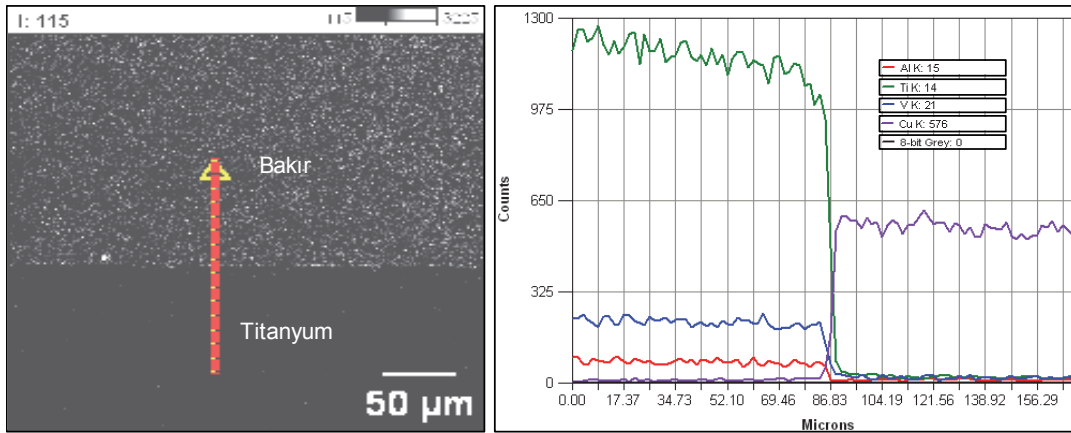
Şekil 5. 850 °C'de birleştirilen numunenin SEM görüntüleri (SEM image of the sample joined at 850 °C)



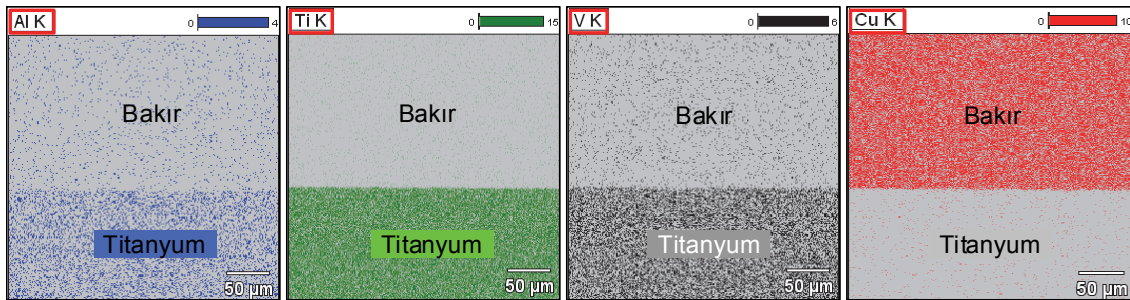
Şekil 6. 825 °C'de 30 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analizi yapılan bölgeler ve analiz grafikleri (EDS analyze sections and analyze graphs of the sample joined by 30 min at 825 °C)

Görüntü incelendiğinde Ti-Cu arayüzünde oksit tabakasının varlığını koruduğu ve tam birleşmenin olmadığı açıkça görülmektedir. Bunun nedeni araştırıldığında, difüzyon kaynak parametrelerine bakılarak, kaynak işleminin neden istenilen yeterlilikte olmadığı söylenebilir. Çünkü aynı sıcaklıkta 15 dakika süre ile birleştirilmeye çalışılmış numunede birleşme gerçekleşmez iken, bu numunede birleşme kısmen gerçekleşmiştir. Bu yüzden bu numunede de sıcaklığın yanında sürenin de tam bir birleşme için yeterli olmadığı söylenebilir. Şekil 6 incelendiğinde, titanyum tarafından alınan birinci (1. Nokta) ve üçüncü (3. Nokta) bölgede sadece titanyum atomlarına rastlandığı, ayrıca bu bölgede titanyum içerisinde var olan alüminyum ve vanadyum elementlerinin varlığını koruduğu görülmektedir. Birleştirmenin bakır tarafından yapılan ikinci bölgedeki (2. Nokta) analiz sonuçlarında ise sadece bakır atomlarına rastlanıldığı görülmektedir. Yine birleştirmenin bakır tarafında arayüze yakın dördüncü bölge (4. Nokta) incelendiğinde bakır elementleri arasında az da olsa titanyum elementleri olduğu görülmektedir. Buradan, kaynak yapılan bu en düşük sıcaklıkta, sadece titanyumun bakır tarafına kısmen difüze olduğu, ancak bakırın titanyuma difüzyonunun tam olarak gerçekleşmediği sonucu çıkarılabilir.

Şekil 7'de 825 °C'de 60 dakika süre ile birleştirilmiş



Şekil 7. 825 °C'de 60 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analiz yönü ve çizgisel grafiği (EDS analyze direction and linear graphic of sample joined by 60 min at 825 °C)

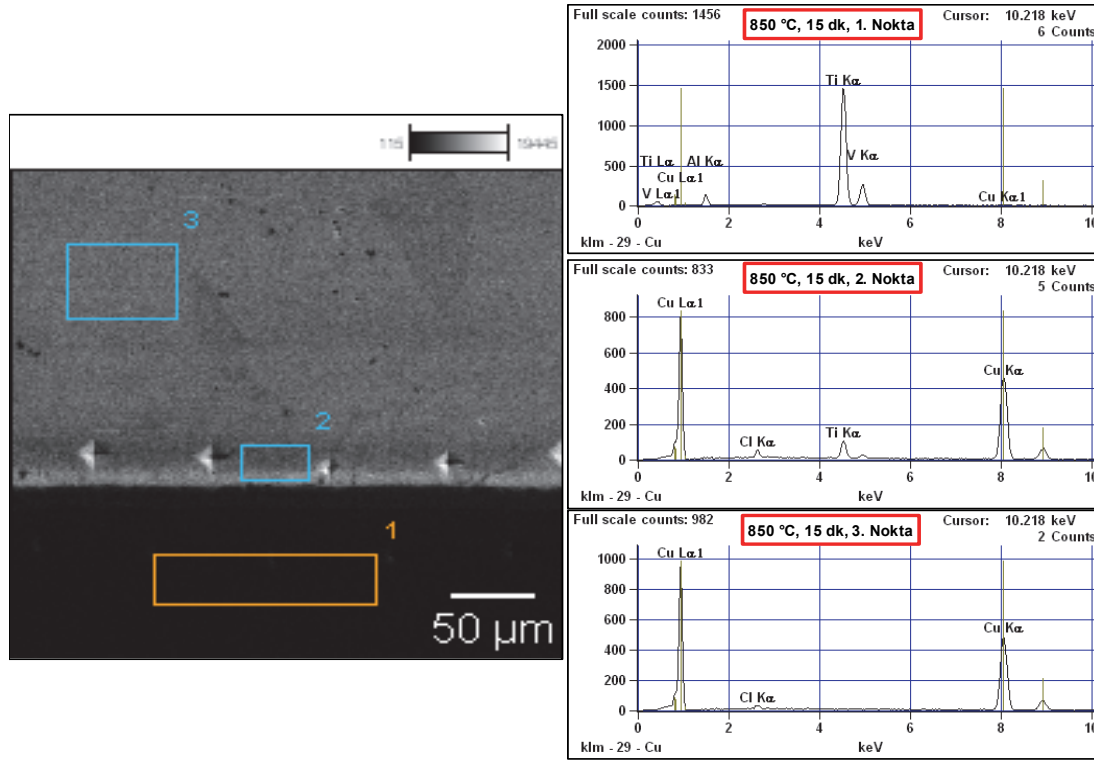


Şekil 8. 825 °C ve 60 dakikadaki EDS analiz sonucu elde edilen element haritası (Elemental map obtained from EDS analysis at 825 °C and 60 minute)

numunenin titanyum tarafından başlayarak bakır tarafında sonlandırıldığı gösteren çizgisel EDS analiz yönünü ve çizgisel tarama analiz grafiğini göstermektedir. Şekil 8 ise EDS analiz sonucu elde edilen element haritasını göstermektedir.

Şekil 7 incelendiğinde, titanyum bölgesinde titanyum içerisinde mevcut olan Al ve V elementinin yanında çok az miktarda Cu elementinin yayındığı görülmektedir. Birleşmenin bakır tarafındaki çizgisel analiz grafikleri incelendiğinde ise az miktardaki Ti, Al ve V elementinin bakır matris malzemesi içerisine yayındığı açıkça görülmektedir. Kaynak arayüzeyi incelenecek olursa difüzyonun yaklaşık 20 µm'lik bir bölgede (80-100 µm arasında) etkili olduğu söylenebilir. Şekil 8'de, çizgisel analiz sonucu elde edilen EDS difüzyon element haritası incelendiğinde, matris malzemeler Cu ve Ti elementinin yanında Ti içerisinde mevcut Al ve V elementinin de Cu içerisinde yayındığı, dolayısıyla arayüzeyde karşılıklı difüzyon oluştuğu söylenebilir.

Şekil 9'da 850 °C'de 15 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analizi yapılan bölgelerin görüntüsü ve bu bölgelerden alınan EDS analiz grafikleri verilmiştir. Analizler, birleşmenin arayüze yakın Cu tarafı ile Ti ve Cu taraflarından birer adet olmak üzere toplam üç adet olarak gerçekleştirilmiştir.



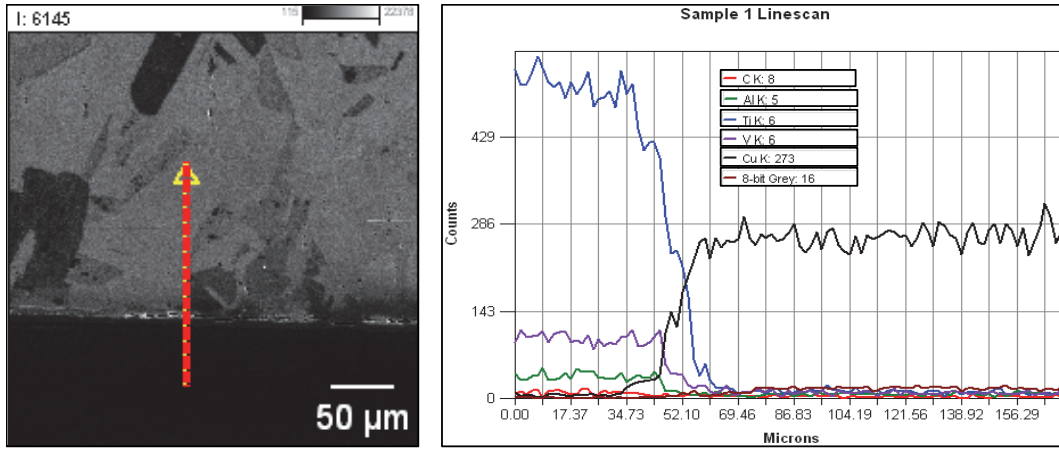
Şekil 9. 850 °C’de 15 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analizi yapılan bölgeler ve analiz grafikleri (EDS analyze sections and analyze graphs of the sample joined by 15 min at 850 °C)

Şekil 9’da birleşmenin Ti tarafına bakılacak olunursa, 1. bölge titanyumun yanında Ti içerisinde mevcut Al ve V elementlerinin olduğu, bunun yanında önemsiz miktarda da Cu elementlerine rastlandığı görülmektedir. Birleşmenin arayüzeyine yakın Cu tarafında ise Cu elementinin yanında az miktarda Ti elementinin olduğu gözlenmektedir. Birleşmenin arayüzeyden uzak Cu tarafında yapılan analiz sonucunda ise yapının sadece Cu olduğu görülmektedir. Deneysel çalışmalarda kullanılan kaynak parametreleri dâhilinde, 825 °C’de 15 dakikalık sürede birleşmenin gerçekleşmediği dikkate alındığında, sıcaklığın 25 °C artırılmasıyla aynı sürede difüzyonun dar bir alanda gerçekleşmiş olması beklenen bir sonuç olarak değerlendirilebilir.

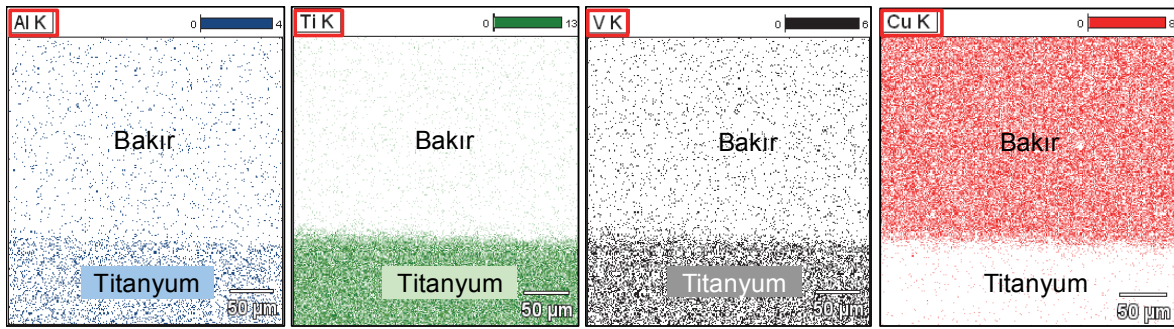
Literatür bilgisi olarak belirtilen [20], her 20 °C’lik sıcaklık artışında difüzyon katsayısı veya difüzyon hızı ikiye katlanır bilgisinin çalışmamız ile paralellik gösterdiği bir gerçektir. Atomların kafesteki denge konumları etrafında sürekli titreşim hareketi yaparlar ve sıcaklık arttıkça titreşimin genliği artar. Isı enerjisi olarak bilinen ve atomun ısı titreşimi ile ilgili enerji, atomun başka bir kafes konumuna atlaması için yeterli olur.

Şekil 10’da 850 °C’de ve 30 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin Ti tarafından başlayarak Cu tarafında sonlandırıldığını gösteren çizgisel EDS analiz yönü ile çizgisel tarama analiz grafiğini ve Şekil 11 ise EDS analiz sonucu elde edilen element haritasını göstermektedir.

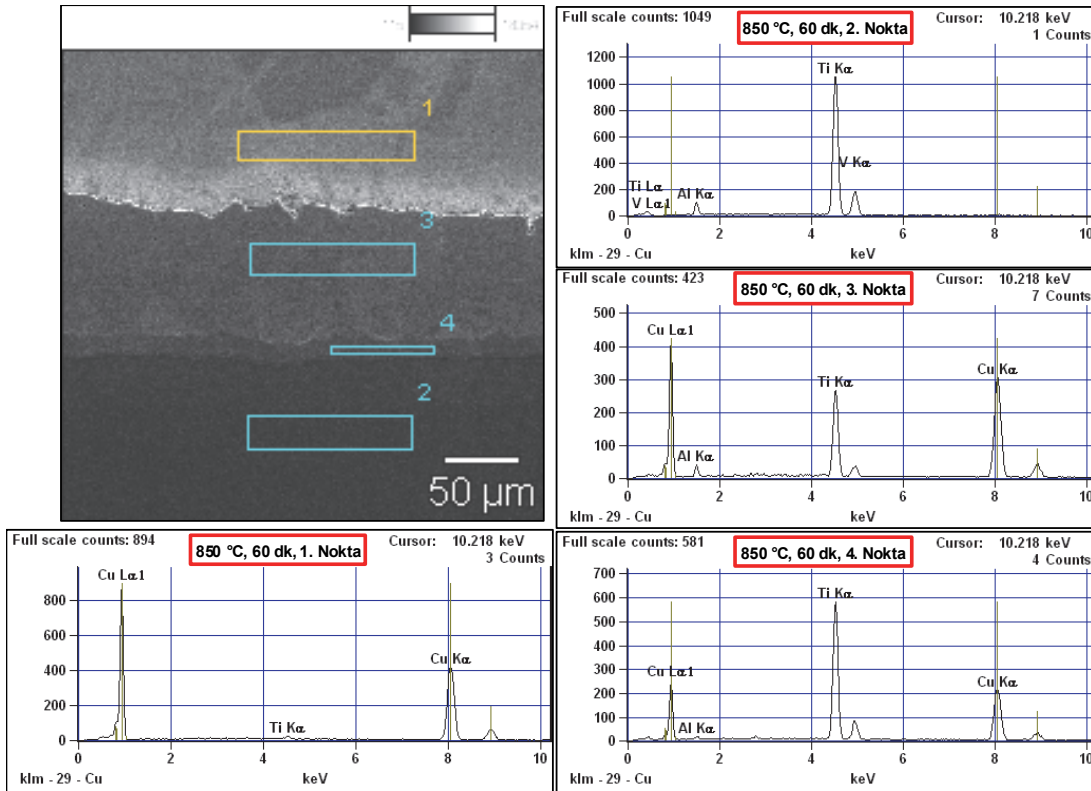
850 °C’de 30 dakikada süre ile birleştirilen kaynaklı numune için Şekil 10’da verilen çizgisel analiz grafiği incelendiğinde titanyum içerisinde az miktarda Cu elementinin olduğu benzer biçimde bakır içerisinde de az miktarda Ti, Al ve V elementlerinin bulunduğu görülmektedir. Analiz grafiğine bakılacak olursa yaklaşık 30 µm’den sonra karşılıklı difüzyonunun yoğunlaşmaya başladığı ve bu yoğunluğun yaklaşık 70 µm’ye kadar devam ettiği gözlenebilmektedir. Bu sonuçlardan kaynak işleminin olumlu olarak gerçekleştiği ve yaklaşık 40 µm’lik bir difüzyon bölgesinin oluştuğu görülmektedir. Grafikte dikkat çekici bir nokta vanadyum elementinin alüminyum miktarından daha fazla olduğu görülmektedir. Ancak deneysel çalışmalarda kullanılan titanyum malzeme içerisinde % 6 oranında Al, ve % 4 oranında V bulunmaktadır. Böyle bir durum olduğu halde V oranının yüksek olmasının nedeni, titanyumun alüminyumu bağlayıp difüzyon olmasına engel olduğu söylenebilir. Ayrıca literatürde alüminyumun aktivasyon enerjisi 144 kJ/mol, bakırın 211 kJ/mol [14], titanyumun 192.8 kJ/mol [21] ve vanadyumun aktivasyon enerjisi 274 kJ/mol [22] olarak verilmektedir. Bu verilerden yararlanılarak yapılan değerlendirmeler sonucunda, aktivasyon enerjisi büyük olan elementin difüzyon hızının daha düşük olacağı, böylece elementler arasındaki aktivasyon enerji farkının titanyumun grafikte daha yoğun bir şekilde görülmesine sebep olabileceğini akla getirmektedir. Bir başka ifadeyle aktivasyon enerjisi düşük olan elementin difüzyonunun kolay olacağı söylenebilir.



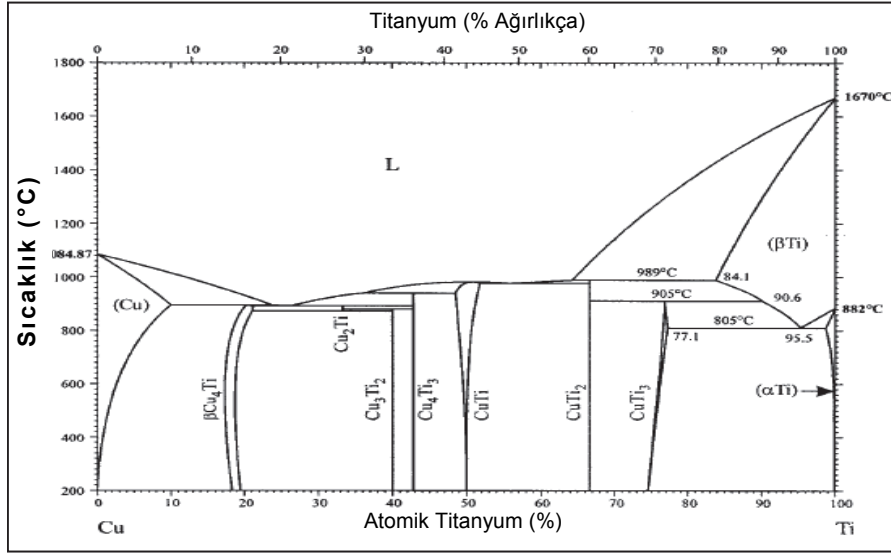
Şekil 10. 850 °C ve 30 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analiz yönü ve çizgisel grafiği (EDS analyze direction and linear graphic of sample joined by 30 min at 850 °C)



Şekil 11. 850 °C ve 30 dakikadaki EDS analiz sonucu elde edilen element haritası (Elemental map obtained from EDS analysis at 850 °C and 30 minute)



Şekil 12. 850 °C'de 60 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analizi yapılan bölgeler ve analiz grafikleri (EDS analyze sections and analyze graphs of the sample joined by 60 min at 850 °C)



Şekil 13. Cu-Ti ikili faz diyagramı [18] (Cu-Ti binary phase diagram)

Şekil 12’de 850 °C’de 60 dakika süre ile birleştirilmiş numunenin EDS analizi yapılan bölgelerin görüntüsü ve bu bölgelerden alınan EDS analiz grafikleri verilmiştir. Şekil incelenecek olursa, birleşme arayüzeyinin dört farklı bölgeden oluştuğu rahatlıkla görülebilir. EDS analizinin özellikle bu bölgelerden yapıldığı ve 1 nolu bölgenin Cu olduğu ve Cu matris malzeme içerisinde önemsiz miktarda Ti elementine rastlandığı görülmektedir. 2. titanyum bölgesine bakıldığında yapıda sadece Ti, Al ve V elementlerinin olduğu ve Cu elementlerinin bu bölgede bulunmadığı görülmektedir. Burada Cu elementine rastlanılmamasının iki nedeni olabilir. Bunlardan birincisi; 850 °C ve 60 dakika sürede bu bölgeye bakır atomları erişememiş olabilir. İkincisi ise kaynak işlemi esnasında bakır elementinin titanyumun bu bölgesine difüze ettiği, ancak kaynak sonrası kontrollü soğuma sırasında bu atomların tekrar bakır tarafına geçerek bu bölgede varlığını sürdüremediği söylenebilir.

Birleşmenin bakır tarafında arayüze yakın 3. bölgeye bakıldığında yapının bakır ağırlıklı olmak üzere Cu-Ti ve az miktarda Al ve V’den oluştuğu, bunun yanında titanyum tarafındaki 4. bölgeye bakıldığında ise bakır oranında azalma olmakta ve titanyum miktarında dikkate değer bir artış görülmektedir. Bir başka ifadeyle 3. bölgenin yaklaşık

olarak % 60 Cu ve % 40 Ti+Al+V elementlerinden oluştuğu, 4. bölgede ise bunun tam tersine yapının yaklaşık % 30 Cu ve % 70 Ti+Al+V elementlerinden oluştuğu söylenebilir. Şekil 13’de verilen Cu-Ti ikili faz diyagramı incelendiğinde oda sıcaklığında $\beta\text{Cu}_4\text{Ti}$, Cu_2Ti , Cu_3Ti_2 , Cu_4Ti_3 , CuTi , CuTi_2 ve αTi intermetalik fazların bulunabileceği görülmektedir [18].

Elde edilen EDS analizleri sonucunda Cu oranının yaklaşık % 65 olarak bulunduğu 3 nolu bölgede,

bulunan sonuçlar ışığında oluşacak fazın Cu_3Ti_2 intermetalik olduğu düşünülmektedir. Benzer biçimde Cu oranının yaklaşık % 27 olarak bulunduğu 4 nolu bölgede ise oluşan yapının CuTi_3 intermetalik bileşiğinden oluştuğu tespit edilmiştir. Bilgin çalışmasında Ti-6Al-4V ile ostenitik paslanmaz çelik çiftini bakır ara tabaka kullanılarak difüzyon kaynağı ile birleştirmiş olması ve benzer sonuçlar elde etmiş olmaları bu sonuçları doğrulamaktadır [19].

Şekil 12 bir başka açıdan değerlendirildiğinde titanyumun bakıra daha yoğun bir şekilde difüze ettiği 3 nolu analiz sonucuna bakılarak söylenebilir. Ayrıca 1 nolu bölgede Ti elementi bulunması, bunun aksine 2 nolu bölgede Cu elementine rastlanmaması bu sonucu desteklemektedir. Burada titanyumun bakır numune tarafında daha yoğun bir şekilde görülmesinin nedeni atomik ağırlıklarından (atom kütlesi) kaynaklandığı düşünülmektedir. Literatürde [10] titanyumun atomik ağırlığı 47,9 g/mol ve bakırın atomik ağırlığı 63,54 g/mol olarak verilmektedir. Titanyumun atomik ağırlığının, bakırın atomik ağırlığından düşük olduğundan dolayı bakır numune tarafında daha yoğun bir şekilde titanyumun difüzyonunun gerçekleştiği görülmüştür. Sonuç olarak bu durumun difüzyon hızlarından kaynaklandığı, difüzyon çifti arayüzeyinin hareketi sonucunda Kirkendall etkisinin oluştuğu saptanmıştır. Farklı malzemeler üzerinde yapılan benzer çalışmalar incelendiğinde, çalışma neticesinde elde edilen sonuçların, literatürle uyum içerisinde olduğu tespit edilmiştir [15,16,19].

Difüzyon kaynak yöntemi ile farklı sıcaklık ve sürelerde birleştirilen kaynaklı bağlantıların EDS analiz ve görüntüleri genel olarak değerlendirildiğinde, birleştirilen numunelerin reaksiyon bölgelerinde önemli bir değişikliğin söz konusu olduğu görülmektedir. Bu değişimin, artan kaynak sıcaklığı ve bekleme süresine bağlı olarak Cu’nun Ti6Al4V içerisinde yüksek yayınma özelliğinden kaynaklanmakta ve CuTi intermetalik

bileşiklerin türlerini ve oranlarını etkilemektedir. Ayrıca, analiz sonuçlarında, bakırın titanyuma kısa mesafelerde ve düşük oranlarda, titanyumun bakıra daha uzun mesafelerde ve yüksek oranlarda difüze olduğu saptanmıştır. Kaynak sonrası reaksiyon bölgesinde meydana gelen en önemli yapısal değişimin ise kaynak arayüzeyinde meydana geldiği ve bu değişimin Ti-6Al-4V alaşımının hegzagonal sıkı paket kafes yapısına, Cu'nun ise yüzey merkezli kübik kafes yapısına sahip olmasından kaynaklandığı belirlenmiştir. Yüzey merkezli kübik kafes yapısına sahip malzemelerde yayınım olayının, hegzagonal sıkı paket yapılardan daha kolay olduğu bir gerçektir. Ayrıca hegzagonal kafes yapısına sahip metallerde, taban düzlemlerine paralel yöndeki difüzyon hızı, aynı difüzyon ve kafes sistemine ait dik yöne göre 1000 katına ulaşılabilir [23]. Deneysel çalışmalarda kullanılan titanyumun, bakır içerisinde yayınımının daha hızlı ve/veya fazla olması bu sonucu doğrulamaktadır.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

- i) Titanyum ve bakır malzemeleri difüzyon kaynağı ile birleştirebilmek için, uygun kaynak parametrelerinin seçilmesine özen gösterilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır. Aksi halde düşük sıcaklık yetersiz bir birleşmeye sebep olabilmektedir.
- ii) Yapılan çalışmalar sonucunda, artan sıcaklık ve süre ile birlikte kesme mukavemetinin arttığı ve bu çalışmada kullanılan kaynak parametreleri dâhilinde, en yüksek arayüzey dayanımı, 850 °C'de ve 60 dakika süre ile birleştirilen numuneden, 1701 N olarak elde edilmiştir.
- iii) Yapılan sertlik ölçümleri sonucunda en yüksek sertlik değerinin titanyum malzemenin ara bölgeye doğru arttığı, ara bölgeden bakır bölgesine doğru ise sertlik değerinin giderek azaldığı tespit edilmiştir.
- iv) Titanyumun bakıra, bakırın titanyuma farklı mesafe ve yoğunlukta yayındıkları belirlenmiştir. Bunun temel nedenlerinin atom çapları, aktivasyon enerjileri ve kafes yapılarından kaynaklandığı gözlemlenmiştir.
- v) Deneysel çalışmalar sonucunda, kullanılan farklı süre ve sıcaklıklara göre birleşme arayüzeyinde farklı reaksiyon bölgelerinin oluşabileceği ve birleşme arayüzeyinde, $\beta\text{Cu}_4\text{Ti}$, Cu_2Ti , Cu_3Ti_2 , Cu_3Ti_2 ve CuTi ara fazlarının oluşabileceği sonucuna varılmıştır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Kahraman, N., Gülenç, B., **Modern Kaynak Teknolojisi**, EPA-MAT Basım Yayın Ltd. Şti, Ankara, 60-66, 2009.

2. **ASM Handbook**, Volume 6, Welding, Brazing and Soldering, ASM International Materials Park, USA, 518-530, 2000.
3. Taşkın, M., Kejanlı, H., Fırat, E. H., ve Çalgılı, U., "T/M Yöntemiyle Üretilmiş Ni-Ti-Cu Alaşımlarının TLP Difüzyon Kaynağında Ni Ve Cu Folyo Arasındaki Mikrosertlik Değerlerinin İstatistik Olarak İncelenmesi", **Fırat Üniv. Fen ve Müh. Bil. Dergisi**, Cilt 20, No 2, 379-388, 2008.
4. Aydın, K., **Titanyum ve Bakır Malzemelerin Difüzyon Kaynak Yöntemi ile Birleştirilebilirliğinin Araştırılması**, Yüksek Lisans Tezi, Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, 2-24, 2011.
5. He, Z., Jian, C., and Ji-Cai, F., "Microstructure and Mechanical Properties of Ti6Al4V/Cu-10Sn Bronze Diffusion-Bonded Joint", **The Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 19, 414-417, 2009.
6. Kundu, S., Ghosh, M., Laik, A., Bhanumurthy, K., Kale, G. B., and Chatterjee, S., "Diffusion Bonding of Commercially Pure Titanium to 304 Stainless Steel Using Copper Interlayer", **Materials Science and Engineering: A**, Volume 407, Issues 1-2, 25, Pages 154-160, 2005.
7. Kundu, S., and Chatterjee, S., "Interfacial Microstructure and Mechanical Properties of Diffusion-Bonded Titanium–Stainless Steel Joints Using a Nickel Interlayer", **Materials Science and Engineering: A**, Volume 425, Issues 1-2, 15, Pages 107-113, 2006.
8. Liu, H., Cao, J., He, P., and Feng, J. C., "Effect of Hydrogen on Diffusion Bonding of Commercially Pure Titanium and Hydrogenated Ti6Al4V Alloys", **International Journal of Hydrogen Energy**, Volume 34, Issue 2, Pages 1108-1113, 2009.
9. Elrefaey, W. T., "Solid State Diffusion Bonding of Titanium to Steel Using a Copper Base Alloy as Interlayer", **Journal of Materials Processing Technology**, Volume 209, Issue 5, Pages 2746-2752, 2009.
10. Atasoy, E., and Kahraman, N., "Diffusion Bonding of Commercially Pure Titanium to Low Carbon Steel Using a Silver Interlayer", **Materials Characterization**, 59, 1481-1490, 2008.
11. Kurt, B., Orhan, N., Evin, E., and Çalik, A., "Diffusion Bonding Between Ti-6Al-4V Alloy and Ferritic Stainless Steel", **Materials Letters**, Volume 61, Issues 8-9, Pages 1747-1750, 2007.
12. Demidenko LY, Onatskaya, NA. "Solid-state welding of tubular joints of titanium and copper with application of electrohydropulse loading", **Surf Engin Appl Electrochem**, 44(3):245-247, 2008.
13. Aydın, K., Kaya, Y., Kahraman, N., "Experimental study of diffusion

- welding/bonding of titanium to copper”, **Materials & Design**, 37, 356-368, 2012.
14. Erdoğan, M., **Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri**, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, 1:76-94, 1998.
 15. Yılmaz, O., ve Aksoy, M., “Paslanmaz Çelik ve Bakırın Difüzyon Kaynağında Kirkendall Etkisinin Kullanılmasıyla gerçek Difüzyon Sabitlerinin Hesaplanması”, **Kaynak Teknolojisi 2. Ulusal Kongresi**, Ankara, 53-62, 1999.
 16. Mahendran, G., Balasubramanian, V., and Senthilvelan, T., “Influences of Diffusion Bonding Process Parameters on Bond Characteristics of Mg-Cu Dissimilar Joints”, **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 20 (6), 997-1005, 2010.
 17. Kurt, B., ve Somunkıran, İ., “Östenitik Paslanmaz ve Orta Karbonlu Çelik Çiftinin Difüzyon Kaynağı”, **11. Uluslar Arası Malzeme Sempozyumu**, Denizli, 936-940, 2006.
 18. Reza, B., M., Szpunar, J., A., Ashrafizadeh, F., and Zandrahimi, M., “The Effect of Novel Ti-Cu Intermetallic Compound Coatings on Tribological Properties of Copper”, **National Tribology Conference**, Craiova, Romania, 55-62, 2003.
 19. Bilgin, B., **Ti-6Al-4V/300L Malzeme Çiftinin Bakır Ara Tabaka Kullanılarak Difüzyon Kaynağı ile Birleştirilmesi**, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ, 1-48, 2007.
 20. Savaşkan, T., **Malzeme Bilgisi ve Muayenesi**, Akademi LTD.ŞTİ. Yayınları, Trabzon, 129-131, 2004.
 21. Güleç, Ş., ve Aran, A., **Malzeme Bilgisi**, Tübitak Yayınları, Gebze, 1-25, 1987.
 22. Gündüz, S. and Cochrane R.C., “Clustering Effect on Hight Temperature Tensile Behaviour of Vanadium Microalloyed Steel”, **Journal of Materials Processing Technology**, 186, 246-252, 2007.
 23. Demirci, A. H., **Malzeme Bilgisi ve Malzeme Muayenesi**, Alfa Basım Yayım Dağıtım Şti, İstanbul, 72-94, 2004.