KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GÜMÜŞ VE TİTANYUM ARA KATMAN KULLANIMIYLA 304L PASLANMAZ ÇELİK – SODA KİREÇ SİLİKAT CAM BİRLEŞTİRMESİ

BORA YILDIZ

KOCAELİ 2016

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSKİĞİ
ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GÜMÜŞ VE TİTANYUM ARA KATMAN KULLANIMIYLA 304L PASLANMAZ ÇELİK - SODA KİREÇ SİLİKAT CAM BİRLEŞTİRMESİ

BORA YILDIZ

Yrd.Doç.Dr. Mustafa Burak TELLİ
Danışman, Kocaeli Üniv. .....

Prof.Dr. Ahmet Yavuz ORAL
Jüri Üyesi, Gebze Teknik Üniv. .....

Yrd.Doç.Dr. Rıdvan YAMANOĞLU
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniv. .....

Tezin Savunulduğu Tarih: 24.06.2016

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Cam – metal birleştirmeleri yaygın olarak elektronik sektöründe ve alternatif enerji üretim sistemlerinden biri olan, parabolik oluk güneş kolektörlerinde kullanılmaktadır. Parabolik oluk güneş kolektörlerinde enerji verimliliği açısından önemli olan cam – metal birleştirmelerinin gerçekleştirilmesi, camın ve metalin birbirinden farklı mekanik özellikler taşıması sebebiyle zor bir işlemdir.

Günümüzde enerji sektöründe alternatif enerji dönüşüm sistemlerinin yaygınlaşması çevresel faktörler nedeniyle önem taşımaktadır. Güneş enerjisi elektrik üretiminde fosil yakıtlara alternatif olarak kullanılan kaynaklardan biridir. Güneş enerjisi sistemlerinin yaygınlaşması kurulum maliyetlerinin düşürülmesiyle doğrudan ilişkilidir. Bu çalışmada parabolik oluk güneş enerji sistemlerinin alıcı kısmının temel yapısını oluşturan cam ve metal parçalar için seçilen nispeten ucuz ve temini kolay olan 304L paslanmaz çelik ve soda kireç silikat camın kullanımıyla maliyetin düşürülmesi hedeflenmiştir. Cam ve metal malzemelerin bu sistemlerde kullanılabilmesi için dayanıklı bir birleştirme gerçekleştirebilmeleri gerekmektedir. Bu çalışmada 304L paslanmaz çelik ve soda kireç silikat cam, hava atmosferinde, gümüş ve titanyum ara katman yardımıyla başarılı bir şekilde birleştirilmiştir.

Bu çalışmanın gerçekleşmesi sürecinde büyük emeği olan danışman hocam Sayın Yard. Doç. Dr. Mustafa Burak Telli'ye teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca deneysel çalışmalarımın bir bölümüne katkısı olan Sayın Yard. Doç. Dr. Rıdvan Yamanoğlu, Sayın Yard. Doç. Dr. Erdem Karakulak ve Sayın Ar. Gör. Yük. Müh. Gülşah Aktaş'a, malzeme karakterizasyonu ve cihazların kullanımı konusunda yardımları olan Sayın Uzm. Yük. Müh. Serap Gümüş ve Sayın Ar. Gör. Yük. Müh. Fulya Kahrıman'a teşekkür ederim.

Bu çalışma 2011-70 nolu Cam – Metal birleştirme konulu Kocaeli Üniversitesi bilimsel araştırma projesine paralel olarak yürütülmüştür.

Temmuz – 2016 Bora YILDIZ

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR i
İÇİNDEKİLER ii
ŞEKİLLER DİZİNİ iii
TABLOLAR DİZİNİ viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ x
ÖZET xii
ABSTRACT xiii
GİRİŞ 1
1. GENEL BİLGİLER 2
1.1. Cam – Metal Birleştirmeleri 2
1.1.1. Cam – metal birleştirmelerinde fiziksel faktörler 3
1.1.2. Cam metal birleştirmelerinde kimyasal faktörler 4
1.2. Farklı Metallerin Birleştirilmesi 6
1.3. Birleştirme İşlemi Sonucu Oluşan Termal Gerilmelerin Hesaplanması 8
1.4. Parabolik Oluk Güneş Kolektörleri 10
1.5. Çalışmada Gerçekleştirilen Birleştirme İçin Seçilen Malzemeler 13
1.5.1. 304L östenitik paslanmaz çelik 14
1.5.2. Soda kireç silikat cam 17
1.5.3. Ara katmanlar 20
1.5.3.1. Gümüş (Ag) 20
1.5.3.2. Titanyum (Ti) 23
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 32
2.1. 304L – DC ark PVD 3 µm Titanyum – Soda kireç Silikat Cam Birleştirme Deneyleri 32
2.2. Bakır Ara Katman Kullanımıyla 304 L – Soda Kireç Silikat Cam Birleştirme Deneyleri 43
2.3. Titanyum ve Gümüş Ara Katman Kullanarak 304L – Soda Kireç Silikat Cam Birleştirmesi 59
2.3.1. Gümüş ara katman kullanarak 304L – Ti birleştirmesi 59
2.3.2. Cam ile birleştirme 86
3. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 103
KAYNAKLAR 106
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER 111
ÖZGEÇMİŞ 112

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Ni (nikel) ara katman kullanılarak soda kireç cam ile birleştirilen çelik (a) optik mikroskop ve (b) SEM (Scanning electron microscope) BSE (Back scattered electrons) kontrastı görüntüleri 4
Şekil 1.2. Islatan ve ıslatmayan damlacık profilleri 5
Şekil 1.3. Titanyum – 304L sürtünme kaynağı birleştirmesi optik mikroskop görüntüsü 6
Şekil 1.4. Cu alaşımlı ara katman kullanılarak difüzyon kaynağı titanyum – düşük karbonlu çelik birleştirmesi SEM kesit görüntüsü ve sertlik ölçümü profili 7
Şekil 1.5. Saf Ag kullanılan ve kullanılmayan Ti – BAg-8 – 316L birleştirme numuneleri SEM mikro yapı görüntüleri ve gerilme – gerinme diyagramları 8
Şekil 1.6. Termal güneş enerji sistemlerinin çalışma prensibi 10
Şekil 1.7. Bir parabolik oluk tipi güneş kolektörü örneği 11
Şekil 1.8. Parabolik oluk güneş kolektörlerinde alıcının (reciever) şematik gösterimi 12
Şekil 1.9. Kovar – borosilikat cam birleştirme ara yüzeyi SEM görüntüsü 13
Şekil 1.10. Fe-Cr denge faz diyagramı 15
Şekil 1.11. (a) Fe-Ni ve (b) Fe-Mn denge faz diyagramları 16
Şekil 1.12. Cam oluşum entalpisine sıcaklığın etkisi 17
Şekil 1.13. $Na_2O–CaO–SiO_2$ faz diyagramı 19
Şekil 1.14. Ticari saflıkta 2,3 mm çaplı gümüş telin gerilme özellikleri (tavlandıktan sonra soğuk çekme) 21
Şekil 1.15. Ag-Fe faz diyagramı 22
Şekil 1.16. Ti-Ag faz diyagramı 23
Şekil 1.17. Titanyum (a) α fazı, (b) β fazı birim kristal kafes yapıları 25
Şekil 1.18. Ti-O denge faz diyagramı 26
Şekil 1.19. Ara yer atomu olarak oksijen ve azotu içeren ve içermeyen ticari saf titanyum optik mikro yapı görüntüleri; (a) görece saf titanyum, 150 X, (b) beta bölgesinde tavlama sonrası elde edilen, kütlece % 0,3 O içeren (sonrasında 25 ^oC'ye soğutulmuş) titanyum, 150 X, (c) kütlece % 0,3 N içeren titanyum, 150X 27
Şekil 1.20. C, O ve N'den etkilenen Ti'nin çekme özellikleri değişimi. Genelde α stabilizatör elementler Ti'nin mukavemetini arttırır ve tokluğunu düşürürler 28
Şekil 1.21. 1100 ^oC için Ti-Si-O üçlü faz diyagramı ve detayları 29
Şekil 1.22. 1100 ^oC'de 100 saat vakum altında Ti ve SiO_2'nin difüzyonu sonucu oluşan $SiO_2/Ti_5Si_3(O)/\beta Ti/\alpha Ti$ yapıları $Ti_5Si_3,(O)$ fazı polarize ışıkta gözlemlenip ok işaretleri ile yeri belirtilmiştir 30

Şekil 1.23. 1100 ^{o}C için Ti-Si-O aktivite diyagramları (a) ln a_{Si} , (b) ln PO_2 31
Şekil 2.1. DC ark plazma yöntemiyle parlatılmış 304 L çelik üstü kaplanmış Ti katmanı ışık mikroskop görüntüsü 33
Şekil 2.2. Çelik – Cam birleştirme deneyinde kullanılan Ti ara katmanın kesitten optik mikroskop görüntüsü 34
Şekil 2.3. DC ark plazma Ti kaplanmış 304L çeliğin camla birleştirme deneylerinde kullanılan pişirme profili 35
Şekil 2.4. Atma gerçekleştikten sonra soğuk kalıba alınmış cam ve çelik numuneler..... 35
Şekil 2.5. Birleştirme deneyinde kullanılan, (a) 304L ve (b) soda kireç silikat bazlı camın optik mikroskop görüntüsü 36
Şekil 2.6. Cam ve paslanmaz çelik birleştirme profillerinin şematik gösterimi..... 37
Şekil 2.7. Çeliğin (a) camla temas etmeyen kenar bölgesinin ve (b) cam ile etkileşime giren orta bölgesinin optik mikroskop görüntüleri 37
Şekil 2.8. Birleştirme deneyi sırasında atan (a) camın ve (b) çeliğin yüzeyinde kalan PVD titanyum katmanının SEM SE kontrastı görüntüleri 38
Şekil 2.9. DC ark plazma kaplayıcı ile Ti kaplanmış 304L'nin Ti kaplı yüzeyinde oluşmuş dropletlerin optik mikroskop görüntüsü 39
Şekil 2.10. 304L paslanmaz çelik ve üzerindeki titanyumun SEM SE kontrastı görüntüsü..... 39
Şekil 2.11. 304L – DC ark PVD Ti – cam birleştirme numunesinin 550 ^{o}C' den 25 ^{o}C'ye soğutulması sonucu yapıda oluşan (a) maksimum asal gerilmeler, (b) minimum asal gerilmeler, (c) eşdeğer elastik gerinmeler, (d) eşdeğer plastik gerinmeler 42
Şekil 2.12. Birleştirme öncesi 304L ve Cu numuneler..... 43
Şekil 2.13. Hava atmosferinde birleştirilen 304L – Cu ve Cu – soda kireç silikat bazlı camın birleştirilmesi için kullanılan fırın sıcaklık profili..... 44
Şekil 2.14. Birleştirme öncesi soda kireç silikat bazlı cam ve bakır numuneler..... 44
Şekil 2.15. Hava ortamında birleştirme sonrası kalıba alınan 304L – Cu numunesi kesit görünümü 45
Şekil 2.16. Hava ortamında fırın rejimine tabi tutulmuş (soldan sağa) bakır ve bakır – cam birleştirme numunelerinin üstten görünümü..... 45
Şekil 2.17. Hava ortamında fırın rejimine tabi tutulmuş (soldan sağa) bakır ve bakır – cam birleştirme numunelerinin kesit görünümü..... 46
Şekil 2.18. Bakır – 304L birleştirme numunesine 0,1 MPa vakum atmosferi altında 10 kN yük ile uygulanan ısıl işlem sıcaklık profili 46
Şekil 2.19. Bakır – 304L birleştirme numunesi, vakumlu sıcak press ortamında..... 47
Şekil 2.20. Vakum atmosferinde press ile birleştirilen numunenin kesit görünümü 47
Şekil 2.21. Hava ortamında birleştirilmiş Cu, 304L ve aradaki oksit katmanının SEM görüntüsü (sekonder elektron kontrastı, 40X) 48
Şekil 2.22. Bakır ve 304L arasında oluşan oksitin (a) ince ve (b) kalın bölgelerinin SEM görüntüsü (sekonder elektron kontrastı 1000X)..... 48

Şekil 2.23. 0,1 MPa vakum ortamı altında ve üzerine 10 kN yük uygulanarak yapılan Cu – 304L birleştirmesi SEM görüntüsü (sekonder elektron kontrastı, 33X) 49
Şekil 2.24. 0,1MPa vakum ortamı altında ve üzerine 10kN yük uygulanılarak yapılan Cu – 304L birleştirmesi SEM görüntüsü (BSE kontrastı 1000X) 49
Şekil 2.25. Hava ortamında birleştirilmiş Cu - Cam numunesi, aradaki oksit katmanı ve camda oluşan bir çatlağın SEM görüntüsü (Sekonder elektron kontrastı 65X) 50
Şekil 2.26. Cu – Cam ara yüzeyinin orta bölgeleri SEM görüntüsü (Sekonder elektron kontrastı 5000X) 50
Şekil 2.27. Cu – cam birleştirme numunesi (a) sağ köşedeki kalın oksit yakınındaki camın farklılaşmasını (370X), (b) sol köşedeki büyük çatlağı daha yakından gösteren (500X) SEM görüntüleri (Sekonder elektron) 51
Şekil 2.28. Hava ortamında oksitlenmiş bakır ve oksit katmanı SEM görüntüleri (Sekonder elektron kontrastı, (a) 100X, (b) 600X) 51
Şekil 2.29. EDS analizi yapılan oksitsiz gözüken Cu – cam bölgesi. (Sekonder elektron kontrastı) 52
Şekil 2.30. Şekil 2.29.'da numaralarla gösterilen noktaların EDS analizleri 53
Şekil 2.31. Cam – bakır birleştirmesinde, camın çatlak olan bir bölgesinde EDS analizi yapılan noktalar (sekonder elektron kontrastı) 54
Şekil 2.32. Şekil 2.31'de gösterilen noktaların EDS analizleri 54
Şekil 2.33. Camdaki büyük çatlak bölgesinden alınan EDS analiz noktaları (sekonder elektron kontrastı) 55
Şekil 2.34. Şekil 2.33'te gösterilen noktaların EDS analizleri 56
Şekil 2.35. Bakır ve oksitinin EDS analiz noktaları (sekonder elektron kontrastı) 57
Şekil 2.36. Şekil 2.35'te gösterilen noktaların EDS analizleri 58
Şekil 2.37. (a) 304L – Ag – Ti ve (b) 304L – Ag – Ti – Ag – 304L numuneleri şematik gösterimi 60
Şekil 2.38. Birleştirme numunelerinin fırında sabitlenmesi için kullanılan numune tutucu ve numunenin (a) önden ve (b) üstten şematik görünümü 60
Şekil 2.39. (a) 970 ^{o}C, (b) 1000 ^{o}C ve (c) 1030 ^{o}C sıcaklığa kadar çıkarılan birleştirme numunelerinin tabi tutuldukları fırın rejimleri 61
Şekil 2.40. (a) 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – 304L, (b) 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L ve (c) 1030 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L birleştirme numuneleri çekme diyagramları 62
Şekil 2.41. 1000 ^{o}C'ye kadar çıkarılmış çekme numunesinin kopan, üzerinde Ti bulunmayan parçası SEM görüntüleri (15kV, sekonder elektron kontrastı) 64
Şekil 2.42. 1000 ^{o}C'ye kadar çıkarılmış çekme numunesinin kopan, üzerinde Ti bulunan parçası (a) orta bölge, (b) kenar bölge SEM görüntüleri (15kV, sekonder elektron kontrastı) 65
Şekil 2.43. Çekme numunesi üzerinde Ti olan parça çoklu kırılma katmanları EDS analiz noktaları 66

Şekil 2.44. Çekme numunesi üzerinde Ti olan parça üzerinde Şekil 2.43'te gösterilen noktaların EDS analizleri 67
Şekil 2.45. Mikroskobik inceleme amaçlı hazırlanmış 304L – Ti – Ag birleştirme numunesi şematik gösterimi 68
Şekil 2.46. (a) Isıl işlem görmemiş ve (b) birleştirme numunesi ile birlikte fırına konmuş Ti numunesi aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri (kroll 90s) 70
Şekil 2.47. (a) Isıl işlem görmemiş ve (b) birleştirme numunesi ile aynı ısıl işlemi görmüş 304L numuneleri aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri (marble 30s)..... 71
Şekil 2.48. Birleştirme numunesi titanyum bölgesi (a) kenar, (b) orta ve (c) titanyum – gümüş ara yüzeyi aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri (Kroll 90s) 72
Şekil 2.49. Birleştirme numunesi (a) oksalik asit 9V 40 saniye elektrolitik dağlama sonrası 304L ara yüzeyi gümüşsüz bölge, (b) oksalik asit 15V 60 saniye elektrolitik dağlama sonrası 304L ara yüzeyi gümüşlü bölge aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri 74
Şekil 2.50. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi ve Vickers sertlik testi yapılan bölgelerin şematik gösterimi 75
Şekil 2.51. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi (304L alt, gümüş orta, Ti üst) genel SEM görüntüleri (20 kV, sekonder elektron kontrastı) 76
Şekil 2.52. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi (a) 304L – Ag, (b) Ti – Ag ara yüzeyi SEM görüntüleri (20 kV, sekonder elektron kontrastı)..... 77
Şekil 2.53. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi gümüş ara katmanı ve birleştirme sırasında ara yüzeyden uzaklaşmış olan bölge SEM görüntüleri (20 kV, sekonder elektron kontrastı) 78
Şekil 2.54. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi, 304L – Ag kesit bölgesi EDS analiz noktaları..... 79
Şekil 2.55. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi 304L – Ag kesiti EDS analizleri (Noktalar Şekil 2.54'te görülmektedir. (a) nokta 1, (b) nokta 2 ve (c) nokta 3'e ait analizlerdir.) 80
Şekil 2.56. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi, Ag – Ti kesit bölgesi EDS analiz noktaları..... 81
Şekil 2.57. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi Ag - Ti kesiti EDS analizleri (Noktalar Şekil 1.18'de görülmektedir. (a) nokta 1, (b) nokta 2, (c) nokta 3, (d) nokta 4, (e) nokta 5 ve (f) nokta 6' ya ait analizlerdir.)..... 82
Şekil 2.58. 304L – Ag –Ti birleştirme numunesinin 960 ^{o}C'den 25 ^{o}C'ye soğutulması sonucu yapıda oluşan (a) eşdeğer elastik gerinmeler, (b) eşdeğer plastik gerinmeler, (c) eşdeğer gerilmeler, (d) maksimum asal gerilmeler ve (e) minimum asal gerilmeler 85
Şekil 2.59. 304L – Ag – Ti numunesinin soda kireç silikat bazlı cam ile birleştirilmesi için kullanılan fırın rejimi 87
Şekil 2.60. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi..... 87
Şekil 2.61. 304L – Ag – Ti – cam birleştirme numunesi, Ti – Cam kesiti optik mikroskop görüntüleri..... 88

Şekil 2.62. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi SEM (a) BSE, (b) SE kontrastı görüntüleri 89
Şekil 2.63. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi EDS nokta analizlerinin alındığı bölgeler..... 90
Şekil 2.64. Şekil 2.63'te gösterilen bölgelerin EDS analizleri, (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4 numaralı noktalar 91
Şekil 2.65. (a) Si – Ti [53], (b) 1100 ^{o}C Si – Ti – O denge faz diyagramı..... 92
Şekil 2.66. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi, cam ve Ti arasında bulunan katmanın, cama yapışık olduğu bölge EDS analizi noktaları 93
Şekil 2.67. Şekil 2.66'da gösterilen noktaların EDS analizi sonuçları..... 94
Şekil 2.68. 304L – Ag –Ti – cam birleştirme numunesinin 550 ^{o}C'den 25 ^{o}C'ye soğutulması sonucu yapıda oluşan (a) eşdeğer elastik gerinmeler, (b) eşdeğer gerilmeler, (c) minimum asal gerilmeler (d) maksimum asal gerilmeler ve (e) eşdeğer plastik gerinmeler 96
Şekil 2.69. Soda kireç silikat bazlı camın gerilim giderme tavlaması için kullanılan fırın rejimi 97
Şekil 2.70. Gerilim giderme tavlaması yapılmış ve 550 ^{o}C'den oda sıcaklığına havada soğumuş cam numunelere açılan Vickers sertlik izlerinin konumları 98
Şekil 2.71. Vickers izleri etrafında oluşan çatlakların şematik gösterimi 98
Şekil 2.72. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesinde oluşturulan Vickers indentasyon izleri ve oluşan çatlakların şematik konumları. 100

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 1.1. AISI 304L tipi östenitik paslanmaz çeliğin kimyasal kompozisyonu 15
Tablo 1.2. Birleştirmede kullanılan soda kireç silikat camın kimyasal kompozisyonu 19
Tablo 1.3. Birleştirmede kullanılan soda kireç silikat camın fiziksel ve termal özellikleri 19
Tablo 1.4. Ti-Ag sisteminde gerçekleşen dönüşümler 23
Tablo 1.5. Titanyumun bazı önemli karakteristik özellikleri ve diğer yapısal metallerle kıyası 24
Tablo 1.6. Titanyum ve alaşımlarının bazı fiziksel özellikleri ve diğer yapısal metallerle kıyası 24
Tablo 1.7. Bazı Ti alaşım sınıfları için izin verilen maksimum arayer elementi içerikleri ve minimum mekanik özellikler 27
Tablo 1.8. Çalışmada kullanılan Ti'nin içerdiği safsızlıklar ve oranları 28
Tablo 2.1. PVD ark Titanyum Kaplama parametreleri 32
Tablo 2.2 Birleştirme deneyinde kullanılan Ti kaplı 304L paslanmaz çeliğin kaplamalı yüzeyinin pürüzlülük ölçümü sonuçları (μm) 33
Tablo 2.3. 304L – DC ark PVD Ti – cam birleştirmesinin ANSYS ile modellemesinde kullanılan Ti ve 304L parametreleri..... 41
Tablo 2.4. 304L – DC ark PVD Ti – cam birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesinde cam için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler 41
Tablo 2.5. 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – 304L, 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L ve 1030 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L birleştirme numunelerinin çekme testi sonucu ölçülen çekme mukavemetleri 63
Tablo 2.6. Şekil 1.12'de numaraları verilen noktaların 0,5 kg-f yük kullanılarak ölçülmüş Vickers sertlik değerleri(HV) (1-5 arası değerler 304L'ye, 6 gümüşe, 7-12 arası değerler ise titanyuma aittir) 75
Tablo 2.7. 304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesi için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler 83
Tablo 2.7. (Devam) 304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesi için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler 84
Tablo 2.8. 304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesinde cam için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler..... 95

Tablo 2.9. Gerilim giderme tavlaması yapılmış ve havada soğutulmuş numunelerin Vickers sertlik ve çatlak boyu (1 dk ve 24 saat sonra yapılan) ölçümleri (1 kg yük ile, 9,8 N'luk kuvvetle)..... 99
Tablo 2.10. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesinden alınan Vickers sertlik ve çatlak boyu (1 dk ve 24 saat sonra yapılan) ölçümleri (1 kg yük ile, 9,8 N'luk kuvvetle)..... 100
Tablo 2.11. 550 ^{o}C'de fırından çıkarılıp havada soğutulan cam numune ve birleştirme numunesinin cam kısmının kalıntı gerilme değerleri (MPa)..... 101

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

A	: Kesit yüzeyi, (m^2)
Ah.	: Amper saat
A.	: Amper
a_{Si}	: Silisyum reaktivitesi
c	: Gerilimli numunede Vickers indentasyon çatlağı boyu, (µm)
^oC	: Santigrat derece
c_0	: Gerilimsiz numunede Vickers indentasyon çatlağı boyu, (µm)
E	: Young modülü, (MPa)
E_c	: Seramik ya da camın Young modülü, (MPa)
E_m	: Metalin Young modülü, (MPa)
E_{mp}	: Lineer gerinme sertleşmesi katsayısı
h	: Vickers indentasyon testinde dikey çatlak boyu, (µm)
J.	: Joule
K.	: Kelvin
K_C	: Kırılma tokluğu, (MPa $m^{1/2}$)
kg.	: Kilogram
kg-f.	: Kilogram kuvvet
L_0	: İlk boy, (m)
MPa.	: Megapaskal
N.	: Newton
PO_2	: Oksijen kısmi basıncı, (Pa)
R_A	: Mutlak değerlerin aritmetik ortalaması, (µm)
R_{MAX}	: Profilin maksimum vadi derinliği, (µm)
R_Q	: Değerlerin kareli ortalaması , (µm)
R_T	: Profilin maksimum yüksekliği, (µm)
$R_{Z\ ISO}$	: 5 en yüksek pik, 5 en derin vadi ölçümlerinin ortalamasını kullanan ISO Standart ölçüm değeri, (µm)
R_Z	: Her bir örnekleme mesafesi için, en yüksek pik ve en derin vadi arası maksimum mesafelerin ortalaması, (µm)
V.	: Volt
w	: Vickers indentasyon testinde yatay çatlak boyu, (µm)
W.	: Watt
α	: Malzemelerin termal genleşme katsayıları, (K^{-1})
αTi	: Titanyumun alfa fazı
βTi	: Titanyumun beta fazı
γFe	: Çeliğin östenit fazı
γ_{lv}	: Sıvı-gaz yüzeyleri arası denge serbest enerji, (J)
γ_{sl}	: Katı-sıvı yüzeyleri arası denge serbest enerji, (J)
γ_{sv}	: Katı-gaz yüzeyleri arası denge serbest enerji, (J)
ΔT	: Sıcaklık değişimi, (K)
Δα	: Malzemeler arasındaki termal genleşme katsayısı farkı
θ	: Islatmada durağan haldeki temas açısı, (^{o})
µm.	: Mikrometre

σ : Malzemelerdeki gerilmeler, (MPa)
σ_C : Kalıntı gerilme, (MPa)
σ_{my} : Metalin akma dayanımı
σ_R : Kalıntı gerilme, (MPa)
ψ : Kırılma geometrisi faktörü
Ω. : Ohm

Kısaltmalar

Ag : Gümüş
Al : Alüminyum
ASTM : American Society of the International Association for Testing and Materials (Uluslararası Amerikan Test ve Malzeme Topluluğu)
B : Bor
Ba : Baryum
BSE : Back scattered electrons (Geri Saçılmış Elektronlar)
C : Karbon
Ca : Kalsiyum
$CaCO_3$: Kireç taşı
Cr : Krom
Cu : Bakır
DC : Direct Current (Doğru Akım)
DRX : Dinamik Rekristalizasyon
EDS : Enerji Dispersif Spektroskopi
GPa : Gigapascal
hek : Hekzagonal kristal kafes yapısı
hmk : Hücre merkez kübik kristal kafes yapısı
HV : Vickers sertlik değeri
ISO : International Organization for Standardization (Uluslararası Standardizasyon Kurumu)
K : Potasyum
Mg : Magnezyum
Mn : Mangan
Mo : Molibden
N : Azot
Na : Sodyum
Na_2CO_3 : Soda
Ni : Nikel
O : Oksijen
P : Fosfor
PVD : Physical Vapor Deposition (Fiziksel Buhar Biriktirme)
S : Kükürt
SEM : Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
Si : Silisyum
SiO_2 : Silika
Sn : Kalay
Ti : Titanyum
V : Vanadyum
ymk : Yüzey merkez kübik kristal kafes yapısı

GÜMÜŞ VE TİTANYUM ARA KATMAN KULLANIMIYLA 304L PASLANMAZ ÇELİK – SODA KİREÇ SİLİKAT CAM BİRLEŞTİRMESİ

ÖZET

Parabolik oluk güneş enerji kolektörlerinin üretiminde cam – metal birleştirmeleri kritik birer basamaktır. Bu çalışmada parabolik oluk güneş enerji kolektörlerinde kullanılarak üretim maliyetinin düşürülmesi amacıyla 304L ve soda kireç silikat cam, gümüş ve titanyum ara katman kullanımıyla birleştirilmiştir. Asıl birleştirme işlemi öncesi ara katman olarak 3 μm ark PVD titanyum ve bakırın kullanıldığı 304L – soda kireç silikat cam birleştirme ön çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Titanyum katmanın 304L – soda kireç cam arası gerilimleri soğurmaya yetmemesi sonucu cam oda sıcaklığına soğuma sırasında kırılmıştır. Bakırın cam ile birleştirilmesi deneylerinde hava atmosferinde birleştirme sıcaklıklarında bakırın yüzeyinde oluşan çoklu oksit katmanları yüksek kalıntı gerilmeler oluşmasına ve camın çatlamasına sebep olmuştur. Gümüş ve titanyum ara katman kullanımıyla 304L – soda kireç cam birleştirmesi ise iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada 304L ve titanyum parçalar gümüş folyo ara katman kullanılarak 1000 ^{o}C'de birleştirilmiştir. İkinci aşamada ise 800 ^{o}C'de cam ile birleştirme gerçekleştirilmiştir. Birleştirme numuneleri optik ve taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiş ve malzemedeki karakteristik X – ışımalarını baz alarak çalışan enerji dispersif spektroskobi analizleri gerçekleştirilmiştir. Camın yapısında birikmiş olan gerilimlerin ölçülmesi için Vickers indentasyon yöntemi kullanılmış ve elde edilen değerler ANSYS programı ile yapılan gerilim modellemesi ile örtüşmüştür. Sonuç olarak 304L – soda kireç silikat cam birleştirmesi gümüş ve titanyum ara katman kullanımıyla başarıyla gerçekleştirilmiş ve cam üzerinde düşük basma gerilmeleri elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Cam Metal Birleştirmeleri, Gerilim Modelleme, Kalıntı Gerilmeler, Soda Kireç Silikat Cam Birleştirmeleri, Yüzey Reaksiyonları.

JOINING 304L STAINLESS STEEL TO SODA LIME SILICATE GLASS BY USING SILVER AND TITANIUM INTERLAYERS

ABSTRACT

Glass to metal sealings are critical steps in the production of parabolic trough solar collectors. In this study 304L and soda lime silicate glass were joined by using silver and titanium interlayers with the intent of reducing the production costs of parabolic trough solar collectors. Before the main joining process, 304L was joined to soda lime silicate glass by using 3 μm titanium and copper as preparatory works. As a result of titanium layers low absorbtion of the stresses between 304L and soda lime silicate glass, glass was being broken during the cooling to room temperature. Glass to copper joining studies showed that the multi oxide layers on the copper, which were formed in the air atmosphere in the joining temperatures, caused the joined glass to crack. The Joining of 304L to soda lime glass by using silver and titanium interlayers was performed in two steps. In the first step 304L and titanium pieces were joined by using silver foil interlayer at 1000 ^{o}C. In the next step it joined to glass at 800 ^{o}C. Joining specimens were examined by using optical microscope and scanning electron microscope and analysed by using energy dispersive spectroscopy. Vickers indentation method was used to measure residual stresses in the glass. And the obtained results were matched up with the results of the stress modeling by using ANSYS software. In conclusion 304L was successfully joined to soda lime silicate glass by using silver and titanium interlayer and low compressive stresses were obtained on the glass.

Keywords: Glass to Metal Seals, Stress Modeling, Residual Stresses, Soda Lime Silicate Glass Seals, Surface Reactions.

GİRİŞ

Cam – metal birleştirmeleri lambalar, elektronik elemanlar ve parabolik güneş enerji sistemlerinin alıcı kısımları gibi, vakum veya gaz ortamının korunması amacıyla sızdırmazlık gerektiren alanlarda kullanılmaktadır [1,2].

Cam – metal birleştirmelerinde yaygın olarak kullanılan metaller ASTM F-15 alaşımı (Kovar), bakır (Cu) ve molibdendir (Mo). Metalin seçimi termal iletkenlik, termal genleşme gibi ihtiyaç duyulan kimyasal ve mekanik özelliklere göre yapılmaktadır. Metal ile cam birleştirildiğinde ise cam – metal bağlantısının yeteri kadar güçlü olmaması ve camın kırılması en yaygın karşılaşılan sorunlardır [1]. Cam ve metalin birleşmesinde bu tür sorunlar termal genleşme katsayıları birbirlerine yakın ikililer seçmek, deformasyona uğrayabilen bir metal kullanmak ve çeşitli ara katmanlar yardımıyla bir birleştirme kombinasyonu tasarlamak gibi yöntemlerle çözülmektedir [3].

Günümüzde cam – metal birleştirmelerinde bazı demir bazlı alaşımlar kullanılabilmektedir. Özellikle borosilikat tipi cama yakın termal genleşme karakteristiği gösteren Kovar alaşımı, başta elektronik parçalarda olmak üzere yaygın olarak kullanılır [4].

Günümüzde çevresel sebeplerle fosil yakıt üretimine alternatif olarak gelişmekte olan güneş enerjisi sistemlerinde başlangıç maliyetinin düşürülmesi açısından, gerekli özellikleri sağlayan ve ucuz malzemelerin geliştirilmesi önemlidir. Bu çalışmada özellikle parabolik oluk güneş kolektörlerinde kullanılmak üzere, nispeten ucuz ve kolay temin edilebilir olan 304L paslanmaz çelik ve soda kireç silikat camın hava ortamında ara katmanlar yardımı birleştirilmesi hedeflenmiştir.

1. GENEL BİLGİLER

Farklı malzemelerin birleştirilmesi üretim sektörlerinde geniş bir uygulama alanı bulmaktadır. Birbirine benzemeyen (dissimilar) malzemelerin birleştirilmesi, ana malzemelerin kimyasal, fiziksel, mekanik ve termal özellikleri farklılık gösterebilmesinden dolayı, benzer malzemelerin birleştirilmesinden daha fazla zordur [5-7]. Bu nedenle kullanılacak ana malzemeler seçilirken, kullanılacağı alana uygunluğu yanı sıra, birbirleri ile olan uyumu da önem taşımaktadır.

Bu çalışma parabolik oluk güneş kolektörlerinin toplayıcı kısımlarında bulunan cam – metal birleştirmelerine yoğunlaşmıştır. Amaç farklı malzemelerin bir arada kullanıldığı, vakum ve sızdırmazlık gerektiren bu gibi uygulamaların mekanik özellik ve maliyet açısından, uygun malzeme ve yöntem kullanarak geliştirilmesidir. Hedeflenen cam – metal birleştirmesi 304L – soda kireç silikat bazlı cam ikilisidir. Birleştirmenin gerçekleşmesi amacıyla Ti (titanyum) ve Ag (gümüş) ara katmanlar kullanılmıştır. Birleştirme işlemine geçilmeden önce soda kireç cam ile DC (direct current) ark PVD (Physical Vapor Deposition) 3 μm titanyum kaplanan 304L ve bakırın birleştirilmesinin denendiği çalışmalar yapılmıştır.

1.1. Cam – Metal Birleştirmeleri

Cam – metal birleştirmeleri, metalin ve camın bir arada bulunması gerektiği ve genelde gaz sızdırmazlığının önem taşıdığı uygulamalarda kullanılır. Aydınlatma amacı ile kullanılan lambalar, çeşitli elektronik elemanlar, güneş enerjisini elektriğe çeviren bazı sistemlerin kolektör parçaları bu alanlara örnek olarak verilebilir.

Cam ve metallerin mekanik olarak en önemli farkı plastik deformasyon özellikleridir. Camlar maruz kaldığı gerilimleri, metallerin aksine, plastik deforme olarak fazla soğuramaz, dolayısıyla kırılgandır. Birleştirmenin gerçekleştiği sıcaklıktan soğuma gerçekleşirken, termal genleşme karakteristikleri farklılıklarına bağlı olarak, cam ve metal üzerinde gerilimler birikir. Camın bu termal gerilimlere dayanamayışı cam –

metal birleştirmelerin temel sorununu oluşturur. Cam – metal birleştirmesinin gerçekleşmesinde rol oynayan faktörleri fiziksel olmak üzere gruplandırabiliriz.

1.1.1. Cam – metal birleştirmelerinde fiziksel faktörler

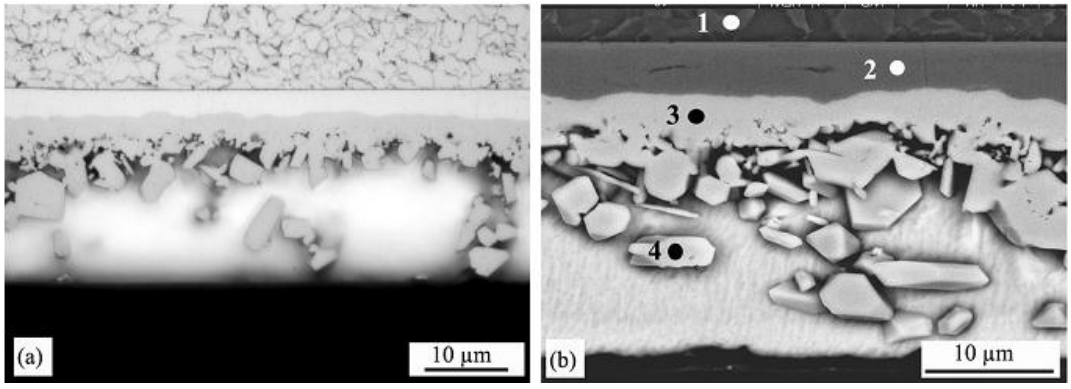
Metallerde bir faz dönüşümü gerçekleşmedikçe termal genleşme katsayısı sıcaklığa bağlı olarak büyük miktarlarda değişmez. Camlarda ise durum farklıdır. Gerilim giderme sıcaklığına gelene kadar, sıcaklıkla beraber termal genleşme katsayısı artar, yumuşama sıcaklığına gelince ise önemini yitirir. Camlar yumuşama sıcaklığının üzerinde viskoz bir sıvı form alır. Bu nedenle birleştirme sonrası termal genleşme hızları birbirinden ne kadar farklı olursa, yapıda o kadar gerilim birikir. Kırılma hemen olmasa bile, bir sarsıntı veya darbe sonucu yapıdaki mikro çatlakların tetiklenmesi sonucu gerçekleşir [8].

Kovar alaşımı – borosilikat cam birleştirmeleri termal genleşme eğrilerinin 0 – 400 ^{o}C sıcaklıklar arasında birbirlerine uyumu nedeniyle elektronik elemanlarda yaygın olarak kullanılır [9]. Birleştirme için seçilecek metal ve cam malzemeler, elde edilmek istenen özelliklere göre seçilmektedir. Birleştirmeden beklenen özelliklerin sağlanmasının yanı sıra, iyi bir birleştirmenin gerçekleşmesi gereklidir. Termal genleşme katsayılarının uyumu iyi bir birleştirmenin gerçekleşmesi için önemlidir.

Cam – metal birleştirmesi gerçekleşip camın kırılgan katı özelliği gösterdiği sıcaklığının altına düşmesinden sonra, çekme yerine, basma gerilmelerine maruz kalması istenir. Çünkü camların basma dayanımları, çekme dayanımlarına göre daha yüksektir. Cam – metal birleştirmelerinde termal genleşme farkları aynı zamanda camı metalden ayrılmasına sebep olacak yönde kayma gerilmelerine de yol açar. Bağlantının bu gerilmelere dayanacak güçte olması gereklidir. Eğer bağlantı zayıf ise birleştirme ara yüzünde metal ile camı birbirinden ayıran bir kırılma meydana gelir. Bu bağlantı yeterince güçlü, termal genleşme katsayıları farkı çok yüksek ise kırılma camda, birleşme ara yüzüne oldukça yakın ve paralel bir şekilde gerçekleşir [10].

Kullanılmak istenen cam ve metalin, birleştirme kalitesini arttırmak için kimi zaman ara katman kullanımına gidilebilir. Şekil 1.1'de ticari saflıkta titanyum ve düşük karbonlu bir çeliğin (AISI1008) soda kireç cam ile olan birleştirilmesinde, ara katman olarak nikel kaplama kullanımı ile termal gerilimlerin düşürülerek,

birleştirmenin dayanımının arttırıldığı bir çalışmadan alınan mikroyapı görüntüleri görülmektedir.



Şekil 1.1. Ni (nikel) ara katman kullanılarak soda kireç cam ile birleştirilen çelik (a) optik mikroskop ve (b) SEM (Scanning electron microscope) BSE (Back scattered electrons) kontrastı görüntüleri [11]

Ara katman kullanımı cam ile reaksiyona girmeyen metallerin cam ile birleşmesini sağlamanın yanı sıra, kimyasal olarak gerçekleşmesi mümkün olan birleştirmelerin özelliklerinin geliştirilmesinde kullanılmaktadır. Cam ile arasındaki termal gerilim katsayısı farkı görece yüksek olan bir metal kullanılacaksa, termal gerilim katsayısı cam ile ana metal arasında bir değerde olan, hem cam hem de ana metal ile iyi bağlanabilen bir metali ara katman olarak seçmek doğru olacaktır. Böylelikle birleştirme sonucu her iki malzemenin yapısındaki termal gerilmeler düşürülmüş olacaktır.

Cam – metal birleştirmelerinin geliştirilmesi genelde ara katman kullanımıyla olsa da bazı farklı yöntemler kullanılan çalışmalar da bulunmaktadır. Alüminyum, bakır ve çeliğin, alümina – silikat camı ile birleştirilmesi üzerine yapılan bir çalışmada, femtosaniye lazer dalgaları kullanılarak, metallerin yüzeyinde nano boyutta ergiyik partiküller oluşturulmuş ve bu partiküller aracılığıyla birleştirme sağlanmıştır [12].

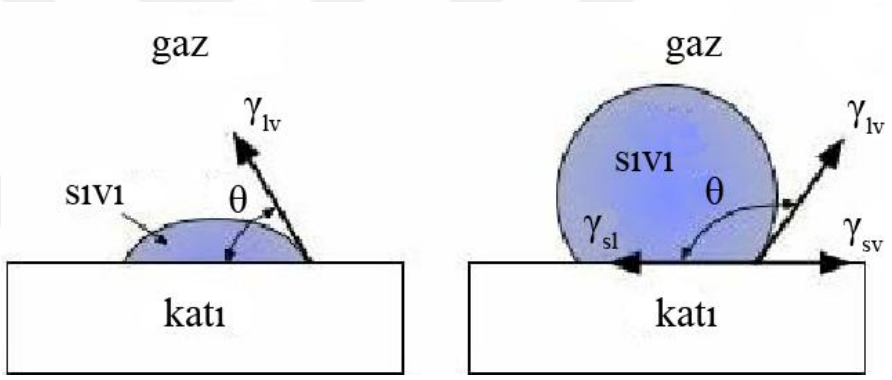
1.1.2. Cam metal birleştirmelerinde kimyasal faktörler

Cam – metal birleştirmelerinde, iyi bir tutunmanın geliştirilebilmesi için iki temel kimyasal faktörden bahsedilebilir; atomik düzeyde iyi bağlanmış bir ara yüzey ve bu ara yüzeyde dengeye ulaşmış kimyasal reaksiyonlar [10].

Sıvı cam ve katı metal arasında bir ara yüzeyin oluşması için, camın metali ıslatabilmesi gerekmektedir. Bu nedenle cam – metal birleştirmelerinde ıslatma faktörü önemlidir. Katı bir malzemenin ıslanabilirliği, yüzeyinde duran bir sıvı damlacığının şekli ile karakterize edilir. Young eşitliği, yüzeyler arası denge serbest enerjinin ıslatma açısı ile ilişkisini tanımlar. Üç fazlı bir sistem için Young eşitliği Denklem (1.1)'deki gibi;

$$\gamma_{sv} - \gamma_{sl} = \gamma_{lv} \cos\theta \qquad (1.1)$$

şeklinde olacaktır. γ_{sv}, γ_{sl} ve γ_{lv} simgeleri sırasıyla katı-gaz, katı-sıvı ve sıvı-gaz yüzeyleri arası denge serbest enerjilerini, θ ise durağan haldeki temas açısını temsil etmektedir. Şekil 1.2 bu semboller üzerinden ıslatma durumunu açıklamaktadır. Sıvının katıyı ıslatabilmesi için θ açısının 90^o'den küçük olması gereklidir [13].



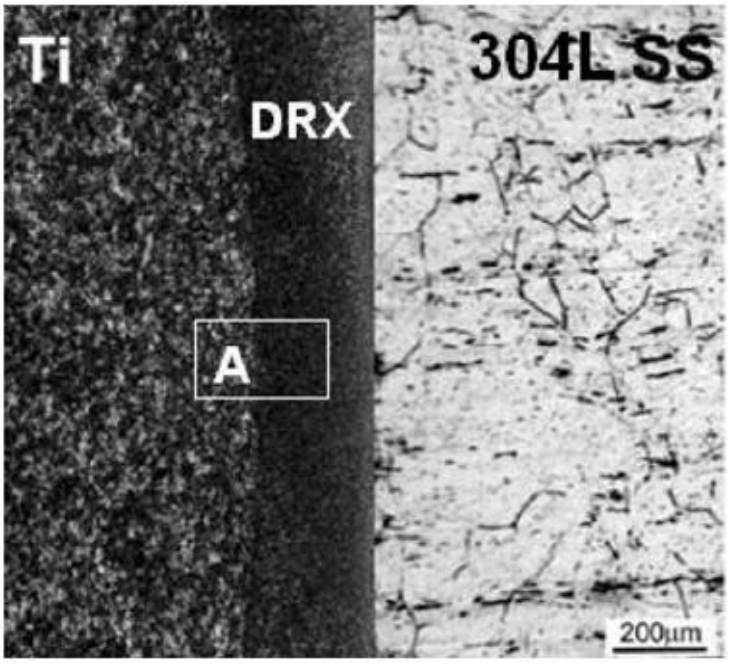
Şekil 1.2. Islatan ve ıslatmayan damlacık profilleri [13]

Östenitik paslanmaz çeliklerin, cam ile yapılan birleştirilmesinde ön oksitleme adı verilen, bir oksitleme ısıl işlemi kullanılır. Bu oksidasyon işlemi demir oksitlerin oluşmasından kaçınmak için kontrollü, oksijen oranı düşük bir gaz atmosferi kullanılır. 304L östenitik paslanmaz çeliğin cam ile birleştirilmesinde, ön oksitlemenin etkilerinin incelendiği bir çalışmada, kontrollü gaz atmosferinde yapılan ön oksitleme işlemi ile alaşım yüzeyinde $MnCr_2O_4$, Cr_2O_3 ve SiO_2 oksitleri oluşmuştur. SiO_2 katmanının görece sürekli ve fazla olduğu numunenin, cam ile zayıf, sürekliliği az ancak tane arası oksit nüfuzunun daha yüksek olduğu numunenin ise cam ile daha güçlü bağlantı sağladıkları görülmüştür [14].

1.2. Farklı Metallerin Birleştirilmesi

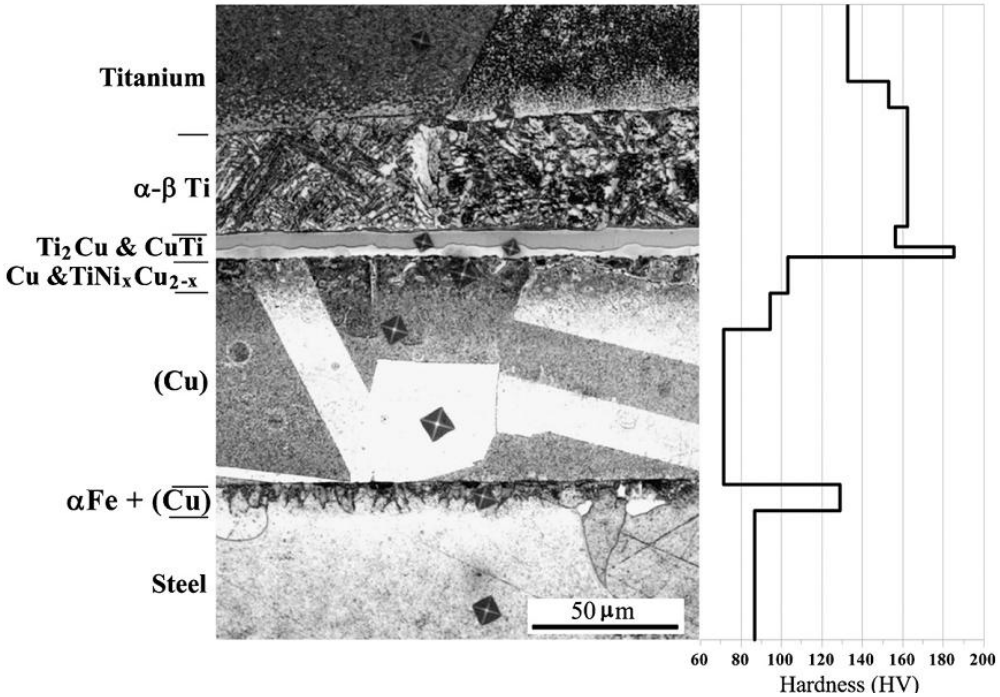
Farklı metal kombinasyonları çoğunlukla, katı hal kaynağı (difüzyon kaynağı, patlatma kaynağı, sürtünme kaynağı, ultra-sonik kaynağı), lehimleme gibi yöntemlerle birleştirilir. Füzyon kaynağı ile farklı metallerinin birleştirilmesinde ise ana metal ve dolgu metalinin alaşımlanması göz önünde bulundurulmalıdır. Birleştirme sonrası metallerin özellikleri, birleştirme öncesi hallerinden oldukça farklı olabilir. Genel alaşımlanma problemleri (kırılgan faz oluşumu, metallerin birbirleri içinde sınırlı çözünebilirliği), ve termal genleşme katsayısı farkları, farklı metallerin birleştirmesi işleminde kırılmaların temel sebepleridir [10].

304L paslanmaz çeliğin ticari saflıkta titanyum ile sürtünme kaynağı birleştirmesinin yapıldığı bir çalışmada, birleştirme sonrası yapılan çekme testleri sonucu titanyumdan daha yüksek çekme mukavemetleri elde edilmiş, çekme sonrası kırılma titanyum ana metalinden gerçekleşmiştir. Şekil 1.3'te sürtünme kaynağı ile yapılmış bu birleştirmenin optik mikroskop görüntüsü görülmektedir. DRX kısaltması ile ifade edilen bölge, sürtünme kaynağı gerçekleşirken uygulanan basınç ve sıcaklığın bir sonucu olarak, titanyumun dinamik rekristalizasyon ile oluşmuş yeni tanelerinin olduğu bölgedir [15].



Şekil 1.3. Titanyum – 304L sürtünme kaynağı birleştirmesi optik mikroskop görüntüsü [15]

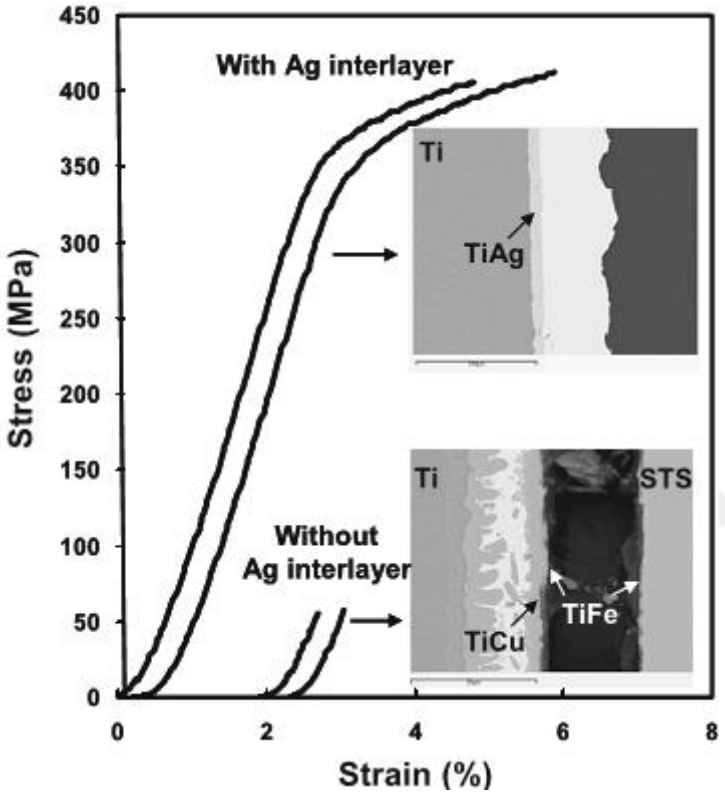
Farklı metallerin birleştirilmesi işleminde, cam – metal birleştirmelerinde olduğu gibi ara katman kullanılabilir. Ara katman kullanımı birleştirmenin fiziksel olarak mümkün kılınması ya da geliştirilmesi amacıyla olabilir. Düşük karbonlu çeliğin (ASTM-1008), ticari saflıktaki titanyum ile katı hal difüzyonu yöntemiyle birleştirildiği bir çalışmada, ara katman olarak 100 μm kalınlığında folyo bakır alaşımı (Cu–12Mn–2Ni, %) kullanılmıştır. Bakır alaşımı ara katman, sert ve kırılgan olan Fe-Ti ve Ti-C intermetaliklerinin oluşması engellemiş, bunun yerine birleşme ara yüzeyinde Cu-Ti intermetalikleri oluşmuştur. Fe-Ti yerine Cu-Ti intermetaliklerinin oluşmasının tercih edildiği bu çalışmada yapılan, bağlantı kayma mukavemeti testi sonucu kırılma Ti_2Cu ve TiCu intermetaliklerini barındıran, Ti – Cu bazlı ara katmanda gerçekleşmiştir. Şekil 1.4'te birleştirme kesiti boyunca sertlik dağılımı görülmektedir [16].



Şekil 1.4. Cu alaşımlı ara katman kullanılarak difüzyon kaynağı titanyum – düşük karbonlu çelik birleştirmesi SEM kesit görüntüsü ve sertlik ölçümü profili [16]

Titanyum ve paslanmaz çelik birleştirmelerinde Ti_xFe_y, Ti_xCu_y, Ti_xNi_y and Ti_xCr_y intermetaliklerinden kaynaklanan kırılganlığı önlemek için Ni, Cu ve Cr ara katmanları difüzyon bariyeri olarak kullanılmaktadır ancak bu katmanlar da ana metaller ve diğer dolgu metalleri ara yüzeylerinde farklı kırılgan intermetalikler oluşmasını engellemekte başarısız olmaktadırlar. Titanyumun BAg-8 (Ag–28Cu, %)

dolgusu ve Ag ara katman kullanımıyla 316L paslanmaz çelik ile birleştirildiği bir çalışmada zararlı intermetaliklerin oluşumu önlenmiş ve çekme testleri sonucu 410MPa' akma dayanımı (titanyum ana metalinin akma değerinden yüksek) değerlerine ulaşılmıştır. Saf Ag ara katman kullanılmadığında TiFe intermetaliğinin oluştuğu, kırılmanın bu katmanda gerçekleştiği ve çekme değerlerinin ise 60MPa civarı olduğu görülmüştür. Şekil 1.5'te saf Ag ara katmanı kullanımı ile birleştirme numunelerinin gerilme – gerinme diyagramında oluşan fark görülmektedir [17].



Şekil 1.5. Saf Ag kullanılan ve kullanılmayan Ti – BAg-8 – 316L birleştirme numuneleri SEM mikro yapı görüntüleri ve gerilme – gerinme diyagramları [17]

1.3. Birleştirme İşlemi Sonucu Oluşan Termal Gerilmelerin Hesaplanması

Termal genleşme katsayıları birbirinden farklı olan iki malzeme aynı miktarda ısıtıldığında veya soğutulduğunda boylarındaki değişim birbirinden farklı olacaktır. Bunun gibi iki malzeme birleştirildiğinde ve sıcaklık değiştiğinde ise birleştirme yüzeyindeki bağlanma boylardaki uzama farkını engelleyecektir. Bu durum yapıda kalıntı gerilmelerin birikmesine sebep olacaktır. Sistem denge halindeyken her iki malzemedeki yükler birbirine eşit olmalıdır. Bu eşitlik Denklem (1.2)'de verilmiştir.

σ malzemelerdeki gerilmeleri, A malzemelerin kesit yüzey alanını temsil etmektedir [18].

$$\sigma_1 A_1 = \sigma_2 A_2 \tag{1.2}$$

Birleştirme sırasında kullanılan malzemelerdeki termal genleşme, serbest haldeki uzama miktarı ve gerilim altındaki uzama miktarların toplamıdır. Malzemelerden biri çekme, diğeri basma gerilmelerine maruz kalır. Çekme gerilmeleri malzemeyi olduğundan daha fazla uzamaya, basma gerilmeleri ise kısaltmaya zorlar. İlk uzunlukları aynı olan iki malzemenin birleştirilmiş durumda soğuma sonucu son boyları birbirlerine eşit olacağından, malzemelerin son boylarını veren bağıntılar Denklem (1.3)'teki gibi birbirine eşitlenebilirler [18].

$$\alpha_1 L_0 \Delta T + \frac{\sigma_1}{E_1} L_0 = \alpha_2 L_0 \Delta T - \frac{\sigma_2}{E_2} L_0 \tag{1.3}$$

α malzemelerin termal genleşme katsayıları, L_0 ilk boyu, ΔT sıcaklık değişimi, E ise Young modüllerini temsil etmektedir. Denklem (1.3) sadeleştirildiğinde Denklem (1.4)'te verilen eşitlik elde edilir [18].

$$\alpha_1 \Delta T + \frac{\sigma_1}{E_1} = \alpha_2 \Delta T - \frac{\sigma_2}{E_2} \tag{1.4}$$

Termal genleşme katsayısı farklılıkları farklı metallerin birleştirilmesi ve cam – metal birleştirmelerinde karşılaşılan temel sorunlardan biridir. Farklı termal genleşme katsayılarına sahip malzemeler birleştirildiğinde, oda sıcaklığına soğuma sırasında yapıda kalıntı gerilmeler birikebilir. Özellikle cam – metal ve seramik – metal birleştirmelerinde bu kalıntı gerilmeler yüksek değerlere erişerek birleştirme performansını etkileyebilirler. Tamamen elastik koşullarda termal genleşme katsayıları farkı sonucu oluşan kalıntı gerilmelerin hesaplanması için Denklem (1.5)'te verilen bağıntı kullanılabilir [19].

$$\sigma_C = \frac{\Delta\alpha \, \Delta T \, E_m \, E_C}{E_m + E_C} \tag{1.5}$$

σ_C gerçekleşen birleştirmenin oda sıcaklığına soğuması sonucu yapıda biriken kalıntı gerilme, Δα malzemeler arasındaki termal genleşme katsayısı farkı, ΔT birleştirme sıcaklığı ve oda sıcaklığı arasındaki fark, E_m metalin Young modülü, E_c ise seramik

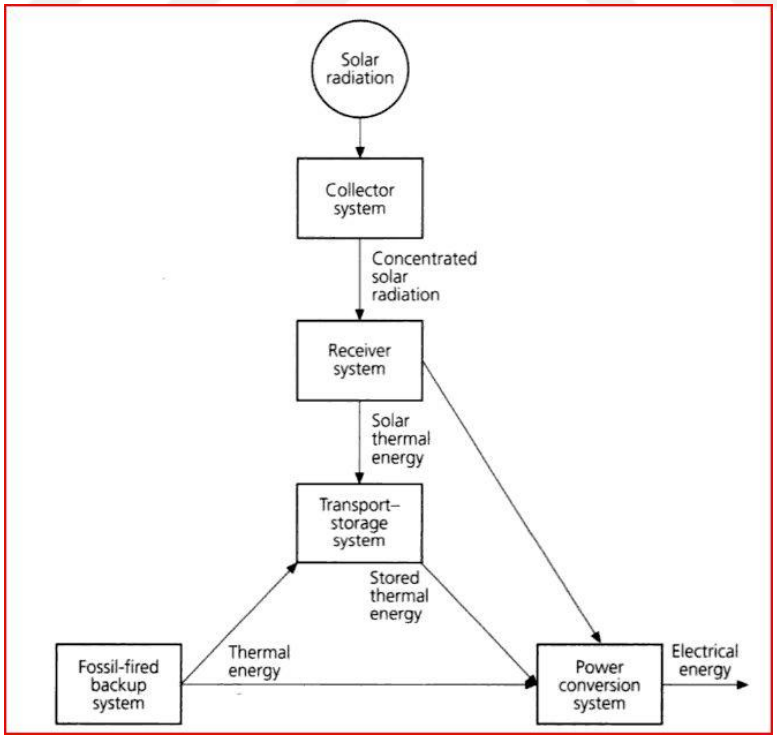
ya da camın Young modülüne karşılık gelmektedir. Eğer metaldeki termal gerilmeler akma dayanımını aşıyorsa kalıntı gerilmelerin hesaplanması için Denklem (1.6) kullanılabilir [19].

$$\sigma_C = \sigma_{my}\, \Delta\alpha\, \Delta T\, E_{mp} \qquad (1.6)$$

E_{mp}, plastik deformasyon sonucu malzemenin ne kadar sertleştiğini belirleyen, lineer gerinme sertleşmesi katsayısı, σ_{my} metalin akma dayanımına karşılık gelmektedir.

1.4. Parabolik Oluk Güneş Kolektörleri

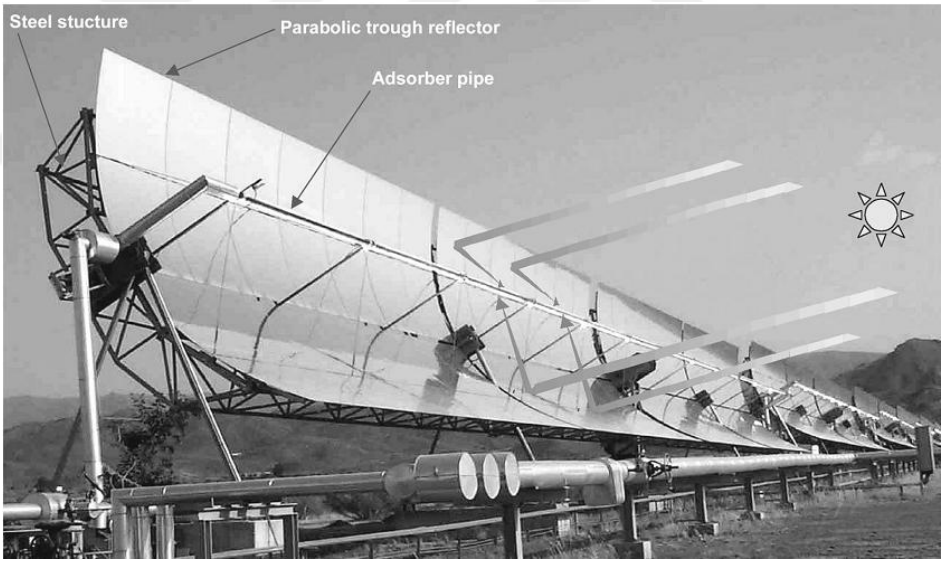
Bütün termal güneş enerji sistemleri genel olarak dört temel sisteme dayanmaktadır: kolektör (collector), alıcı (receiver), nakil-depo (transport-storage) ve güç dönüştürücü (power conversion) (Şekil 1.6.). Kolektör güneş ışınlarını toplayıp alıcıya odaklar. Alıcı odaklanmış güneş ışınlarını içerisinden geçen sıvı aracılığı ile dönüştürücüye gönderir. Bazı termal güneş enerji sistemlerinde termal ısıl enerji sıvı üzerinde, daha sonra kullanılmak üzere depolanabilir. Güç dönüştürücü sistemde ise ısıl motorlar aracılığı ile, ısı enerjisi elektrik enerjisine dönüştürülür [20].



Şekil 1.6. Termal güneş enerji sistemlerinin çalışma prensibi [20]

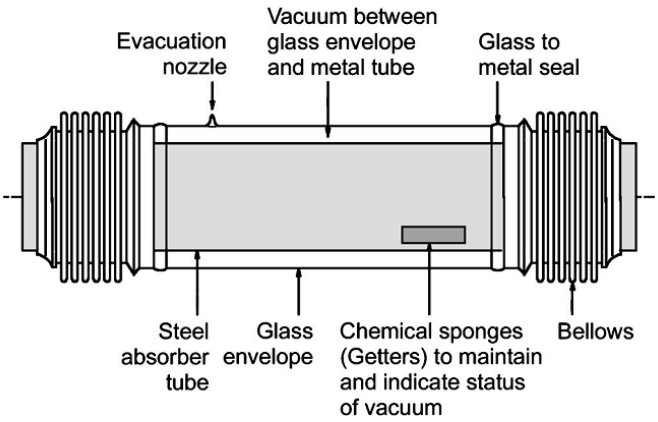
Termal güneş enerji sistemleri içerisinde en yaygın uygulamaya sahip olanlar parabolik oluk, parabolik çanak, güneş enerji kulesi ve hidrojen üretim sistemleridir. Bu sistemler ısı üretmek için güneş enerjisini çeşitli vasıtalar yardımı ile kullanırlar. Isı taşıyıcı sıvının buharlaşması aracılığı ile çalışan konvensiyonel buhar tirbün sistemleri kullanarak elektrik enerjisi elde ederler [21].

Parabolik oluk sistemler ilk olarak John Ericsson tarafından 1872 yılında tasarlandı. Günümüzde yaygın olarak kullanılan modeller ısı taşıyıcı sıvı olarak bir tür yağ kullanırlar. Parabolik aynalar yardımıyla, merkez boyunca uzanan ısıl iletken borulara güneş ışınları odaklanır, bu boruların içinde bulunan sıvı yaklaşık 400 ^{o}C civarına kadar ısınarak ısıyı dönüştürücüye kadar taşır. Burada ısı enerjisi ısı taşıyıcı sıvıdan suya aktarılarak suyun buharlaşması sağlanır. Buharlaşan su yüksek basınç ile elektrik jeneratörünün türbinini döndürür ve elektrik üretimi gerçekleşir [20,21]. Şekil 1.7'de parabolik oluk tipi bir güneş kolektörü görülmektedir.



Şekil 1.7. Bir parabolik oluk tipi güneş kolektörü örneği [22]

Alıcı (receiver) güneş enerjisini ısı enerjisine dönüştürme aşamasında en önemli elemanlardan biridir. Parabolik oluk güneş enerji santrallerinde verimi belirleyici bir rol oynar. Ticari parabolik oluk enerji santrallerinde, alıcının gördüğü hasarların temelde cam – metal birleştirmelerinden kaynaklandığı bilinmektedir [22-24]. Şekil 1.8'de alıcının bir şematik gösterimi görülmektedir.

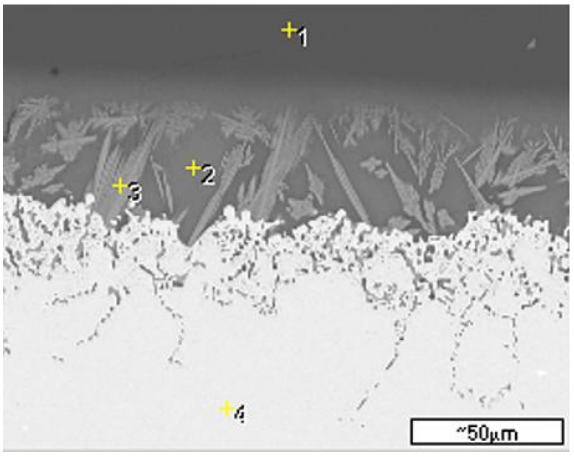


Şekil 1.8. Parabolik oluk güneş kolektörlerinde alıcının (reciever) şematik gösterimi [22]

Şekil 1.8'de görüldüğü gibi iç kısımda odaklanmış güneş enerjisini absorbe eden metal tüp bulunmaktadır. Bu metal tüpü dışarıdan cam bir tüp sarmaktadır. Bu cam metal üzerinde ısı kaybını önlemek amacıyla bir vakum bölgesi oluştururken, güneş ışınlarını geçirerek metal tüpe ulaştırır. Vakum bölgesinin veriminde kritik önem taşıyan cam metal birleştirmesi ise cam ve metal tüplerin uç noktasında bulunur.

Cam – metal birleştirmeleri, elektronik paketleme, vakum tüpleri, elektrik tahliye tüpleri, ampuller gibi birçok endüstriyel alanda uzun süredir kullanılmaktadır. Güneş enerji endüstrisinde kullanımının ise görece yakın bir tarihi vardır. "Luz International" şirketi cam metal birleştirme tekniğini ilk kez başarı ile parabolik oluk güneş kolektörlerine uygulayarak, Kalifornya Mojave Çölünde 1984 yılında dokuz adet güneş enerji santrali kurmuştur. Bu sistemlerin cam – metal birleştirme bölgelerinde meydana gelen hatalar ise parabolik oluk güneş kolektörlerinde kullanılan cam – metal birleştirmelerinin yeni bir başlık olarak öne çıkmasına neden olmuştur [25].

Cam – metal birleştirmelerinin geliştirilmesi parabolik oluk güneş kolektörlerinin performansı açısından büyük önem taşımaktadır. Cam ve metal birleştirmelerinde Kovar'ın yaygın olarak kullanıldığından daha önce bahsedilmişti. Literatürde Kovar – borosilikat cam birleştirmesinin geliştirilmesi amacı ile yapılan bir çalışmada, yüksek frekans indüksiyon ısıtması yöntemi ile kovarın ön oksidasyon aşaması da optimize edilerek. Başarılı bir geliştirme sağlanmıştır [25]. Şekil 1.9'da kovar – borosilikat cam birleştirme ara yüzeyi görülmektedir.



Şekil 1.9. Kovar – borosilikat cam birleştirme ara yüzeyi SEM görüntüsü [25]

Şekil 1.9'da görüldüğü üzere metalin oksidi ve cam arasında iyi bir birleştirme sağlanmıştır. Bu durum camın metali iyi bir şekilde ıslattığı anlamına gelmektedir. Camın ara yüzeye yakın kısmında dendritik formasyonda kristallenmeler görülmektedir [25].

Günümüzde birçok solar termal enerji sistemi, fosil yakıt teknolojilerine ekonomik anlamda rakip olamamaktadır. Bunun nedenleri arasında yapısal montaj maliyetleri, düşük devlet teşviki, başlangıç maliyetinin geri dönüşü için gerekli süre gibi faktörler ön sırada gelmektedir [21]. Bu nedenle bu teknolojilerin yaygınlığının artması hedefinde ekonomik faktörler göz ardı edilmemelidir.

Parabolik oluk güneş kolektörlerinde anlaşıldığı üzere, verimlilik adına alıcının (reciever) önemi büyüktür. Alıcı içerisindeki vakumun sağlanması, çelik borunun ısı kaybının önlenmesi açısından gereklidir. Alıcının dayanımında ise gerçekleştirilen cam – metal birleştirmesinin en kritik faktör olduğu belirtilmiştir. Bu nedenle birleştirmede kullanılan malzemelerin ve yöntemin seçimi dayanıklı bir birleştirme gerçekleştirebilme adına önemlidir. Ekonomik anlamda, birleştirmenin sağlamlığı dolayısı ile enerji verimliliğine katkı sağlarken, malzemelerin maliyetini de göz ardı etmemek gerekmektedir.

1.5. Çalışmada Gerçekleştirilen Birleştirme İçin Seçilen Malzemeler

Parabolik oluk güneş enerji sistemlerinde kullanılan ve ısı transferini sağlayan korozif sıvıyı taşıyan metal borular korozyona dirençli olmalıdır. Bu metalin

doğrudan veya ara katman yardımıyla cam ile birleşebilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada, malzeme maliyetleri ve sağlanması beklenen özellikler dikkate alınarak seçilen birleştirme kombinasyonu 304L – Ag – Ti – soda kireç silikat cam şeklindedir. 304L korozif sıvının taşınacağı metal boru, soda kireç silikat cam ise metal boruyu dışarıdan kaplayarak güneş ışınlarının geçmesine izin verirken vakum ortamını koruyan ve ısı kaybını azaltan cam boru için seçilen malzemelerdir. Ag ve Ti katmanları 304L ve soda kireç silikat camın birleştirilmesine yardımcı olan ara katmanlardır. Bu bölümde, birleştirmede kullanılan malzemeler hakkında genel bilgiler ve gerçekleştirilen birleştirmedeki rolleri anlatılmıştır.

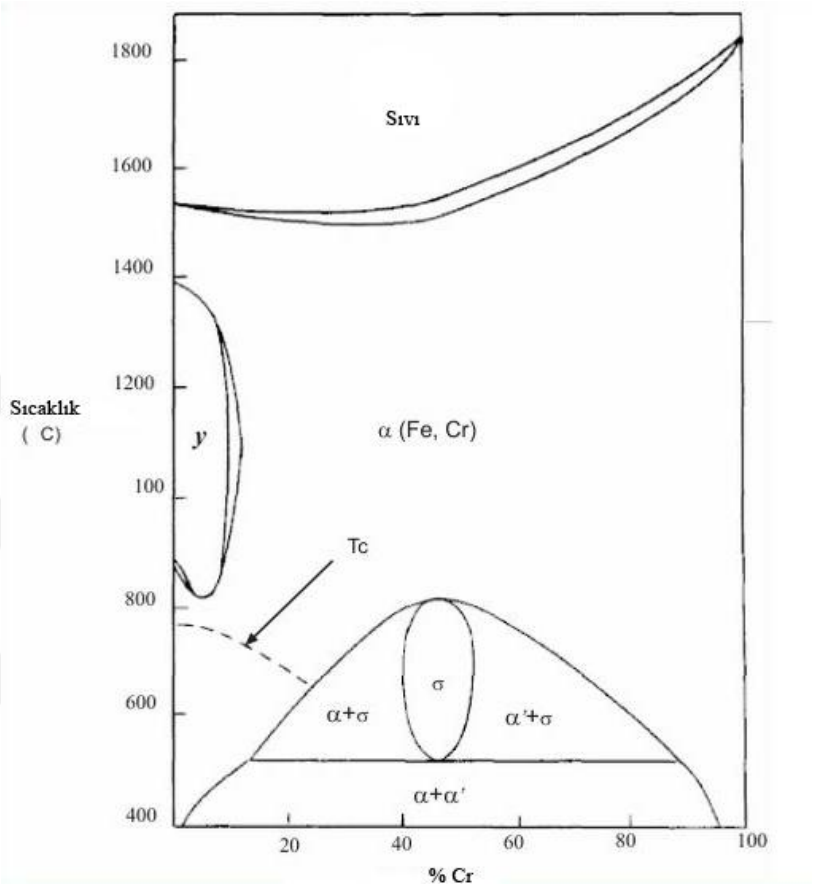
1.5.1. 304L östenitik paslanmaz çelik

Kristalografik yapılarına göre beş temel paslanmaz çelik ailesi bulunmaktadır. Ferritik, östenitik, martenzitik, duplex ve çökelti sertleştirmeli paslanmaz çelikler. Her biri mekanik özellikleri bakımından birbirinden farklıdır. Ayrıca her biri belirli korozyon türlerine ortak direnç/hassasiyet gösterirler. Ancak yine her bir aile azımsanamayacak kadar geniş çaplı bir kompozisyon aralığına sahiptir. Bu nedenle her bir aile birçok farklı korozif çevrelerde kullanılmak için uygun görülmektedir [26].

Yıllık tonaj üretim açısından östenitik paslanmaz çelikler en geniş paslanmaz çelik grubudur. Bu grup içerisinde en çok kullanılan ise Fe-Cr-Ni alaşımlarının bir sistemi olan AISI1300 serisidir. Bu sınıf yaklaşık kütlece %18 Cr ve %8 Ni içerir ve bu elementler bu serinin temeli olarak kabul edilir. Çünkü nikel, günümüzde onun yerine kullanılan azot ve mangandan daha pahalıdır (2005'te ton başına $15000). 200 serisi temel olarak Cr-Mn alaşımlarından oluşan sistemlerdir [27].

AISI300 serisinde, 301 tipi (17Cr-7Ni) iyi işlenebilirliğe ve soğuk işleme ile yüksek mukavemete ulaşabilme özelliğine sahiptir. 302 ve 304 tipleri ise daha yüksek miktarda alaşım elementleri içerir. 304 tipi özellikle yüksek sıcaklık uygulama alanlarında geniş çapta yer alır. Nikel içeriği 305 tipini 304'ten bile daha stabil hale getirmektedir. 309, 310 ve 314 da aynı şekilde yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmak için uygundur. 316 ve 317 yüksek alaşım içerikleri nedeniyle, iyi korozyon direnci ve yüksek sıcaklık mukavemetlerine sahiptir [27].

Şekil 1.10'daki Fe-Cr faz diyagramından Cr oranındaki ve sıcaklıktaki değişim ile oluşacak denge fazları incelenebilir. Ni, Mn, C ve N östenit yapıcı elementlerdir ve daha yüksek alaşımlanmış çeliklerde östenit bölgesi büyüyecektir.



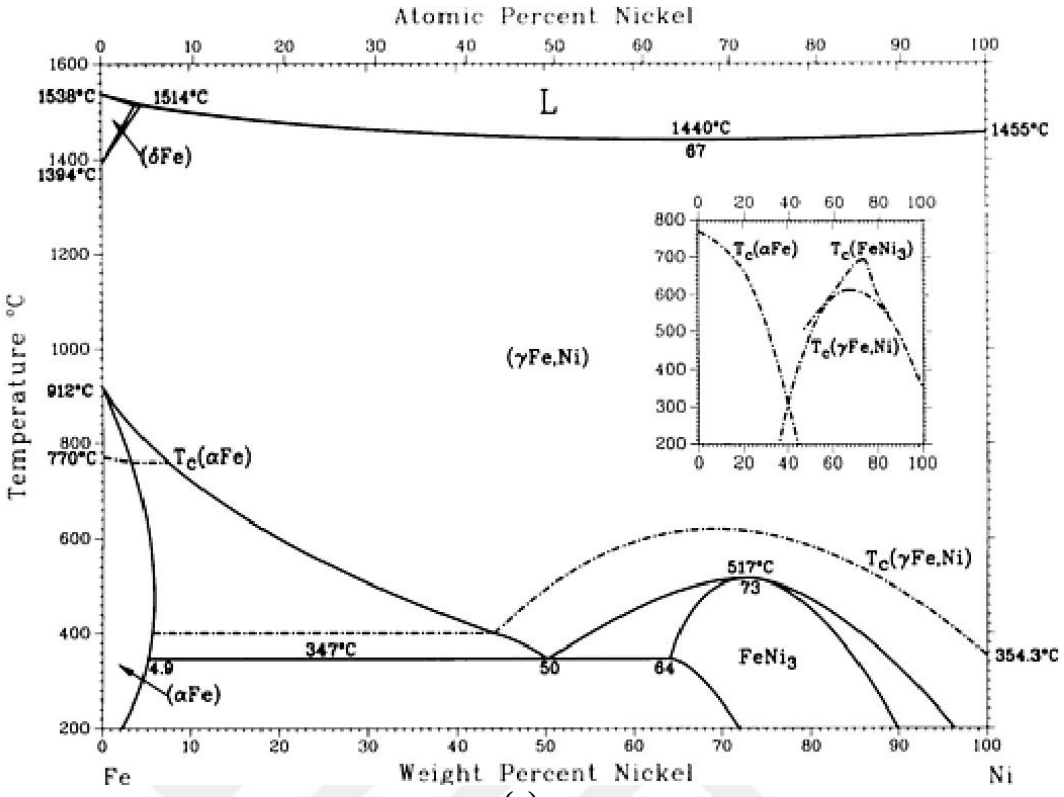
Şekil 1.10. Fe-Cr denge faz diyagramı [27]

Şekil 1.11'de Fe-Ni, Fe-Mn, ve Fe-N denge faz diyagramları verilmiştir. Bu diyagramlarda demire alaşım elementinin katkısıyla östenit alanının genişlediği gözlemlenebilmektedir.

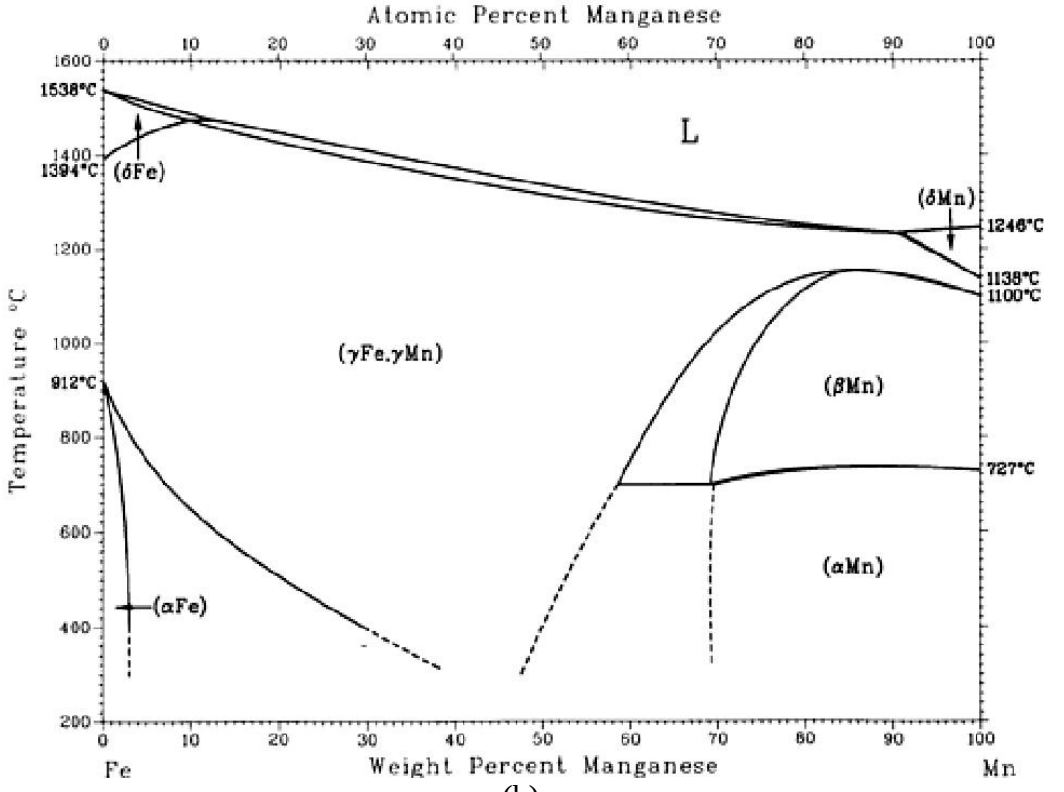
AISI 304L tipi östenitik paslanmaz çelik yapısında kütlece %8-12 Ni, %2 Mn ve %18-20 Cr bulundurur. Tablo 1.1'de AISI 304L tipi östenitik paslanmaz çeliğin kimyasal kompozisyonu verilmiştir. 304L'nin termal genleşme katsayısı ise 19 10^{-6} - 20 10^{-6} K^{-1} civarıdır [29,30].

Tablo 1.1. AISI 304L tipi östenitik paslanmaz çeliğin kimyasal kompozisyonu [31]

Tip	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S
304L	0,03	2,00	1,00	18,0-20,0	8,0-12,0	0,045	0,03



(a)



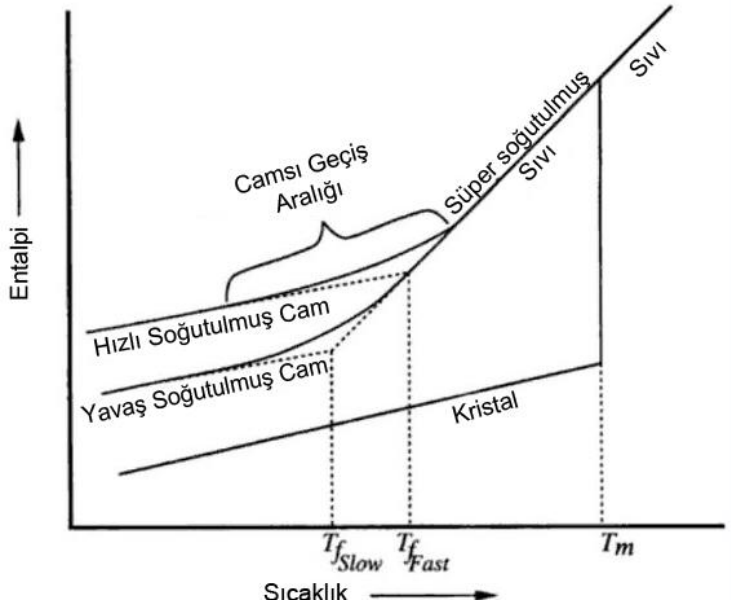
(b)

Şekil 1.11. (a) Fe-Ni ve (b) Fe-Mn denge faz diyagramları [28]

Sonuç olarak AISI tipi 304L paslanmaz çelik korozyon direnci, yüksek sıcaklık mukavemeti, düşük maliyetli ve kolay erişilebilir bir metal olduğu görülmektedir. Bu özelliklerin yanı sıra düşük karbon içerikli oluşu Cr'ca zengin karbitlerin oluşumunun önüne geçerek kaynaklanabilirliğinin yüksek olmasını sağlar. C içeriği yüksek olduğunda, Cr içeriğince zengin karbitlerin formasyonu, yapıda Cr kaybına yol açarak bölgesel korozyon direnci düşüşlerine, bu da taneler arası tercihli korozyona sebep olacaktır [32].

1.5.2. Soda kireç silikat cam

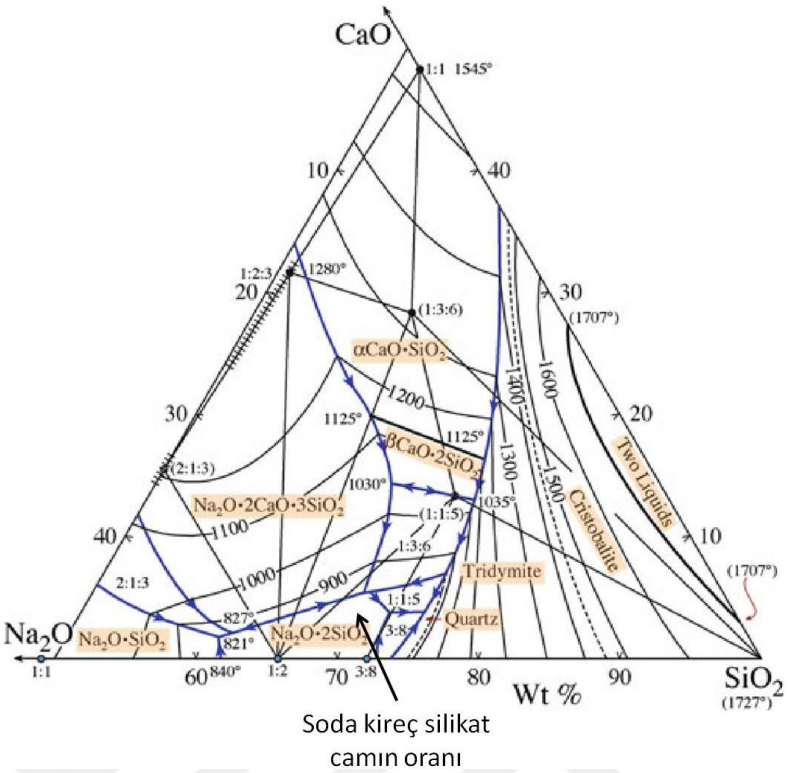
Camlar tarih boyunca genellikle silika bazlı olarak üretilmiştir. Camlar geleneksel olarak bir ergiyiğin soğutulmasıyla üretilir. Camlar üretimi sırasında hızlı soğuma nedeniyle amorf yapıda bulunurlar ve devamlı periyodik bir atomik yapıya sahip değildirler, ancak yavaş soğutmalarla kristallenme davranışları gösterebilirler. Camlar bir camsı geçiş davranışı gösterirler. Bu davranış belirli bir sıcaklık aralığında ve zamana bağlı olarak gerçekleşir. Tüm camlarda gözlemlenen bu ortak özellikler baz alınarak cam şu şekilde tanımlanabilir: "Cam devamlı periyodik bir atomik yapıya sahip olmayan, camsı geçiş davranışı gösteren amorf katılara denir". Şekil 1.12'de cam oluşum entalpisine sıcaklığın etkisini gösteren bir diyagram görülmektedir [33].



Şekil 1.12. Cam oluşum entalpisine sıcaklığın etkisi [33]

Silika (SiO_2) seramikler için önemli bir ham maddedir. Ana kullanım alanı ise cam üretimidir. Soda kireç silikat camının yapısı SiO_2–Na_2O–CaO (genellikle MgO ve Al_2O_3 de içerir) sistemi temeline dayanır. Nispeten ucuz ve dayanıklıdır. İnşaat ve ambalajlama endüstrilerinde yaygın olarak kullanılır. Çok iyi olmamakla birlikte kayda değer bir yalıtkandır. Temel kullanım alanları; düz cam, şişeler, tabaklar ve ışık endüstrisinde lambalardır. Alkalin aluminosilikat camlar (SiO2–Al2O3–RO, R alkaliyi temsil ediyor) dayanıklıdır ve daha iyi elektrik yalıtkanlığına sahiptir. Yanma tüplerinde, halojen lambalarda ve elektronik endüstrisinde substrat olarak kullanılır. Şekil 1.13'de Na_2O–CaO–SiO_2 üçlü faz diyagramı kesiti görülmektedir. Bu sistem soda kireç camı oluşumuna yakın olması nedeni ile ilgi çekicidir. Bu nedenle Gibbs üçgeninin silika oranınca zengin köşesiyle sınırlanmış bir gösterim tercih edilmiştir [34].

Soda kireç camları en yaygın kullanılan ve en ucuz camlardır. Meşrubatların muhafazasında, pencere camlarında, akkor ve floresan lambalarda yaygın olarak kullanılır. Kimyasal direnci, elektriğe karşı dayanıklılığı ve görünür ışık geçirimi yüksektir. Soda (Na_2CO_3), kireç taşı ($CaCO_3$) ve kum (SiO_2) gibi pahalı olmayan ham maddelerden, 1400-1500 ^oC sıcaklık aralığında, yüksek hızda düşük maliyetle üretimi mümkündür [35].



Şekil 1.13. Na_2O–CaO–SiO_2 faz diyagramı [33]

Gerçekleştirilecek birleştirme için seçilen cam, Schott adlı firmanın ürettiği, ticari adı "AR-GLAS ®" olan soda kireç silikat camıdır. Bu camın kimyasal kompozisyonu Tablo 1.2'de, bazı fiziksel ve termal özellikleri ise Tablo 1.3'te verilmiştir.

Tablo 1.2. Birleştirmede kullanılan soda kireç silikat camın kimyasal kompozisyonu [36]

SiO_2	B_2O_3	K_2O	Al_2O_3	Na_2O	BaO	CaO	MgO
69	1	3	4	13	2	5	3

Tablo 1.3. Birleştirmede kullanılan soda kireç silikat camın fiziksel ve termal özellikleri [36]

Özellik	**Nicelik**
Ortalama lineer termal genleşme katsayısı (20 ^oC; 300 ^oC) ISO 7991' e göre	9,1 10^{-6} K^{-1}
Dönüşüm sıcaklığı, T_g	525 ^oC
Normalizasyon sıcaklığı	530 ^oC
Yumuşama sıcaklığı	720 ^oC
Yoğunluk	2,50 g/cm^3
Elastisite modülü	73 10^3 GPa
Poisson oranı	0,22
90 ^oC'de ısıl iletkenlik katsayısı	1,1 W m^{-1} K^{-1}

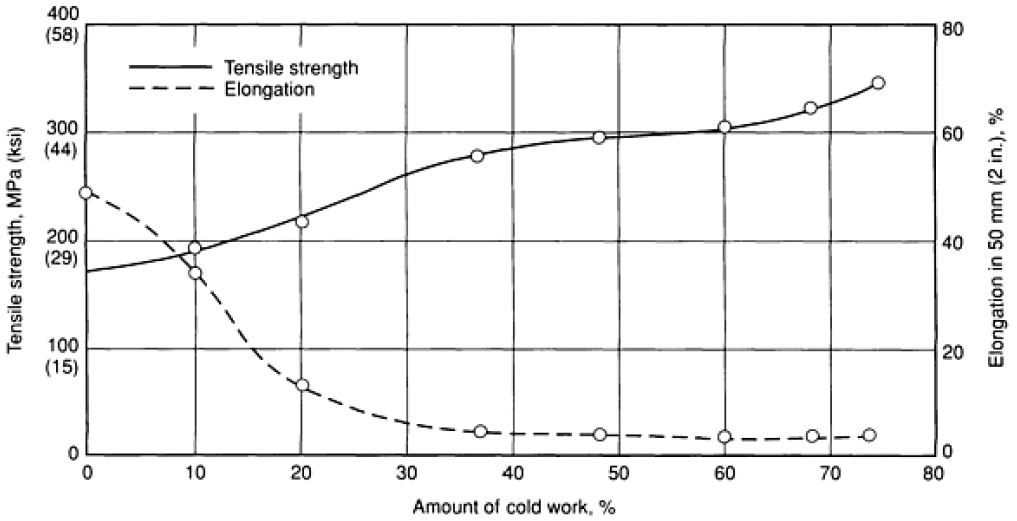
1.5.3. Ara katmanlar

Farklı malzemelerin birleştirilmesinde, yapıda termal genleşme farklarından dolayı oluşacak olan termal gerilimlerin azaltılması için kullanılan yöntemlerden biri ara katman kullanımıdır. 304L paslanmaz çelik ile soda kireç silikat camının termal genleşme katsayıları arasındaki farkın etkisini azaltabilmek için, bu iki malzemenin değerleri arasında termal genleşme katsayısına sahip bir ara katman kullanılması faydalı olacaktır. Ara katmanları seçerken, birleştirme düzeninde temasta bulundukları malzemelerle birleşebilmeleri de göz önünde bulundurulmalıdır. Bunun yanı sıra, oluşan termal gerilimleri plastik deformasyon özelliği ile kendi yapısında soğurabilecek bir ara katman kullanımı da düşünülmüştür. Bu sebepler göz önünde bulundurularak ticari saflıkta Ti ve Ag ara katman kullanımında karar kılınmıştır.

1.5.3.1. Gümüş (Ag)

Gümüş parlak beyaz, çok yumuşak ve tavlanmış durumda kolay işlenebilir bir metaldir. Nitrik, hidroklorik ve sülfürik asit gümüşü oksitler ancak birçok organik asite, sodyum ve potasyum hidroksite karşı dayanıklıdır. Ticari uygulamalarda gümüşün kimyasal özellikleri, yüksek termal ve elektrik iletkenliği, yüksek yansıtıcılığı, işlenebilirliği, tokluğu ve yüksek korozyon direnci; yüksek ön maliyetine rağmen cazip bir malzeme olmasını sağlar. Fotoğrafçılık, lehimleme, piller, ilaçlar, dişçilik, ayna arkaları (özellikle güneş enerji teknolojisinde), mil yatakları, katalizörler, madeni paralar ve nükleer kontrol çubukları gibi birçok alanda kullanılmaktadır [37].

Tipik çekme mukavemeti 125 MPa (5 mm çaplı tel, 565 °C'de tavlanmış), akma mukavemeti 54 MPa'dır (Şekil 1.14). Ergime noktası 961,93 °C, elastisite modülü 71 GPa, termal genleşme katsayısı 0 ^{o}C'dan 100 ^{o}C'ye 19,68 10^{-6} K^{-1}, 0 ^{o}C'dan 500 ^{o}C'ye 20,61 10^{-6} K^{-1}, tavlanmış durumda poisson oranı 0,37'dir [37].

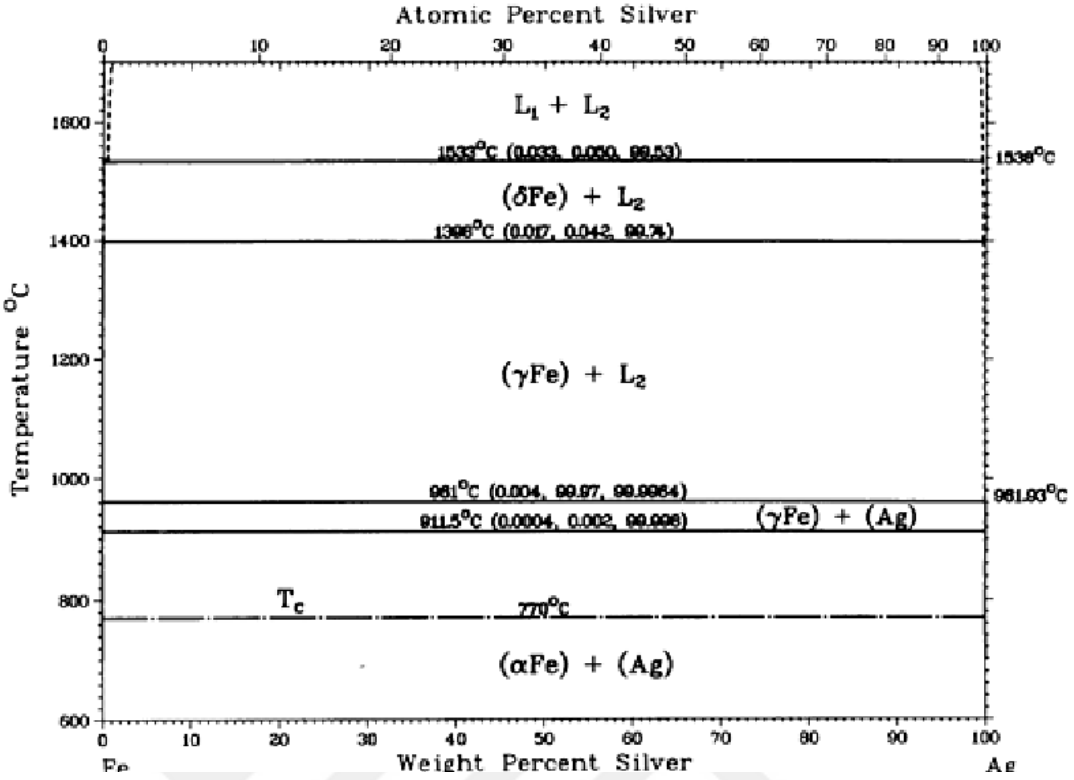


Şekil 1.14. Ticari saflıkta 2,3 mm çaplı gümüş telin gerilme özellikleri (tavlandıktan sonra soğuk çekme) [37]

Şekil 1.14.'te görüldüğü gibi gümüş plastik deformasyon özelliği yüksek bir metaldir. Gümüşün bu özelliği sayesinde 304L – Ag – Ti – cam birleştirmesinde, 304L – Ag ve Ag – Ti arasında oluşacak termal gerilimlerin Ag yapısında soğurulması hedeflenmektedir. Böylelikle hem bu gerilimlerin metal – metal birleştirme bölgesinde etkileri azaltılacak, hem de cam birleştirme ara yüzeyine ve cama etkileri engellenmiş olacaktır.

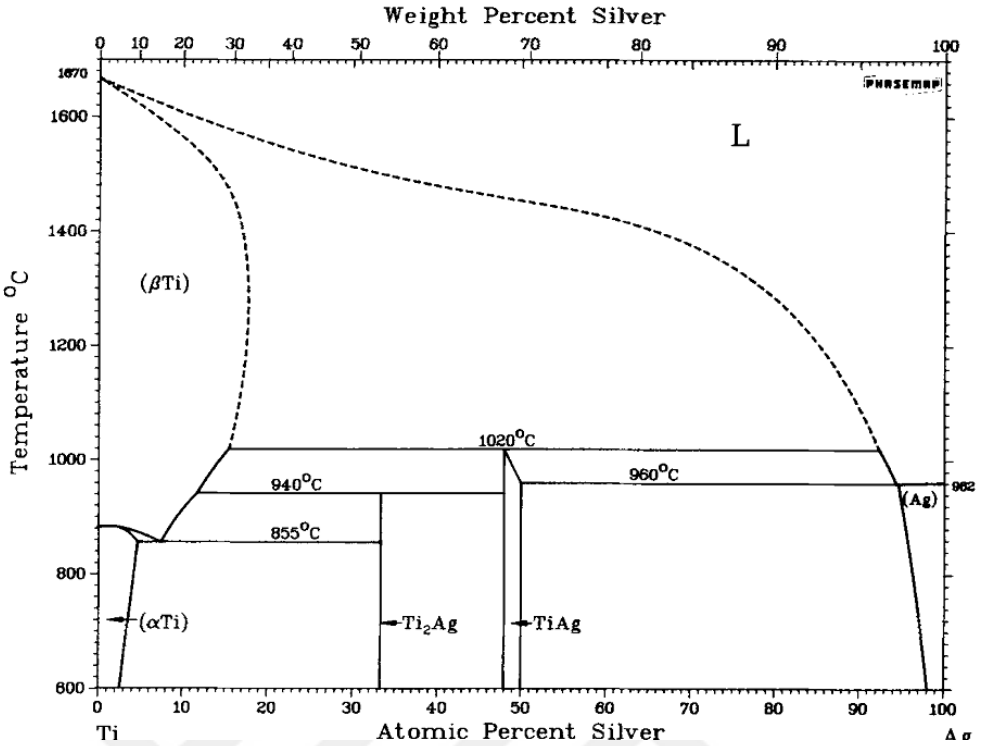
Ag, Ti – 304L birleştirmelerinde kullanılan bir ara katmandır. Ti – 304L birleştirmelerinde yüksek sıcaklıklarda oluşan ve birleştirmeyi olumsuz yönde etkileyen TiFe intermetaliğinin oluşmasını engellediği bilinmektedir [17]. Bu çalışmada gerçekleştirilen 304L – Ag – Ti – cam birleştirmesinde 304L ve Ti ile teması ve birleşmesi söz konusudur. Bu sebeple Ag – Ti ve 304L – Ag ilişkisi önem taşımaktadır.

Ag'nin Fe içerisindeki çözünürlüğü oldukça düşüktür. Çok yüksek saflıklarda bile Ag'nin γFe içerisindeki çözünürlüğü 1000 ^{o}C'de kütlece %0,0036'yı geçmez. Östenit fazı içersinde maksimum çözünürlük ise kütlece % 0,042 civarıdır. Ortamda az miktar da olsa oksijen bulunma durumunda bu oranlar kayda değer miktarda düşer. Şekil 1.15.'te Ag-Fe faz diyagramı görülmektedir[28,38].



Şekil 1.15. Ag-Fe faz diyagramı [28]

Ag-Ti ilişkisi incelendiğinde, Ag-Fe ilişkisinden oldukça farklı olduğu görülmektedir. Hücre merkezli kübik yapıda βTi katı çözeltisi içinde kütlece maksimum at. (atomik) %15,5, sıkı paket hegzagonal yapıda αTi katı çözeltisi içerisinde ise maksimum at %4,7 Ag çözünebilmektedir. Ag ise yüzey merkezli kübik yapısını 600 ^{o}C için at %95-100 aralığında koruyabilir. Bunun dışında belli sıcaklık ve oranlarda Ti_2Ag ve TiAg formunda stokiyometrik bileşik olarak bulunabilirler. Şekil 1.16'da Ti-Ag faz diyagramı, Tablo 1.4'te ise Ti-Ag sisteminde gerçekleşen dönüşümler verilmiştir (deneysel ve teorik değerler) [39].



Şekil 1.16. Ti-Ag faz diyagramı [39]

Tablo 1.4. Ti-Ag sisteminde gerçekleşen dönüşümler [39]

Fazlar	Kompozisyonlar (atomik % Ag)			Sıcaklık (°C)	Dönüşüm Tipi
Deneysel					
(βTi) + ergiyik ↔ TiAg	15,5	~94	~48	1020 ± 5	Peritektik
(βTi) + TiAg ↔ Ti_2Ag	~12	~48	33,3	940 ± 5	Peritektoid
(βTi) ↔ (αTi) + Ti_2Ag	7,6	~4,7	33,3	855 ± 5	Ötektoid
ergiyik ↔ TiAg + (Ag)	~95	~50	~95	959 ± 1	Ötektik
Saf bileşen dönüşümleri					
(βTi) ↔ (αTi)		0		882	Eşleşik
ergiyik ↔ (βTi)		0		1670	Eşleşik
ergiyik ↔ (Ag)		100		961,93	Eşleşik
Teorik					
(βTi) + ergiyik ↔ TiAg	15,5	92,4	50	1019	Peritektik
(βTi) + TiAg ↔ Ti_2Ag	11,8	50	33,3	941	Peritektoid
(βTi) ↔ (αTi) + Ti_2Ag	7,5	4,6	33,3	856	Ötektoid
ergiyik ↔ TiAg + (Ag)	94,4	50	94,6	960	Ötektik

1.5.3.2. Titanyum (Ti)

Titanyum düşük yoğunluklu, korozyon direnci yüksek ve özel uygulamalarda kullanılan bir metaldir. Başlıca kullanım alanları; kimya, enerji, uzay, otomotiv,

inşaat endüstrileri, savunma sanayi ve tüketim ürünleridir. Görece yüksek ergime sıcaklığı ve yüksek mukavemet-ağırlık oranına sahip oluşu nedeniyle yüksek sıcaklıklarda gerilimlere dayanması amacıyla kullanılır. Yaygın olarak Al, Sn ve V ile alaşımlanarak yüksek mukavemetli ve hafif malzemeler elde edilir. Titanyumun bazı önemli karakteristik özelliklerinin diğer yapısal metallerle kıyasları Tablo 1.5'da, Ti ve alaşımlarının bazı fiziksel özelliklerinin diğer yapısal metallere kıyasları Tablo 1.6'da verilmiştir [40,41].

Tablo 1.5. Titanyumun bazı önemli karakteristik özellikleri ve diğer yapısal metallerle kıyası [41]

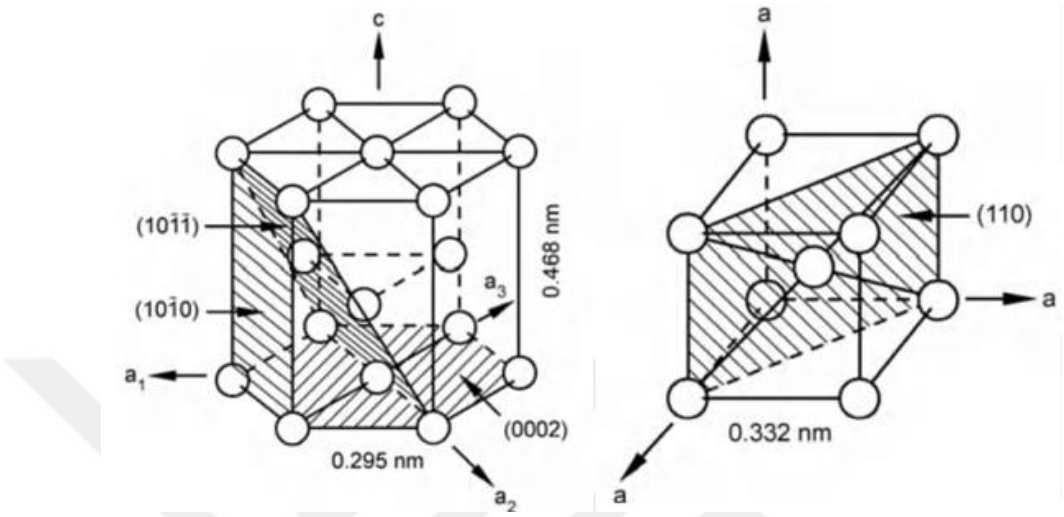
Fiziksel Özellik	Ti	Fe	Ni	Al
Ergime Sıcaklığı (^oC)	1670	1538	1455	660
Alotropik Dönüşüm ve Sıcaklığı (^oC)	$\beta \leftrightarrow \alpha$, 882	$\gamma \leftrightarrow \alpha$, 912	-	-
Kristal Yapısı*	hmk ↔ hek	ymk ↔ hmk	ymk	ymk
Oda Sıcaklığı Elastisite Modülü (GPa)	115	215	200	72
Yoğunluk (g/cm^3)	4,5	7,9	8,9	2,7
Karşılaştırmalı Korozyon Direnci	Çok Yüksek	Düşük	Orta	Yüksek
Karşılaştırmalı Oksijen Reaktivitesi	Çok Yüksek	Düşük	Düşük	Yüksek
Karşılaştırmalı Metal Fiyatı	Çok Yüksek	Düşük	Yüksek	Orta

* hmk: hücre merkez kübik, ymk: yüzey merkez kübik, hek: hekzagonal kafes yapısını temsil etmektedir.

Tablo 1.6. Titanyum ve alaşımlarının bazı fiziksel özellikleri ve diğer yapısal metallerle kıyası [41]

Metal	Lineer Termal Genleşme Katsayısı (10^{-6} K^{-1})	Isıl İletkenlik ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	Özgül Isı Kapasitesi ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$)	Elektriksel Öz Direnç ($\mu\ \Omega\ m$)
α Ti	10,1	20	523	0,42
Ti-6Al-4V	9,0	7	530	1,67
Ti-15-3	8,5	8	500	1,4
Fe	11,8	80	450	0,09
Ni	13,4	90	440	0,07
Al	23,1	237	900	0,03

Saf Ti; düşük sıcaklıkta sıkı paket hekzagonal kristal yapıdayken (α fazı), sıcaklık 882 ^{o}C'nin üzerine çıktığında hücre merkez kübik kristal yapıya (β fazı) dönüşür. Şekil 1.17'de Ti'nin kristal kafes yapıları gösterilmiştir [41].



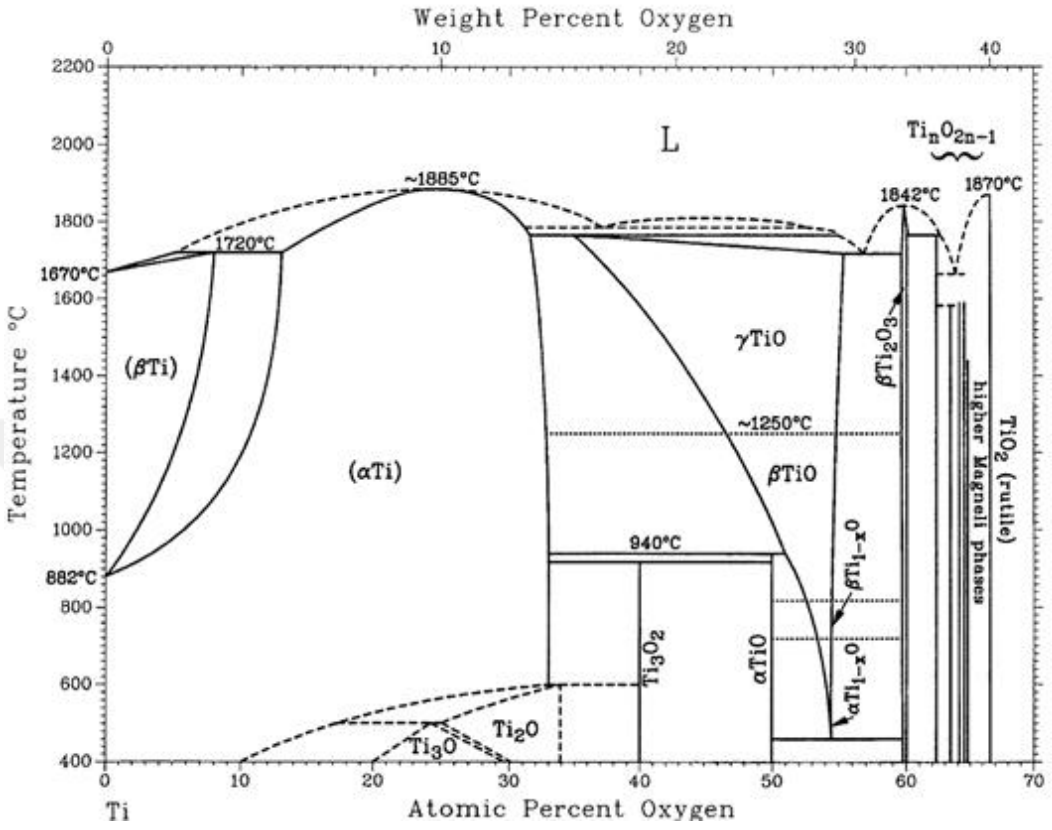
(a) (b)

Şekil 1.17. Titanyum (a) α fazı, (b) β fazı birim kristal kafes yapıları [41]

Ti'nin denge fazları dışında, β bölgesinden oda sıcaklığına hızlı soğutma ile elde edilebilen bir martenzik faz dönüşümü de mümkündür. α' ya yakın ve α + β alaşımlarında, β bölgesinden α fazı oluşumuna imkan veren daha az hızlı soğumalarda Widmanstätten yapısı oluşmaya başlar [42].

Titanyumun havaya maruz kalışıyla oksitlenmesinin ürünü tetragonal rutil kristal yapıya sahip olan TiO_2'dir. Bu oksit katmanı pullu bir görüntüye sahip, anyonca noksan ve oksijen iyonlarının içinden geçebildiği bir oksittir. Reaksiyon cephesinden metalin içine doğru oksidasyon devam eder. Reaksiyon için itici güç Ti'nin oksijene olan yüksek kimyasal reaksiyon afinitesidir (Ti, N afinitesinden daha büyük). Oksidasyon sırasında Ti'nin yüksek oksijen afinitesi ve oksijenin Ti içerisindeki yüksek katı çözünürlüğü (yaklaşık %14,5), oksit fazının yanı sıra, ana metale komşu oksijence zengin bir katman oluşumuna sebep olur. Bu oksijence zengin katman α hali olarak isimlendirilir. Çünkü bu katman oksijenle stabilize edilmiş sürekli bir α fazıdır. Yükselen oksijen oranı α fazını güçlendirir ve deformasyon davranışını düzlemsel kaymaya çevirir. Bu durum da yük altında düşük bölgesel tokluk,

dolayısıyla erken çatlak oluşumuna sebep olabilir [41]. Şekil 1.18.'de Ti-O faz diyagramı verilmiştir.



Şekil 1.18. Ti-O denge faz diyagramı [42]

Ticari saf Ti ve ASTM 7,11 ve 12 sınıfı, oda sıcaklığında tipik %100 α kristal yapısına sahiptir. Empürite oranı arttıkça (başta Fe) mikro yapıda, genelde tane sınırlarında, küçük küresel β taneleri gözlemlenmeye başlanır. Daha büyük β taneleri alaşımsız Ti'den çok ASTM 12 sınıfında (Ti-0,3Mo-0,8Ni) gözlemlenir. Tavlanmış Ti eş eksenli ya da plaka tipi α morfolojiye sahip olabilir. Eş eksenli α, α fazı bölgesinde deformasyon sonrasında rekristalizasyon ile üretilebilir. Plaka tipi α, β fazından soğuma sırasında oluşur. Malzeme tam olarak rekristalize olmazsa α taneleri deformasyon yönünde uzamış halde bulunur [42].

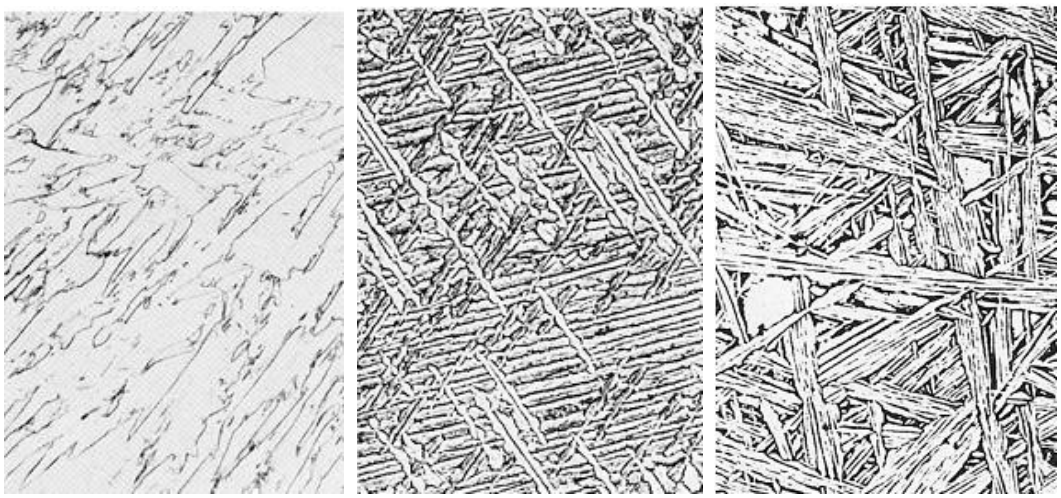
Ticari saf Ti yapısında O ve N içeriğinin önemli etkileri vardır. O ve N miktarları arttıkça çekme ve akma dayanımı artar fakat malzeme tamamen kırılgan hale gelene kadar tokluk düşer. Bazı Ti alaşım sınıflarının yapısında bulunmasına izin verilen ara yer atomları miktarı ve mekanik özellikleri Tablo 1.7'de verilmiştir. En fazla ara yer atomu içeriğine sahip olan ticari saf Ti dahi iyi bir tokluğa sahiptir. Ancak O ve N

içeriği, saf Ti'den farklı olarak, β fazından α taneleri oluşurken Widmanstätten plaka yapısına yönelimi arttırır. Bu durum da mekanik özellikler üzerinde bir miktar etki yapar. C %0,3 oranına kadar Ti'nin mukavemetini arttırır ancak tokluğunu düşürür. Şekil 1.19'da O ve N elementlerinin saf Ti mikro yapısı üzerindeki etkisi görülmektedir. O ve N kompozisyonun artışı lineer bir fonksiyon değildir, parabolik bir eğriyi takip eder. Ancak küçük kompozisyon farklılıklarında kompozisyon-mukavemet ilişkisi lineer kabul edilebilir. Şekil 1.20.'de C, N ve O arayer elementlerinin çekme özelliklerine etkisi görülmektedir [43,44].

Tablo 1.7. Bazı Ti alaşım sınıfları için izin verilen maksimum arayer elementi içerikleri ve minimum mekanik özellikler [43]

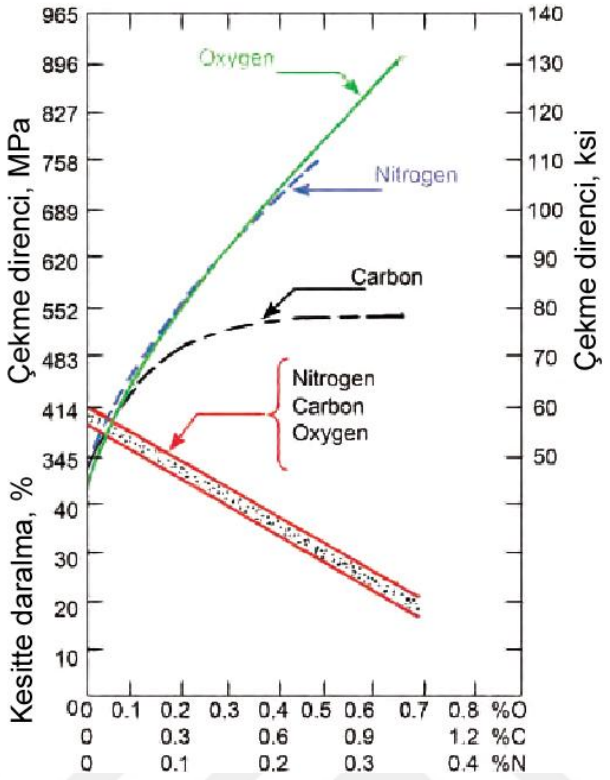
Sınıf (a)	Maksimum izin verilen arayer elementi, ağırlıkça %				Maksimum çekme dayanımı, MPa	Minimum akma dayanımı, MPa	Uzama, %	Alanda daralma, %
	N	C	O	H				
1	0,03	0,10	0,18	0,0125(b) 0,0100(c)	241	172	24	30
2	0,03	0,10	0,25	0,0125(b) 0,0100(c)	345	276	20	30
3	0,05	0,10	0,35	0,0125(b) 0,0100(c)	448	379	18	30
4	0,05	0,10	0,40	0,0125(b) 0,0100(c)	552	483	15	25

(a) Ticari saflıkta α titanyum çubuk ve kütükler (ASTM B 348-78). (b) Yalnız çubuklar (c) Yalnız kütükler



(a) (b) (c)

Şekil 1.19. Ara yer atomu olarak oksijen ve azotu içeren ve içermeyen ticari saf titanyum optik mikro yapı görüntüleri; (a) görece saf titanyum, 150 X, (b) beta bölgesinde tavlama sonrası elde edilen, kütlece % 0,3 O içeren (sonrasında 25 ^{o}C'ye soğutulmuş) titanyum, 150 X, (c) kütlece % 0,3 N içeren titanyum, 150X [43]



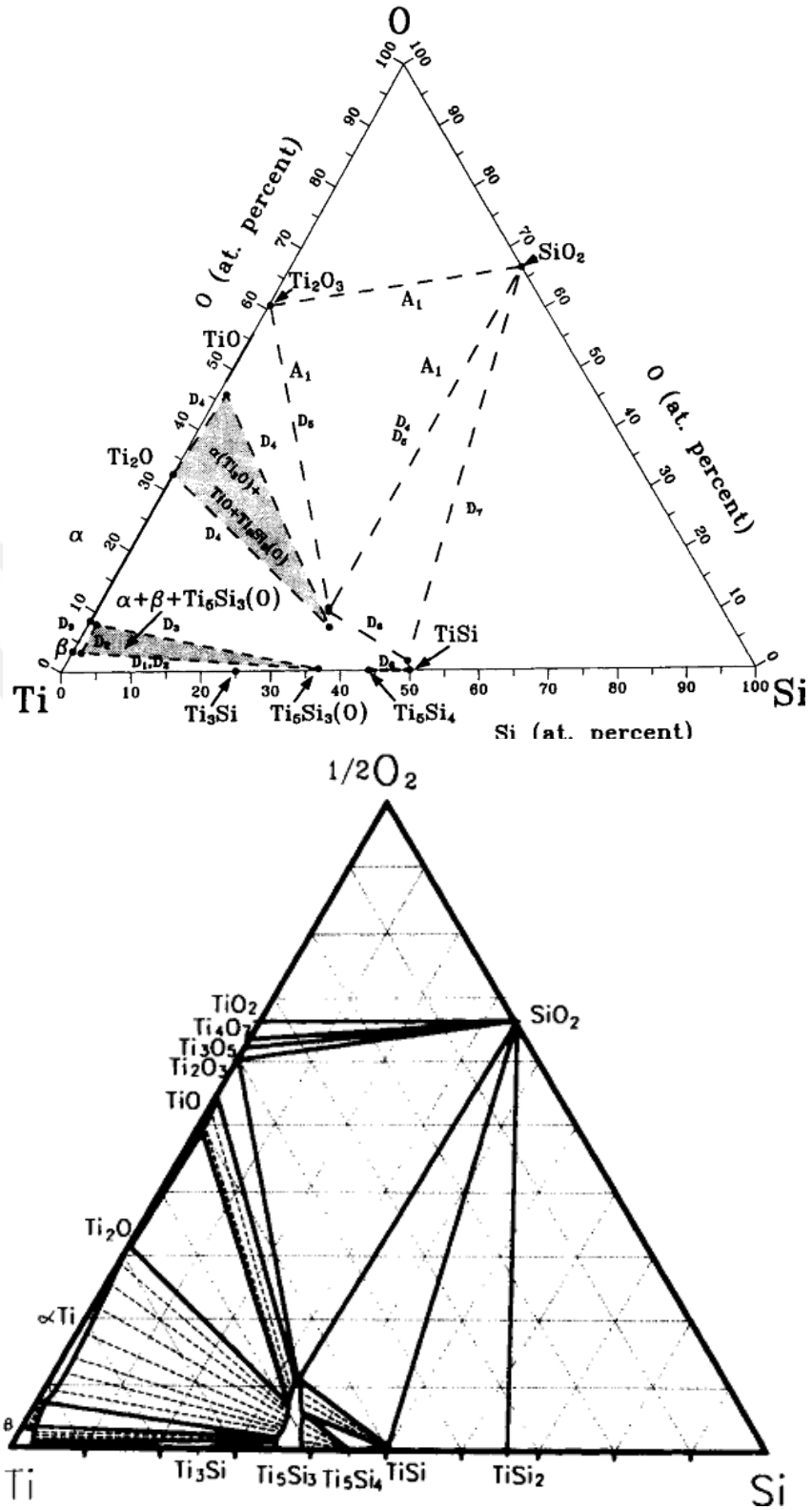
Şekil 1.20. C, O ve N'den etkilenen Ti'nin çekme özellikleri değişimi. Genelde α stabilizatör elementler Ti'nin mukavemetini arttırır ve tokluğunu düşürürler [44]

Çalışmada kullanılan Saf Ti ASTM grade 1 sınıfına girmektedir. Çalışmada kullanılan Ti'nin içerdiği safsızlık oranları Tablo 1.8'de verilmiştir.

Tablo 1.8. Çalışmada kullanılan Ti'nin içerdiği safsızlıklar ve oranları

C	Fe	N	O
0,0205	0,1135	0,0120	0,1550

Bu çalışmada gerçekleştirilen 304L – Ag – Ti – cam birleştirmesinde Ti, Ag ve soda kireç silikat camı ile ilişki içerisindedir. Ti – Ag ilişkisinden önceki bölümde bahsedilmişti (bkz: Bölüm 1.4.3.1). Literatürde titanyum ve alaşımlarının cam ile birleştirildiği ve titanyum kaplı camların kullanımı ile ilgili örnekler mevcuttur [45-49]. Ti'nin Ti – cam birleştirmesi sırasında cam ile kurduğu ilişki karmaşıktır. Soda kireç camı kimyasal içerik olarak SiO_2 ağırlıklıdır. Şekil 1.21'de 1100 ^{o}C'de Ti-Si-O üçlü faz diyagramı verilmiştir.

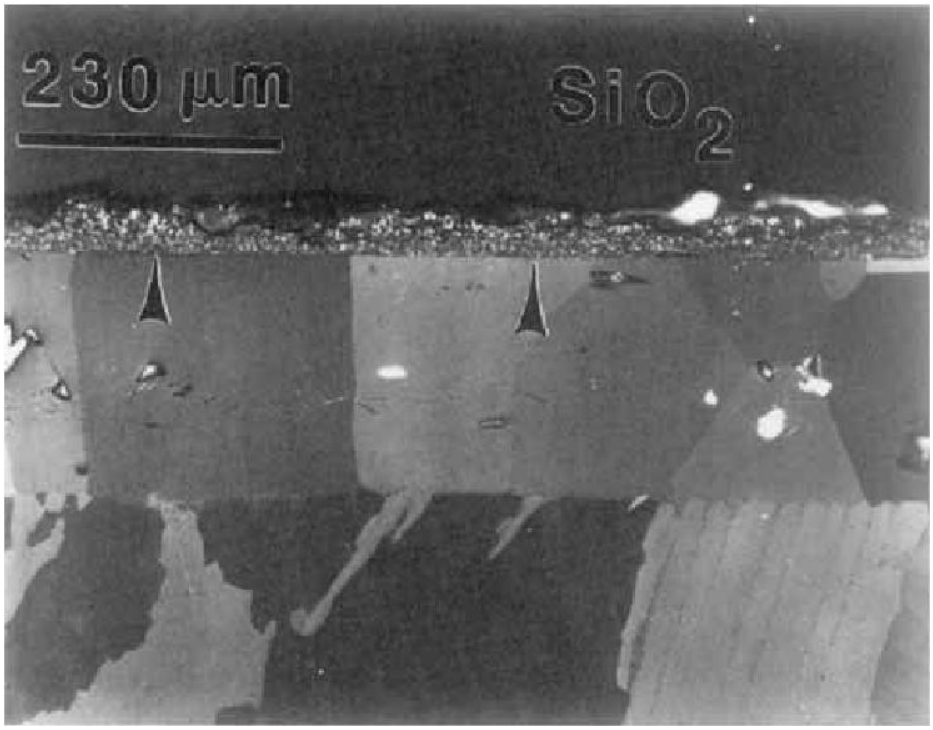


Şekil 1.21. 1100 ^{o}C için Ti-Si-O üçlü faz diyagramı ve detayları [50]

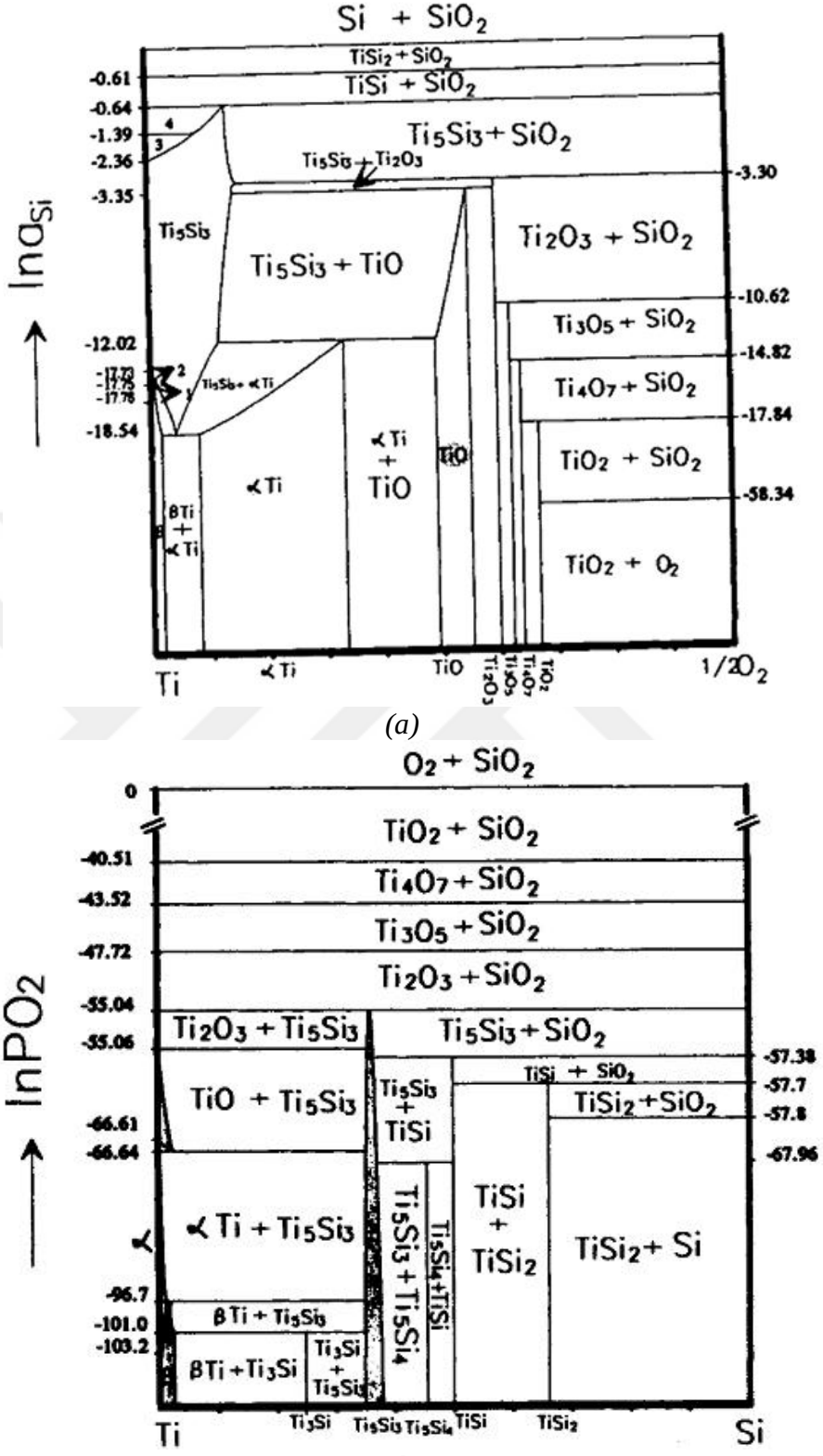
Bugün Si içeren yapılardan yalnızca $TiSi_2$, TiSi ve O taşıyan Ti_5Si_3 (Ti_5Si_3 (O))'ün denge halinde SiO_2 ile denge halinde bulunabileceği genel olarak kabul görmüştür.

Ti_3Si ve Ti_5Si_4 bileşikleri oksijenin varlığında kararsızdır. Ti_5Si_3 (O) ise yalnızca titanyum oksitler ile birlikte bulunabilir (Ti_2O_3 ve TiO). Şekil 1.22'de 1100 ^oC'de 100 saat vakum altında Ti ve SiO_2'nin difüzyonu sonucu oluşan $SiO_2/Ti_5Si_3(O)/\beta$-$Ti/\alpha Ti$ yapıları görülmektedir. Ti_5Si_3,(O) fazı polarize ışıkta gözlemlenip ok işaretleri ile yeri belirtilmiştir. Ti_5Si_3(O) ve αTi arasında bulunan βTi fazı düzlemsel ara yüzeylere sahiptir [50].

Şekil 1.21 incelendiğinde $SiO_2/Ti_5Si_3(O)/Ti_nO_{2n-1}/Ti_2O_3/TiO_2$ gibi bir difüzyon yolunun izlenemeyeceği görülmektedir. Tüm bu fazlar denge halinde ara yüzeylerde bulunabilip ve kütle dengesinin sağlanabileceği söylenebilmektedir. Ancak oluşabilecek fazlar hakkında daha detaylı bilgi alabilmek için Ti-Si-O aktivite diyagramları incelenmelidir. Örneğin Şekil 1.23.a'da verilmiş olan ln a_{Si} diyagramı incelendiğinde SiO_2/TiO_2 geçiş bölgesinde ln a_{Si}'nin -17,84 ve altında olduğu görülmektedir. Bu sebeple ln a_{Si} en az -3,35 ($Ti_2O_3/Ti_5Si_3(O)$ denge noktası) olacak şekilde bir Si difüzyonu gerçekleşmedikçe Ti_5Si_3(O) formasyonu termodinamik olarak mümkün değildir. Şekil 1.23.b'de ise ln PO_2 ye bağlı aktivite diyagramı görülmektedir [50].



Şekil 1.22. 1100 ^oC'de 100 saat vakum altında Ti ve SiO_2'nin difüzyonu sonucu oluşan $SiO_2/Ti_5Si_3(O)/\beta Ti/\alpha Ti$ yapıları Ti_5Si_3,(O) fazı polarize ışıkta gözlemlenip ok işaretleri ile yeri belirtilmiştir [50]



(a)

(b)

Şekil 1.23. 1100 ^{o}C için Ti-Si-O aktivite diyagramları (a) ln a_{Si} , (b) ln PO_2[50]

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

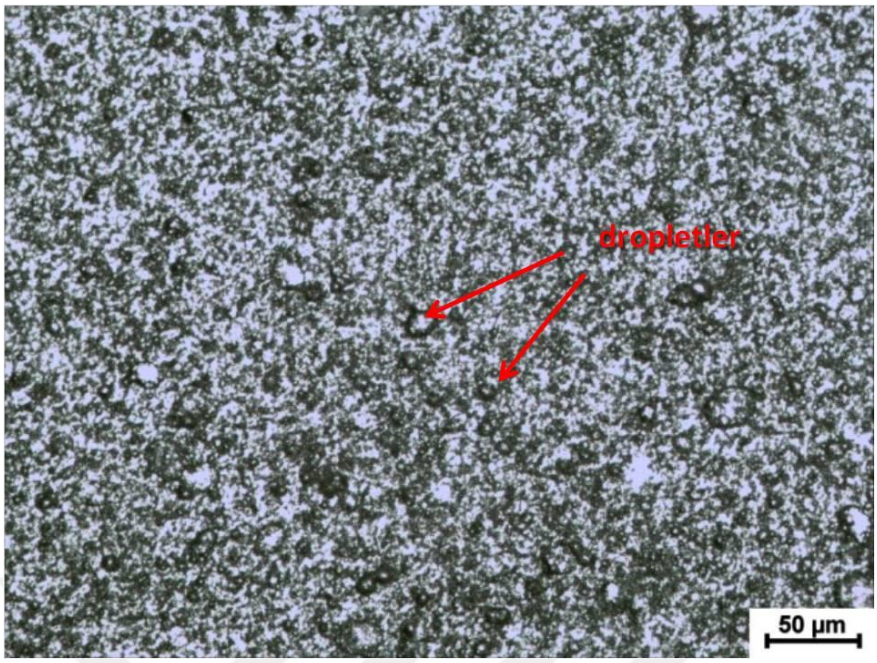
2.1. 304L – DC ark PVD 3 µm Titanyum – Soda kireç Silikat Cam Birleştirme Deneyleri

Hava ortamında ön oksitleme sonrası cam birleştirme deneyleri neticesinde elde edilen bulgular oluşan ön oksitlerin, 304L – soda kireç silikat cam termal genleşme ve mekanik özelliklerinin farklı olmaları ve seçilen standart deney geometrilerinde oluşan yüksek gerilimlere dayanamadığıdır. Bu yüksek gerilimlere dayanabilecek, oluşan gerilim profillerini etkileyecek ve her iki malzemeye de güçlü bir şekilde bağlanabilecek metal ara katman kullanımı izlenen deneysel yaklaşımlarından biridir. Titanyumun camla reaksiyona girmesi, termal genleşmesinin kullanılan cama yakın olması ve titanyum 304L paslanmaz çelikle birleştirmeye yönelik çalışmaların bulunması nedeniyle ara katman deneyleri için öncelikli tercih edilmiştir.

Bölümümüzde yer alan DC ark PVD kaplayıcıyla, parlatılmış 304L paslanamaz çelik üzerine kaplanan Ti katmanı kaplama koşulları Tablo 2.1'de verilmiştir. Kaplanan Ti katmanının optik mikroskop görüntüsü (Şekil 2.1) PVD titanyum katmanı boyunca yaygın olarak, 10 µm çapına kadar ulaşabilen tanecik (droplet) oluşumu olduğunu göstermektedir. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü (Tablo 2.2) PVD ark titanyum kaplamanın droplet oluşumuna bağlı oldukça pürüzlü (maksimum R_{MAX}, R_T 7 µm mikron seviyelerinde) bir yüzey oluşturduğunu göstermektedir. Kesitten hazırlanan numunenin optik mikroskop görüntüsü (Şekil 2.2) titanyum katman kalınlığının oldukça ince (3 µm civarında) olduğunu fakat droplet oluşumuna bağlı olarak yer yer değişken ve daha kalın (5 µm ve üstü) olabildiğini göstermektedir.

Tablo 2.1. PVD ark Titanyum Kaplama parametreleri

Altlık	Kaplama	Evaporator Akımı (A)	Bias Voltajı (V)	Kaplama Süresi (dk.)	Evaporator (Ah)
AISI 304L	Ti	75	120	156	140

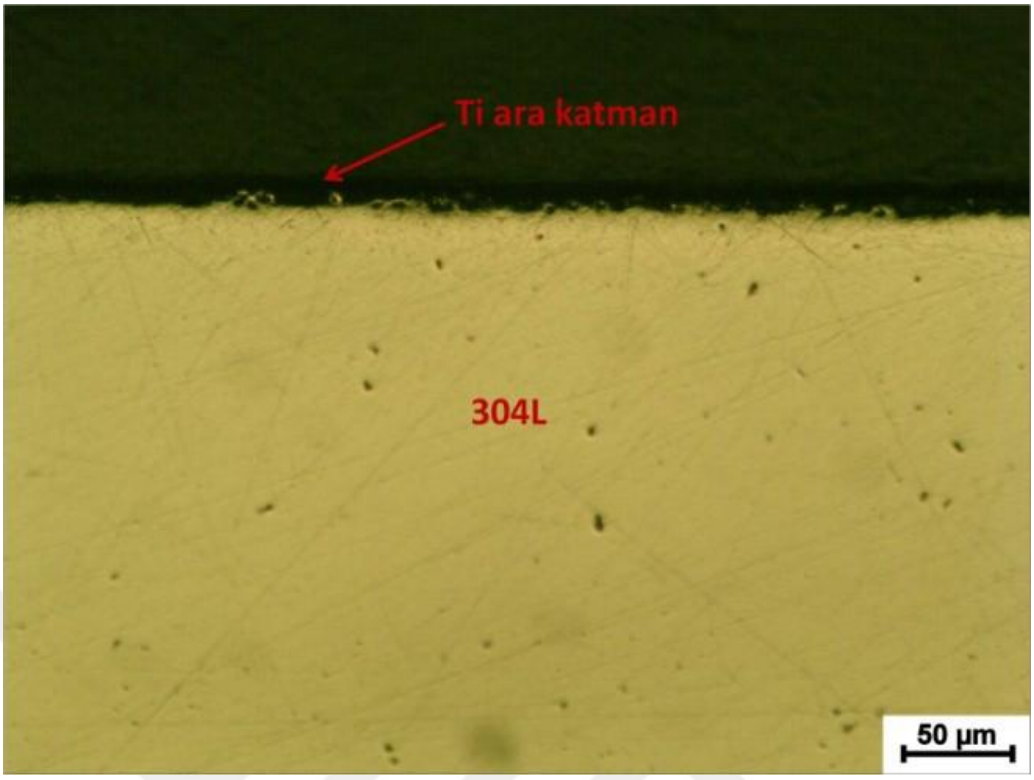


Şekil 2.1. DC ark plazma yöntemiyle parlatılmış 304 L çelik üstü kaplanmış Ti katmanı ışık mikroskop görüntüsü

Tablo 2.2 Birleştirme deneyinde kullanılan Ti kaplı 304L paslanmaz çeliğin kaplamalı yüzeyinin pürüzlülük ölçümü sonuçları (µm)

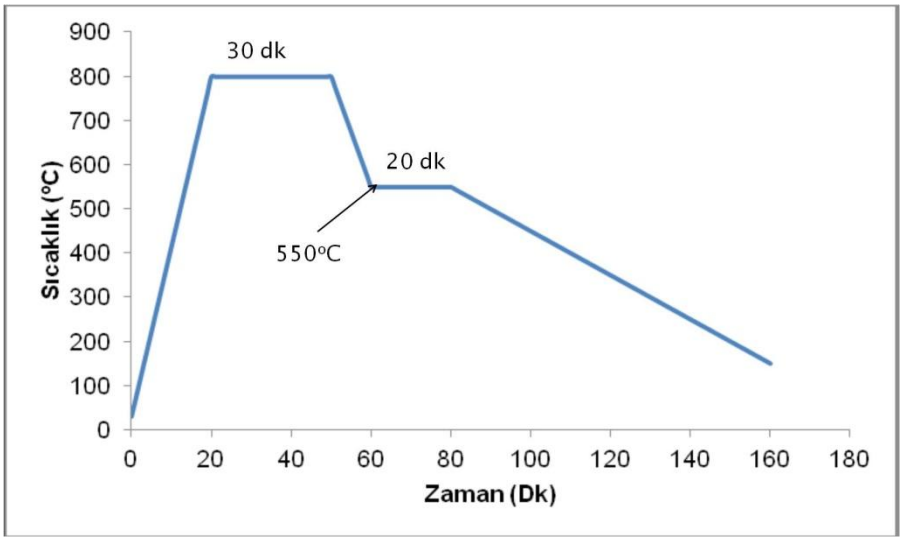
PÜRÜZLÜLÜK DEĞERLERİ*	**1.NUMUNE**	**2.NUMUNE**
R_A	0,73	0,72
R_Q	0,93	0,95
R_Z	5,32	4,81
R_{MAX}	7,03	6,64
R_T	7,16	6,67
RZ_{ISO}	3,77	3,35

*R_A: Mutlak değerlerin aritmetik ortalaması, R_Q: Değerlerin kareli ortalaması, R_Z: Her bir örnekleme mesafesi için, en yüksek pik ve en derin vadi arası maksimum mesafelerin ortalaması, R_{MAX}: Profilin maksimum vadi derinliği, R_T: Profilin maksimum yüksekliği, $R_{Z\,ISO}$: 5 en yüksek pik, 5 en derin vadi ölçümlerinin ortalamasını kullanan ISO standart ölçüm değeri



Şekil 2.2. Çelik – Cam birleştirme deneyinde kullanılan Ti ara katmanın kesitten optik mikroskop görüntüsü

Ti kaplanmış 304 L paslanmaz çelik üzerine soda kireç silikat bazlı cam konularak kontrollü bir şekilde birleştirme için ısıl işleme maruz bırakılmıştır (Şekil 2.3). Camın yumuşama sıcaklığının üstünde olan 800 ^{o}C'de 30 dakikada birleştirilen cama 550 ^{o}C'de gerilim giderme tavlaması uygulanmıştır ve oda sıcaklığına dönerken yaklaşık 135 ^{o}C'de kırıldığı gözlenmiştir. Numunenin bu sıcaklıklara kadar birleşmiş şekilde kalması titanyum katmanın birleştirme için kullanılabileceğini fakat bu kalınlık ve mikro yapısal özellikleriyle oda sıcaklığında oluşan gerilimlere dayanmadığını göstermektedir.



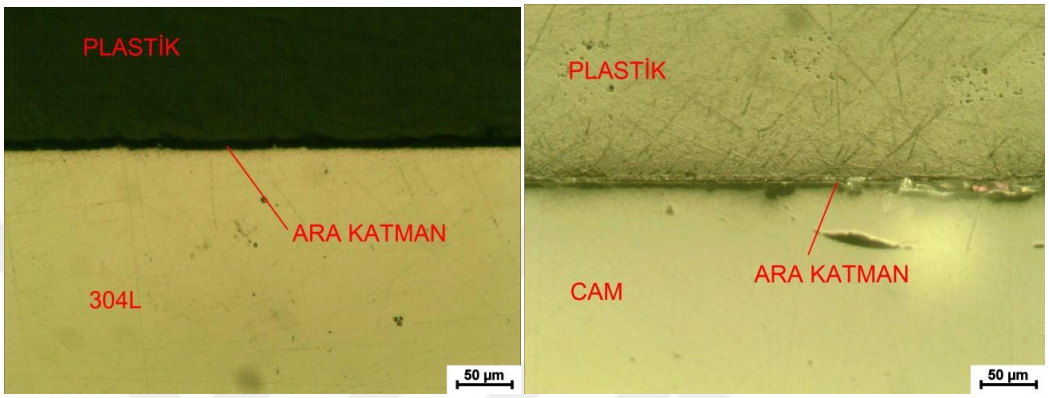
Şekil 2.3. DC ark plazma Ti kaplanmış 304L çeliğin camla birleştirme deneylerinde kullanılan pişirme profili

Birleştirme amacıyla uygulanan ısıl işlem sonrası Ti kaplı 304L paslanmaz çelik üzerinden kırılarak atan soda kireç cam ve geride kalan Titanyum - 304 L numuneleri ışık ve elektron mikroskobunda incelenmek üzere soğuk kalıba alınmıştır. Paslanmaz çelikte birleşme yüzeyinin gözlemlenebilmesi için elmas disk ile kaplamaya zarar vermemeye dikkat edilerek kesilmiştir. Cam numunenin kırılarak atması camın kesitini ortaya çıkarmış, geriye sadece yüzey hazırlama işlemini bırakmıştır. Cam ve çelik numuneler kalıba alındıktan sonra dikkatlice kademeli zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Soğuk kalıba alınan cam ve çelik numuneler Şekil 2.4'te görülmektedir.



Şekil 2.4. Atma gerçekleştikten sonra soğuk kalıba alınmış cam ve çelik numuneler

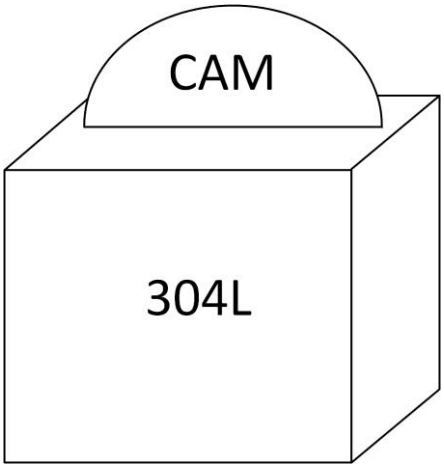
Birleştirme sonrası Ti – 304L çelik ve atan cam – titanyumun kesitlerinin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, her ikisinin de yüzeylerinde Titanyum'un tutunduğu gözlemlenmiştir (Şekil 2.5). Bu da Titanyumun hem cam hem de çelikle reaksiyona girdiği ve yüzeye bağlanabildiğini, ancak oluşan yüksek termal mekanik gerilmeler yüzünden PVD ark titanyum katmanının dayanamadığı ve kırıldığı gözlemlenmiştir.



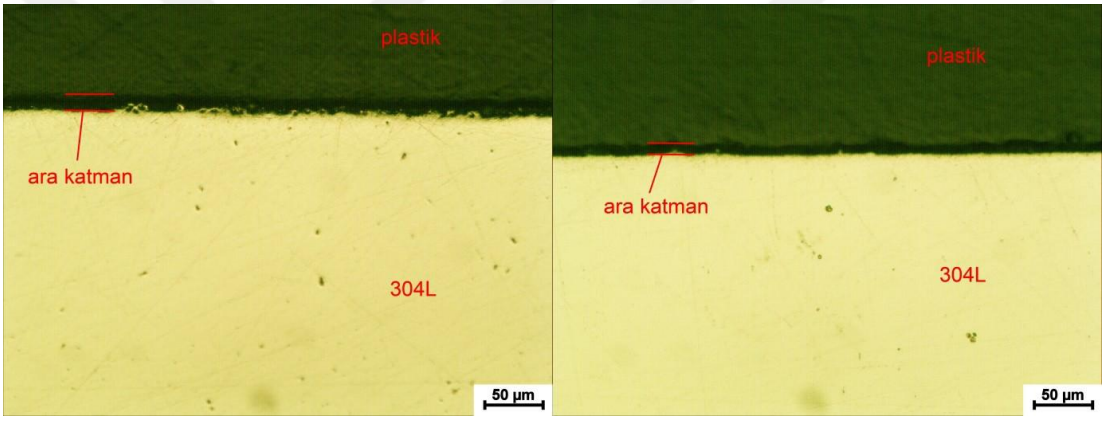
(a) (b)

Şekil 2.5. Birleştirme deneyinde kullanılan, (a) 304L ve (b) soda kireç silikat bazlı camın optik mikroskop görüntüsü

Birleştirmede kullanılan camın profili silindirik, çeliğinki ise prizmatiktir (Şekil 2.6). Bu nedenle çelik yüzeyinde camın temas etmediği bölgeler de bulunmaktadır. Bu farklı bölgelerden alınan ışık mikroskobu görüntüleri karşılaştırıldığında Ti ara katmanın kalınlığının camla reaksiyona girip atan kısımda daha ince olduğu gözlemlenmektedir (Şekil 2.7). Şekil 2.5'teki görüntülerden de anlaşıldığı üzere, titanyum kaplı çeliğin üzerinde duran cam, titanyum ile reaksiyona girip birleşmiştir. Atma sonrası cam çelik üzerindeki titanyumun bir kısmını kendisiyle beraber 304 L yüzeyinden uzaklaştırmıştır.



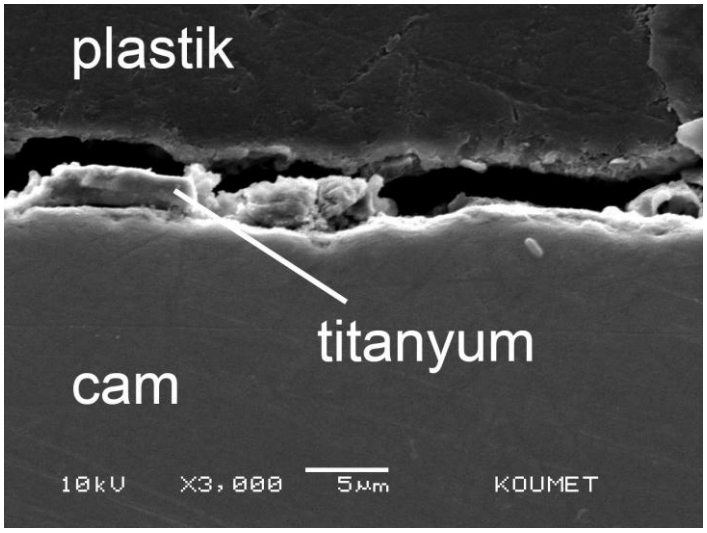
Şekil 2.6. Cam ve paslanmaz çelik birleştirme profillerinin şematik gösterimi



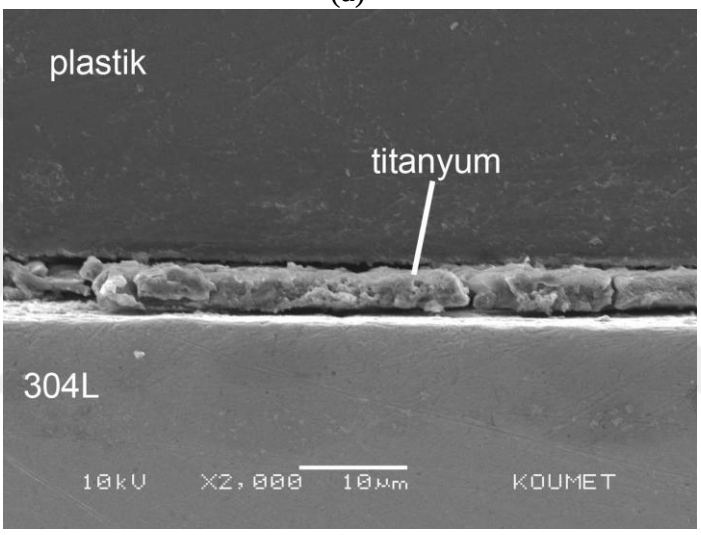
(a) (b)

Şekil 2.7. Çeliğin (a) camla temas etmeyen kenar bölgesinin ve (b) cam ile etkileşime giren orta bölgesinin optik mikroskop görüntüleri

Şekil 2.8'de camın yüzeyine tutunan ve 304L yüzeyinde kalan titanyumun elektron mikroskobu görüntüleri görülmektedir. Titanyum katmanının her iki malzeme üzerinde de tutunduğu bu görüntülerde daha net gözlemlenmektedir.



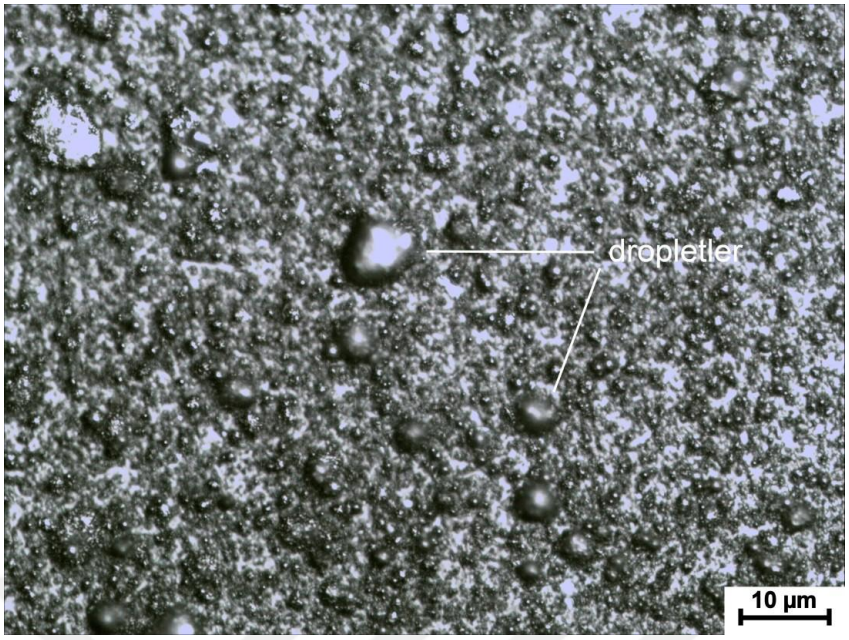
(a)



(b)

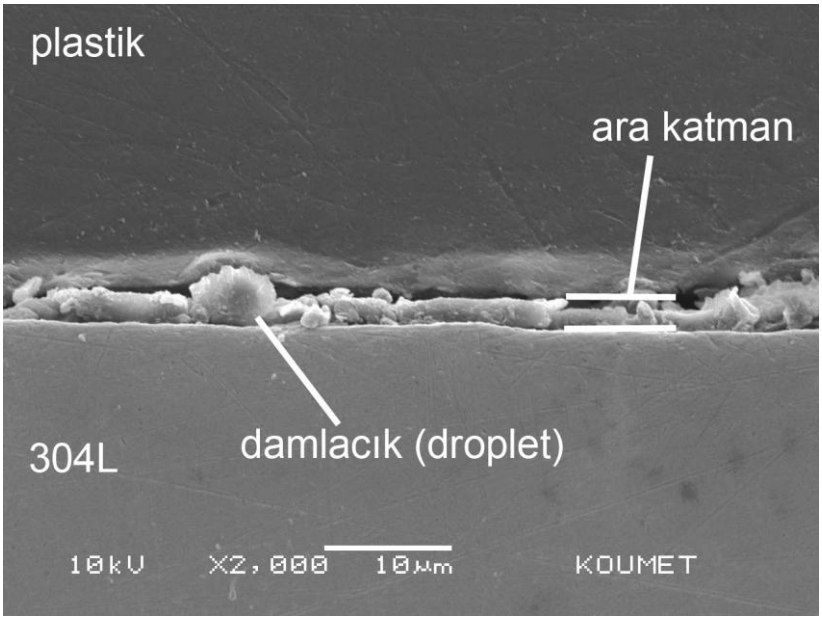
Şekil 2.8. Birleştirme deneyi sırasında atan (a) camın ve (b) çeliğin yüzeyinde kalan PVD titanyum katmanının SEM SE kontrastı görüntüleri

Birleştirme sırasında oluşan gerilmelere katkıda bulunan bir diğer etken ise kaplama yöntemidir. DC ark plazma kaplayıcı kullanılarak oluşturulan titanyum kaplamada arkın kaybedilmesi sonucu kaplama yüzeyinde damlacıklar (dropletler) oluşmaktadır. Bu nedenle titanyum pürüzlü bir yüzeye sahiptir (Şekil 2.9).



Şekil 2.9. DC ark plazma kaplayıcı ile Ti kaplanmış 304L'nin Ti kaplı yüzeyinde oluşmuş dropletlerin optik mikroskop görüntüsü

Şekil 2.9'da görüldüğü üzere dropletlerin boyut dağılımı çok geniş bir aralıktadır. Aynı zamanda miktarlarının da fazla olması ile birlikte kaplama yüzeyinin yüksek pürüzlülüğe sahip olmasına sebep olmaktadır. Şekil 2.10'da Ti ara katmanında oluşan dropletlerin de görüldüğü kesit numunesinin SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.10. 304L paslanmaz çelik ve üzerindeki titanyumun SEM SE kontrastı görüntüsü

800 ^{o}C sıcaklıkta birleşen 304L, Titanyum ve soda kireç camın, soğumaları sırasında termal genleşmelerindeki farkın yarattığı bu gerilmelere, cam ve çeliğin arasında bulunan Titanyum ara katmanı dayanamamıştır. Fakat camın soğuma sırasında kırılarak atılması Titanyum'un cam ile çelik arasındaki gerilimin büyük kısmını cama aktarabildiğini de göstermektedir. Ancak gerilimlerin çok yüksek olması sonucu PVD ark Titanyum katmanını kırılmıştır.

Titanyum ile çelik arasında bir miktar gerilim oluşsa da kaplama sırasında başarı ile bağlanmıştır. Birleştirme sonrası atma ise esas olarak titanyum ile çelik arasındaki gerilimler ve bu gerilimlerin cama taşınması sebebiyle gerçekleşmekte olduğu düşünülmektedir. Birleştirmenin daha başarılı bir sonuç vermesi için, titanyum katmanının kalınlığının arttırılarak, gerilimlerin cama yansımasını önleyip, ara katman içerisinde soğurulmasını sağlamak gerekmektedir.

Sonuç olarak, titanyum 304L'ye tutunmasının yanı sıra cam ile de reaksiyona girip bağlanabilmiştir. Birleştirme sonrasında numune, kontrollü bir şekilde soğutulurken, termal genleşme katsayısı farklılıklarından ve yüzey pürüzlülüğünden kaynaklanan gerilimlere dayanamamıştır. Cam soğuma sırasında 135 ^{o}C civarlarına gelindiğinde kırılmıştır. Titanyum ara katmanı yüksek termal gerilmelere dayanamayıp kırılmıştır. Kesitten alınan görüntülerde, titanyumun hem cam hem de 304L üzerinde kaldığı gözlemlenmesi kırılmanın Ark PVD Titanyum katmanı içinden gerçekleştiğini gösterir niteliktedir. Cam ile Titanyumun, termal genleşme katsayıları birbirlerine yakın olsa da, Ti katmanının ince olmasından dolayı 304L' de ve camda gerçekleşen şekil değiştirme etkileri, birbirleri üzerine aktarılmıştır. Titanyum bu etkileri cama taşıyabilecek kadar dayanmıştır. Camın kırılmış olması bu durumu destekleyen bir gözlemdir.

Sonlu elemanlar yöntemi kullanarak birleştirme numunesi yapısında oluşan termal gerilimlerin modellenmesi için ANSYS programı kullanılmıştır. ANSYS modelleri ve analizleri ile 304L Paslanmaz çelik üzerine 3 μm kalınlıkta DC ark PVD kaplanmış titanyum – soda kireç silikat cam birleştirmesinde oluşan termal mekanik gerilmeleri incelenmektedir. Titanyum ve 304L için kullanılan modelleme parametreleri Tablo 2.3'te, soda kireç silikat bazlı cam için kullanılan parametreler ise Tablo 2.4'te verilmiştir.

Tablo 2.3. 304L – DC ark PVD Ti – cam birleştirmesinin ANSYS ile modellemesinde kullanılan Ti ve 304L parametreleri

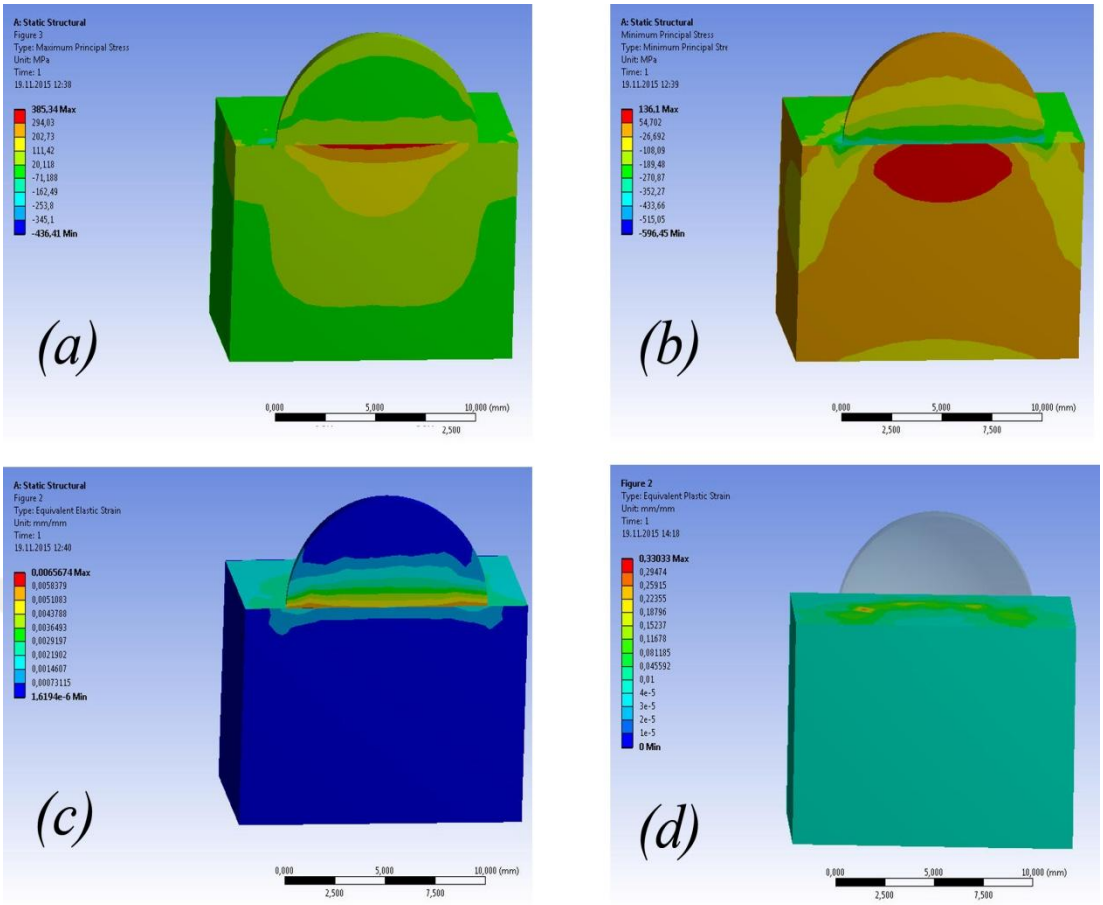
Özellik	304L	Ti
Çap (mm)	11,0	11,0
Yükseklik (mm)	7,5	$7,5\ 10^{-3}$
Termal Genleşme Katsayısı (10^{-6})	18,7	10,1
Young Modülü (GPa)	193	116
Poisson Oranı	0,246	0,340
Çekmede Gerçek Akma Dayanımı (MPa)	280	240
1,15 Plastik Gerinmede Gerçek Gerilme (MPa)	1700	--
0,2 Plastik Gerinmede Gerçek Gerilme (MPa)	--	550

Tablo 2.4. 304L – DC ark PVD Ti – cam birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesinde cam için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler

Çap (mm)*	10
Termal genleşme katsayısı (10^{-6})	9,1
Young Modülü (GPa)	73
Poisson oranı	0,22

*Cam yarım küre olarak modellenmiştir.

Tablo 2.3 ve 2.4'te verilen parametreler kullanılarak modellenen birleştirme numunesinin hesaplanan termal gerilimleri Şekil 2.11'de verilmiştir.



Şekil 2.11. 304L – DC ark PVD Ti – cam birleştirme numunesinin 550 ^{o}C'den 25 ^{o}C'ye soğutulması sonucu yapıda oluşan (a) maksimum asal gerilmeler, (b) minimum asal gerilmeler, (c) eşdeğer elastik gerinmeler, (d) eşdeğer plastik gerinmeler

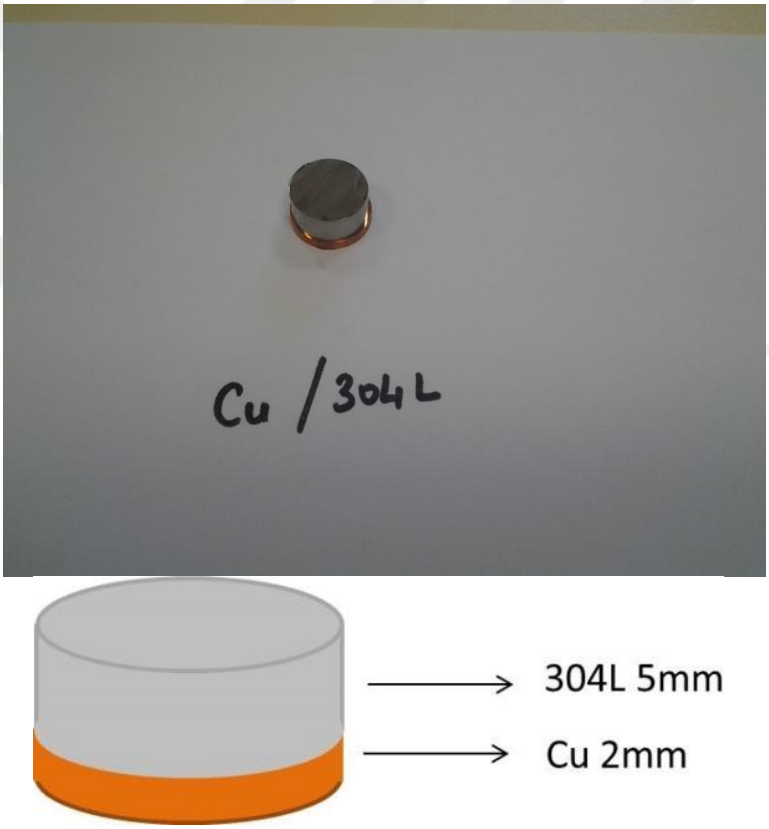
Şekil 2.11 incelendiğinde maksimum asal gerilmelerin en fazla PVD Ti ara katmanda ve 385 MPa'a kadar çıktığı görülmektedir. Minimum asal gerilmeler PVD Ti'da -596 MPa değerine ulaşabilmektedir. Eşdeğer elastik gerinme en fazla camda görülmektedir (6,5 10^{-5}). En yüksek plastik gerinme ise en yüksek değerlere Ti ara katmanda çıkmaktadır (0,33 mm/mm). Birleştirme deneyi sonuçları da göstermektedir ki Ti ara katman bu değerlere dayanamayıp kırılmaktadır.

3µm PVD titanyum kaplanmış 304L paslanmaz çelik – cam birleştirme bölgesinde titanyum ve cam büyük minimal asal basma gerilimlerine maruz kalmaktadır. 3µm Ti kalınlığının, 304L– Ti – cam birleştirme bölgesinde oluşan büyük gerilimlerin, cam – titanyum birleştirme bölgesine de yansımasına engel olamadığını görülmektedir. Titanyum katman kalınlığının arttırılması, cam – titanyum birleştirme yüzeyinde oluşan düşük gerilmelerin, 304L – titanyum birleştirmesinden dolayı

oluşacak olan yüksek gerilmelerden daha az etkilenmesi için izlenmesi gereken bir yöntem olarak düşünülmüştür.

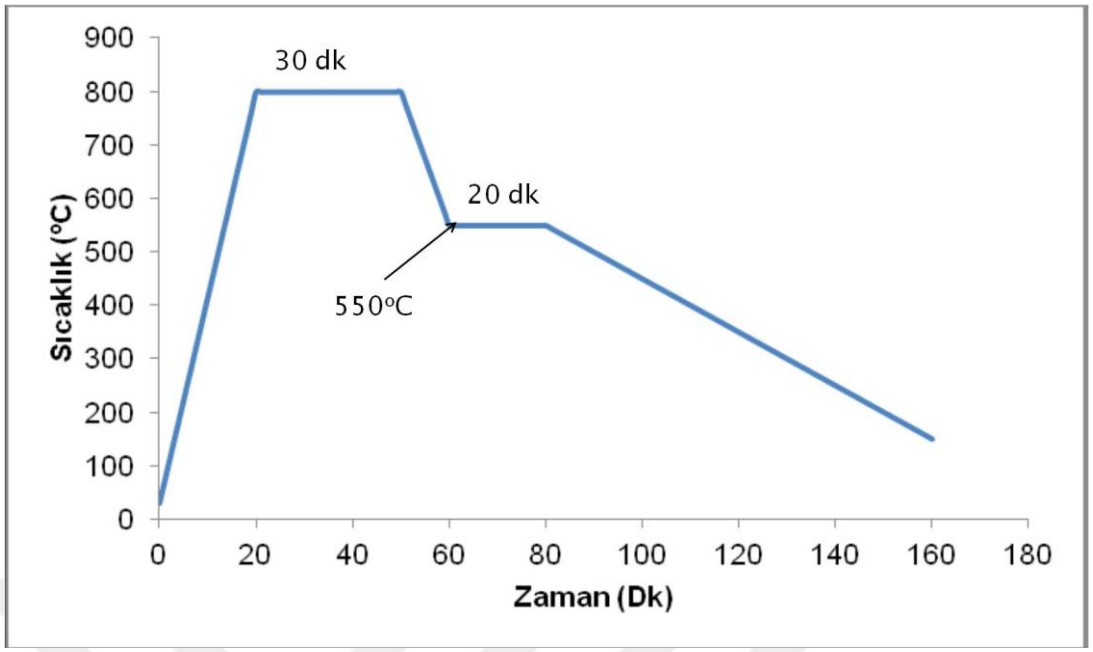
2.2. Bakır Ara Katman Kullanımıyla 304 L – Soda Kireç Silikat Cam Birleştirme Deneyleri

Bu deneylerde bakırın ve çeliğin hem hava ortamında hem de vakum altında press ile birleştirilmesi hedeflenmiştir (Şekil 2.12). Bunun yanı sıra bir de cam – bakır birleştirme numunesi hazırlanmıştır. 11 mm çaplı 304L 5 mm kalınlıkta ve 12 mm çaplı Cu 2 mm kalınlıklarında kesilerek yüzeyleri kademeli zımparalama yöntemi ile 1000'lik zımpara boyutuna kadar zımparalanmıştır.



Şekil 2.12. Birleştirme öncesi 304L ve Cu numuneler

Atmosferik ortamda fırında gerçekleştirilen birleştirmede kullanılan sıcaklık profili Şekil 2.13'te görülmektedir. 800 ^{o}C'de 30 dk'da birleştirme gerçekleşirken, numunenin soğuması sırasında oluşan gerilimlerin giderilmesi için 550 ^{o}C'de 20 dk tutulmuştur.



Şekil 2.13. Hava atmosferinde birleştirilen 304L – Cu ve Cu – soda kireç silikat bazlı camın birleştirilmesi için kullanılan fırın sıcaklık profili

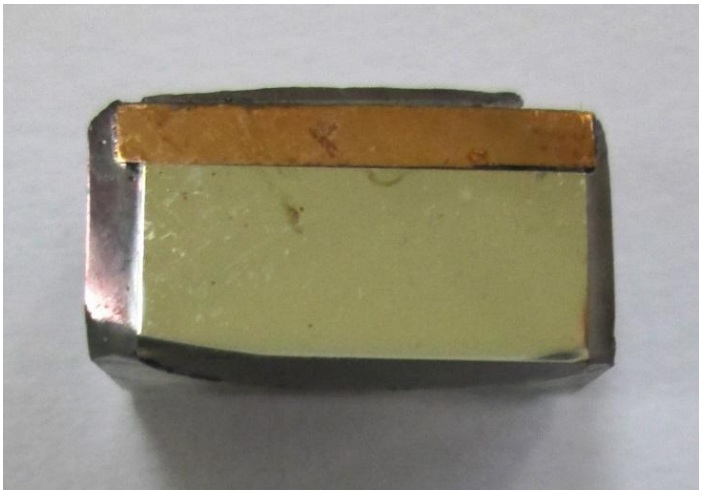
Aynı ısıl işlem profili bakır-soda kireç silikat bazlı cam birleştirmesinde de kullanılmıştır. Bakır üzerine konulan cam numune de aynı şekilde fırına konulmuştur (Şekil 2.14). Bakır numune 2 mm kalınlıkta ve 12 mm çapta, 304L numune ise cam numune 3mm kalınlıkta ve 10 mm çaptadır.



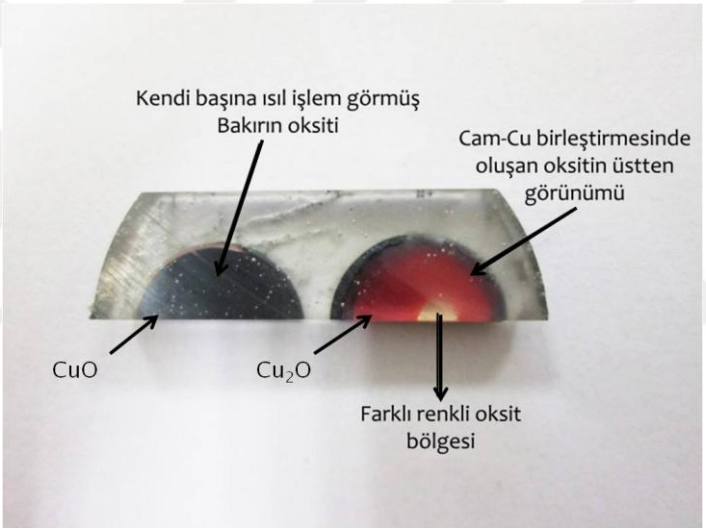
Şekil 2.14. Birleştirme öncesi soda kireç silikat bazlı cam ve bakır numuneler

Bakır – cam birleştirmesi sırasında aynı kalınlıkta bir bakır numune daha fırına konulmuştur. Böylelikle bu numune ile, üzerinde cam olan bakır numune arasındaki farkın gözlenmesi hedeflenmiştir.

Fırından çıkan numuneler sırayla soğuk kalıba alınmıştır. Şekil 2.15'te hava ortamında birleştirilmiş 304L – Cu numunesi, Şekil 2.16 ve Şekil 2.17'de ise yine hava ortamında birleştirilmiş Cu – cam numunesi ve aynı ısıl işleme tabi tutulmuş Cu numunesi görülmektedir.



Şekil 2.15. Hava ortamında birleştirme sonrası kalıba alınan 304L – Cu numunesi kesit görünümü



Şekil 2.16. Hava ortamında fırın rejimine tabi tutulmuş (soldan sağa) bakır ve bakır – cam birleştirme numunelerinin üstten görünümü

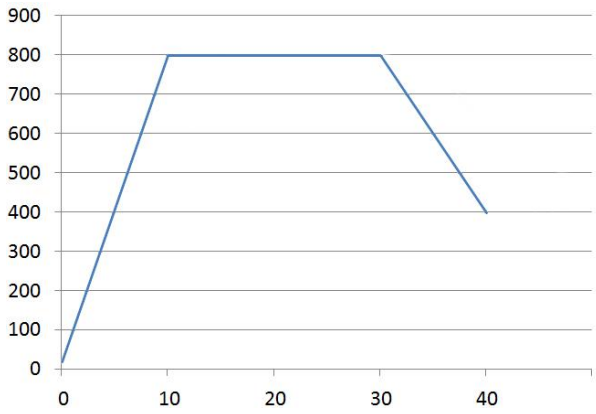
Şekil 2.16.'da hava ortamında birleştirilmiş soda kireç silikat cam – bakır numunesi ve aynı ısıl işleme camsız bir şekilde tabi tutulmuş referans bakır numunesinin bakalite alınmış görüntüsü yer almaktadır. Numuneler incelendiğinde, hava ortamında birleştirme sıcaklıklarında bakırın hızla oksitlendiği ve cam – metal birleştirme numunesinde oluşan bakır oksitin camla reaksiyona girdiği görülmektedir. Bakır oksitin Cu_2O (kırmızı renkte) ve oksijen içeriği daha yüksek olan CuO (siyah renkte) olmak üzere iki ayrı formu vardır [51]. Isıl işlem sırasında oksijen içeriği zengin olan, hava atmosferine doğrudan maruz kalan bakır referans numunesinin üst yüzeyinde CuO oluşmuştur. Cam ile temas eden yüzeyde ise

ortamdaki oksijen miktarının azalması nedeniyle Cu_2O katmanı oluşumu gözlemlenmiştir. Cam – bakır birleştirme numunesinde, Cu_2O'nun camla daha fazla temas eden merkez bölgesindeki rengin daha açık olması, bakır oksidin camla reaksiyonu sonucunda giderek inceldiğini göstermektedir.

Bir diğer numune ise hava ortamındaki birleştirilmiş Cu – 304L numunesiyle eşdeğer boyutlarda (Cu 12 mm çap 2 mm kalınlık, 304L 11 mm çap 5 mm kalınlık) ve zımpara kademeleriyle hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler yine aynı şekilde konumlanarak (bakır üzerine 304L gelmek üzere) press cihazı içerisine yerleştirilmiştir. Cu – 304L numunesi 0,1 MPa vakum ortamında ve üzerine 10 kN yük uygulanarak Şekil 2.18'de görülmekte olan sıcaklık profiline tabi tutulmuştur.

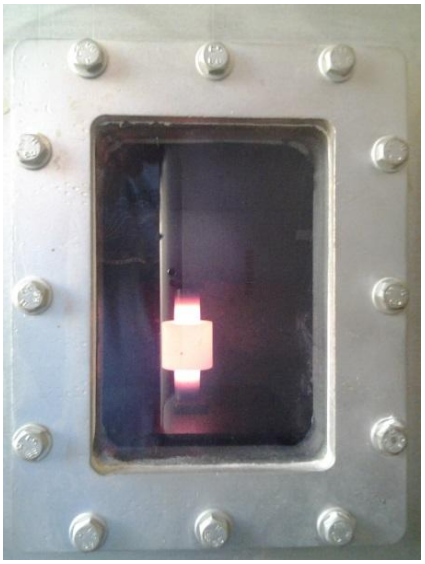


Şekil 2.17. Hava ortamında fırın rejimine tabi tutulmuş (soldan sağa) bakır ve bakır – cam birleştirme numunelerinin kesit görünümü



Şekil 2.18. Bakır – 304L birleştirme numunesine 0,1 MPa vakum atmosferi altında 10 kN yük ile uygulanan ısıl işlem sıcaklık profili

Press cihazının içindeki birleştirme numunesinin ısıl işlem gördüğü sırada, grafit kalıp içerisindeki görüntüsü Şekil 2.19'da görülmektedir.



Şekil 2.19. Bakır – 304L birleştirme numunesi, vakumlu sıcak press ortamında

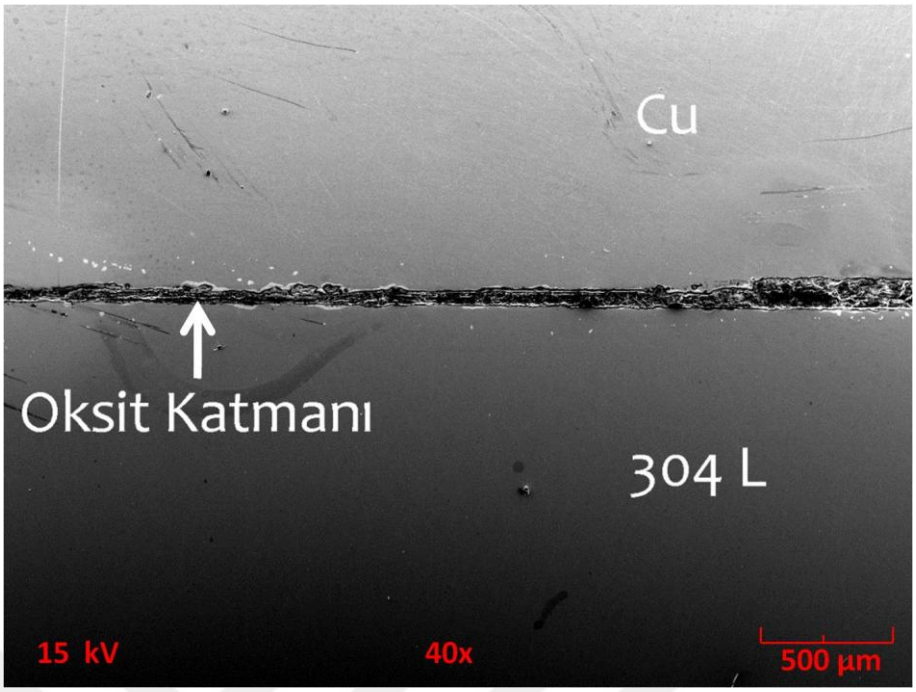
Press ile vakumlu ortamda birleştirme işlemi gerçekleştirildikten sonra, numune soğuk kalıba alınarak ve kesitten incelenmek üzere ortadan kesilmiştir (Şekil 2.20).



Şekil 2.20. Vakum atmosferinde press ile birleştirilen numunenin kesit görünümü

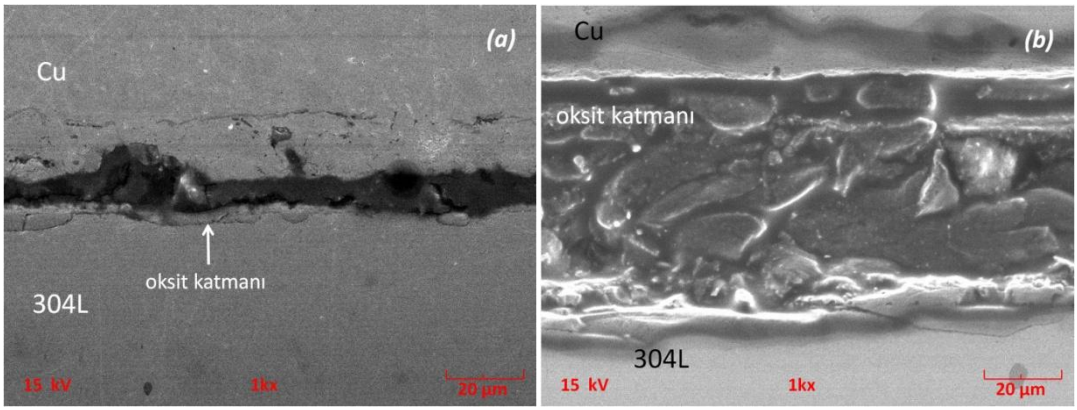
Şekil 2.20'de de görüldüğü gibi sıcaklık ve uygulanan yük etkisiyle bakır bir miktar deforme olup çeliğin üzerine sıvanmıştır.

Numuneler soğuk kalıpta kesitlerinin incelenmesi amacıyla kesilip parlatıldıktan sonra sırayla SEM ile incelenmiştir. Hava ortamında birleşmesi gerçekleşen 304L – Cu birleştirme numunesinde çelik ile bakır arasındaki oksit katmanı açık bir şekilde gözlemlenebilmektedir (Şekil 2.21).



Şekil 2.21. Hava ortamında birleştirilmiş Cu, 304L ve aradaki oksit katmanının SEM görüntüsü (sekonder elektron kontrastı, 40X)

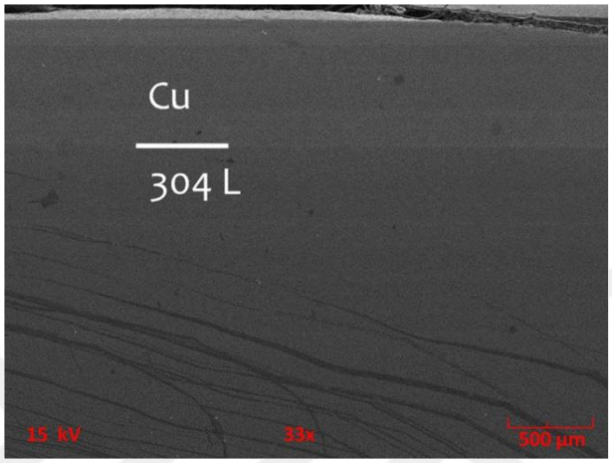
Hava ortamında birleştirilmiş 304L ve Cu arasında kalın bir oksit katmanı olduğu gözlenmiştir. Bunun yanı sıra oksit homojen bir kalınlığa sahip olmadığı, numuneler fırına konduğunda araya hava giren bölgelerde oksit kalınlığının daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. (Şekil 2.22).



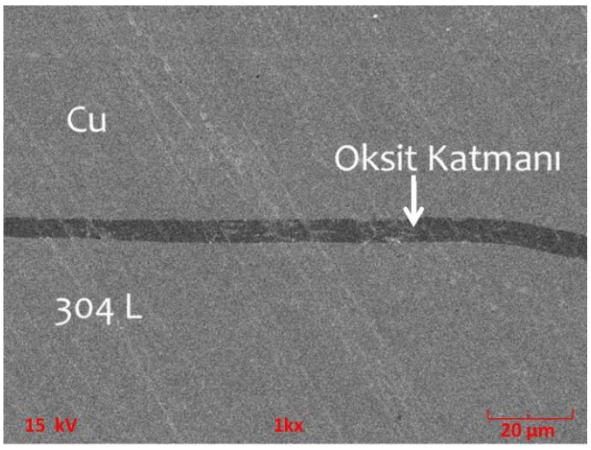
Şekil 2.22. Bakır ve 304L arasında oluşan oksitin (a) ince ve (b) kalın bölgelerinin SEM görüntüsü (sekonder elektron kontrastı 1000X)

Vakum altında press ile birleştirilmiş numuneyi incelediğimizde oksit katmanının çok daha ince olduğunu görülmüştür. Şekil 2.23'te hava ortamında yapılan birleştirme incelendiğinde, düşük büyütmelerde vakum numunesinde oksit katmanı gözlemlenemeyecek kadar ince olduğu anlaşılmıştır. Vakum atmosferi nedeniyle

ortamdaki oksijen oranı azaldığı için oksitlenme daha az gerçekleşmiştir. Cihazın uyguladığı 10 kN'luk yük ise, bakırın kolay deforme olması sebebiyle, bakır ve çeliğin arasındaki havanın bir miktar uzaklaşmasına yardımcı olmuştur. Oksit katmanı ancak 1000X büyütmede kenar bölgelerde gözlemlenebilmektedir (Şekil 2.24).



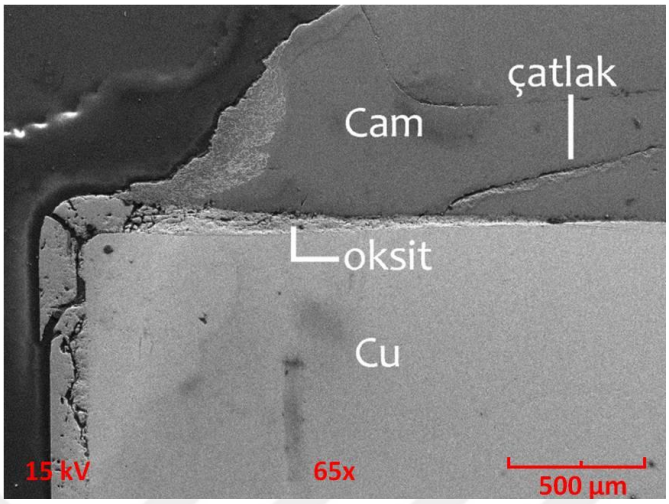
Şekil 2.23. 0,1 MPa vakum ortamı altında ve üzerine 10 kN yük uygulanarak yapılan Cu – 304L birleştirmesi SEM görüntüsü (sekonder elektron kontrastı, 33X)



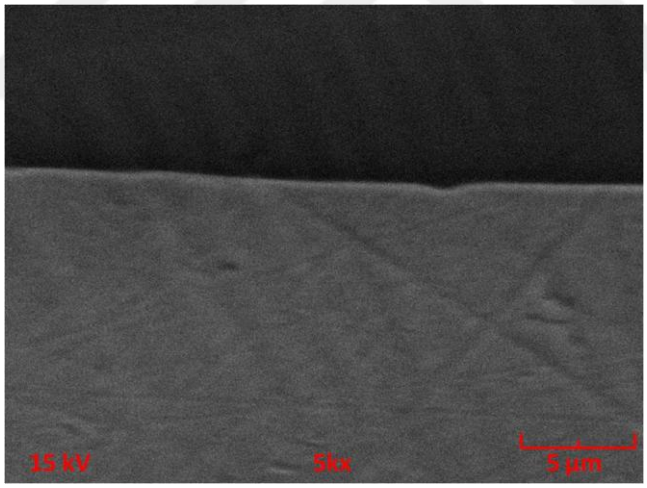
Şekil 2.24. 0,1MPa vakum ortamı altında ve üzerine 10kN yük uygulanılarak yapılan Cu – 304L birleştirmesi SEM görüntüsü (BSE kontrastı 1000X)

Bakır – Soda Kireç Silikat bazlı cam birleştirmesini incelediğimizde ilk göze çarpan durumlar yine kenarlara yaklaştıkça oksit kalınlığının artması ve cam üzerinde bulunan bazı çatlaklar olmuştur. Bu çatlakların oksit kalınlığının arttığı bölgelerde

oluşma eğiliminde oldukları görülmüştür (Şekil 2.25). Orta bölgelerde oksit yüksek büyütmelerde dahi gözlenememektedir (Şekil 2.26).

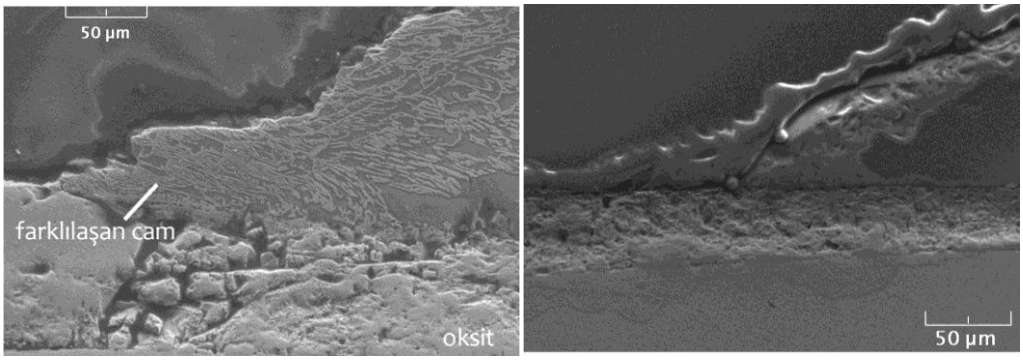


Şekil 2.25. Hava ortamında birleştirilmiş Cu - Cam numunesi, aradaki oksit katmanı ve camda oluşan bir çatlağın SEM görüntüsü (Sekonder elektron kontrastı 65X)



Şekil 2.26. Cu – Cam ara yüzeyinin orta bölgeleri SEM görüntüsü (Sekonder elektron kontrastı 5000X)

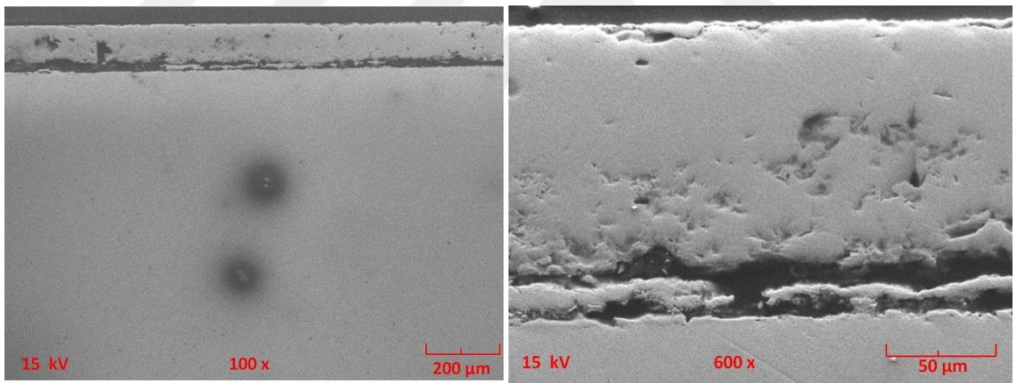
Camın bazı bölgelerinde bir takım farklılaşmalar gözlenmektedir. Bunlar yine oksitin fazla olduğu kenar bölgelerde oksite yakın kısımlarda (Şekil 2.27.a) ve bazı çatlakların yakınlarında görülebilmektedir. Örneğin Şekil 2.25.'teki çatlak şekil 2.27.b'deki görüntüde daha yakından incelenebilmektedir. Şekil 2.27.a görüntüdeki farklılaşma kristallenmeyi andırmaktadır.



(a) (b)

Şekil 2.27. Cu – cam birleştirme numunesi (a) sağ köşedeki kalın oksit yakınındaki camın farklılaşmasını (370X), (b) sol köşedeki büyük çatlağı daha yakından gösteren (500X) SEM görüntüleri (Sekonder elektron)

Şekil 2.28'de ise Cam – Bakır birleştirme numunesiyle aynı fırın rejimine tabi tutulan bakır numunesinin oksit kısmının SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntüler birleştirme işlemi koşullarında, herhangi bir engel olmadan, hava ortamına maruz kalan bakır numunenin nasıl bir oksitlenme yaptığını göstermektedir.



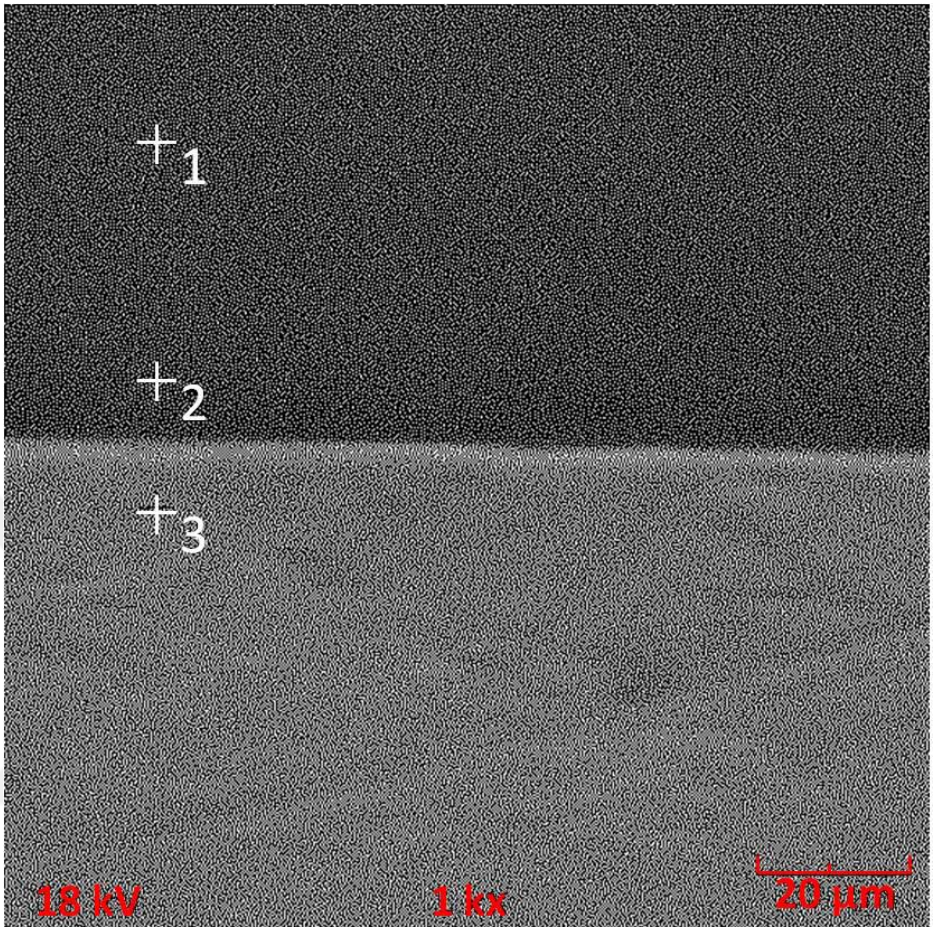
(a) (b)

Şekil 2.28. Hava ortamında oksitlenmiş bakır ve oksit katmanı SEM görüntüleri (Sekonder elektron kontrastı, (a) 100X, (b) 600X)

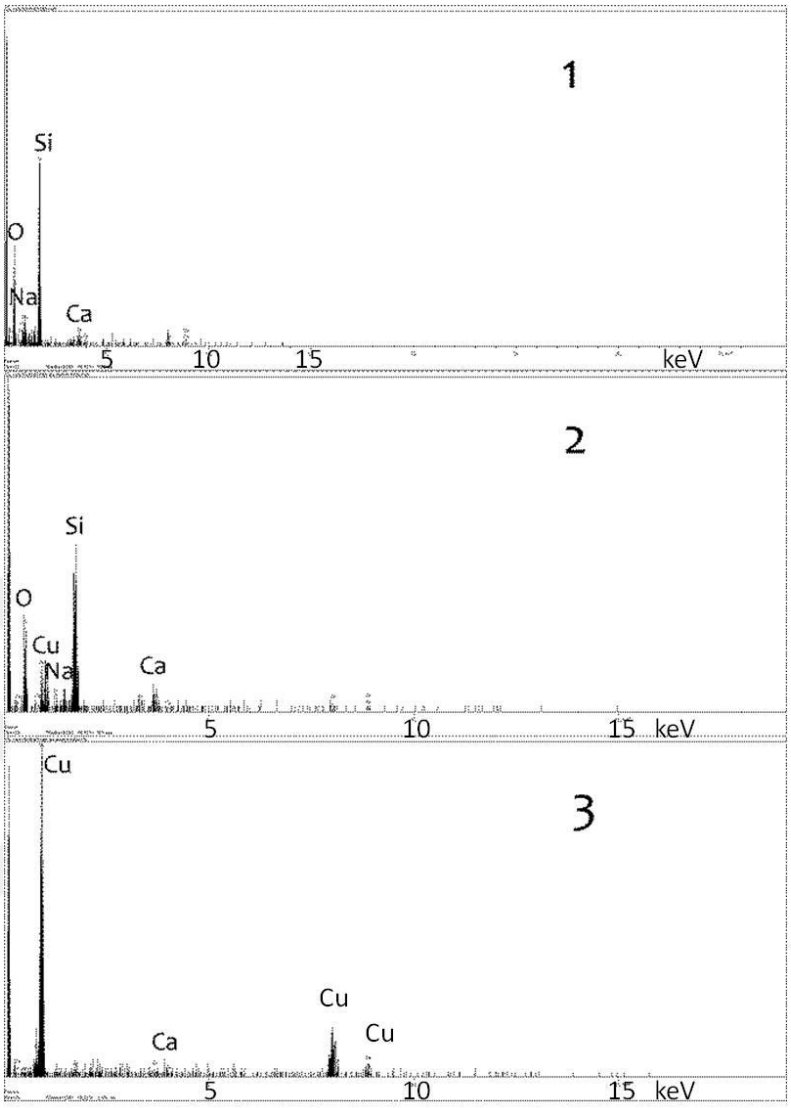
SEM incelemeleri sonrasında bazı bölgelerdeki difüzyon oranını anlayabilmek ve oksitleri karakterize edebilmek adına SEM'e bağlı EDS (enerji dispersif speckroskopi) cihazıyla noktasal EDS analizleri yapılmıştır. Şekil 2.29. analizin yapıldığı bölgeyi (Cu – cam birleştirme numunesindeki oksitsiz bölge), Şekil 2.30 ise analiz sonuçlarını göstermektedir.

1. nokta camın ara yüzeye uzak bir bölgesinden alınmıştır. Bu noktada yapılan analizler sonucu, camın kendi yapısında bulunan elementler dışında başka bir değişiklik tespit edilmemiştir. 2. nokta ise cam – bakır ara yüzeyine yakındır. Analizi

incelediğimizde bir miktar bakır görülmektedir. 3. nokta bakırın ara yüzeye yakın bir noktasından alınmıştır. Bakır bölgesi içinde farklı bir elementten sinyal alınmamıştır.

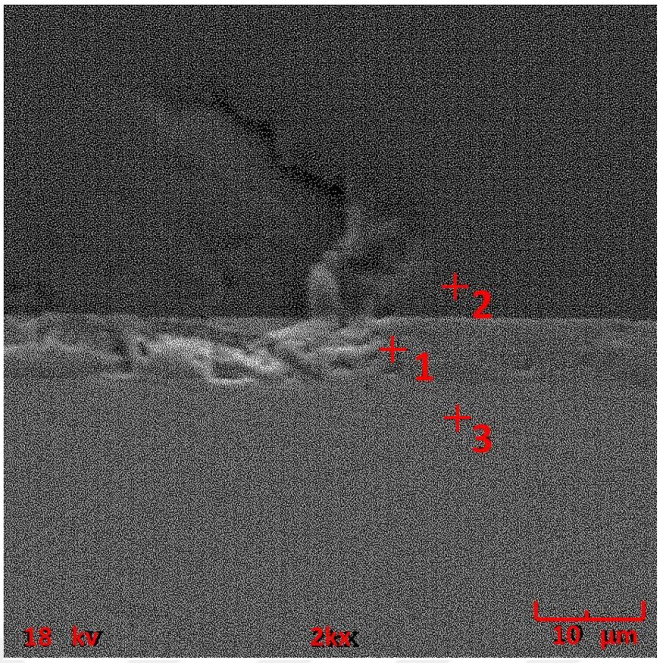


Şekil 2.29. EDS analizi yapılan oksitsiz gözüken Cu – cam bölgesi. (Sekonder elektron kontrastı)

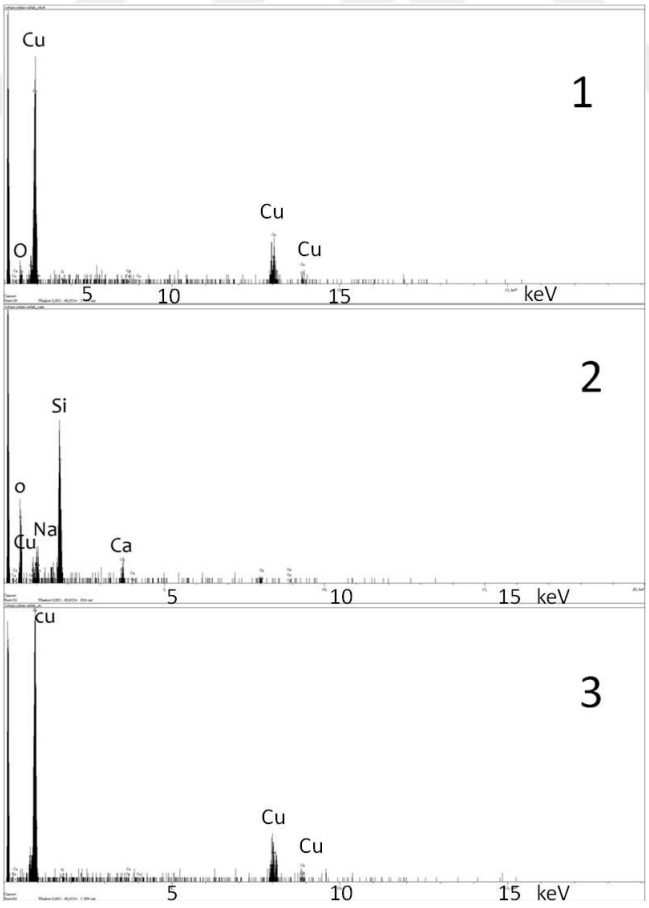


Şekil 2.30. Şekil 2.29.'da numaralarla gösterilen noktaların EDS analizleri

Çatlak etrafındaki bölgelerde kırılmaya neden olabilecek bir kompozisyon değişimi olup olmadığı ve çatlak yakınlarındaki farklılaşmaların incelenmesi amacıyla, hava ortamındaki bakır – cam birleştirme numunesinin ortalarına yakın bir bölgede cam üzerinde oluşan çatlağın bulunduğu yerden EDS analizleri yapılmıştır (Şekil 2.31 analizin yapıldığı bölge, Şekil 2.32 analizlerin sonuçları).



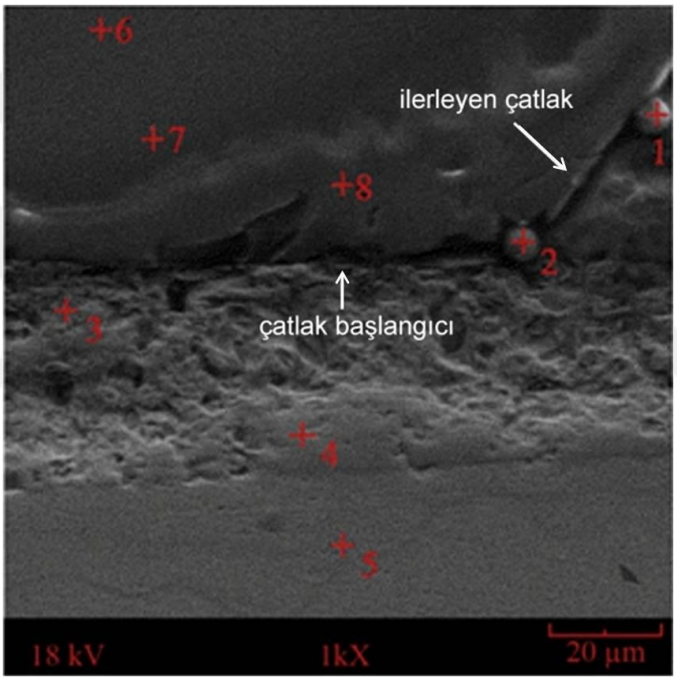
Şekil 2.31. Cam – bakır birleştirmesinde, camın çatlak olan bir bölgesinde EDS analizi yapılan noktalar (sekonder elektron kontrastı)



Şekil 2.32. Şekil 2.31'de gösterilen noktaların EDS analizleri

1. nokta bakır bölgesinin bakır – cam ara yüzeyine yakın tarafından alınmıştır. Analizde bakırın yanı sıra bir miktar oksijen de görülmektedir. Bu burada bir miktar bakır oksit bulunduğu anlamına gelmektedir. 2. nokta camın ara yüzeye yakın bir bölgesinde bulunmaktadır. Bu bölgede camın yapısında bulunan elementler dışında bir miktar Cu da bulunmaktadır. 3. nokta bakırın daha iç tarafından alınmıştır. Burada analizde sadece Cu görülmektedir.

Hava ortamındaki cam – bakır numunesindeki 2.25'te görülen büyük çatlağın bulunduğu bölgeden alınan EDS analiz noktaları Şekil 2.33'te, analizlerin sonuçları ise Şekil 2.34'te verilmiştir.

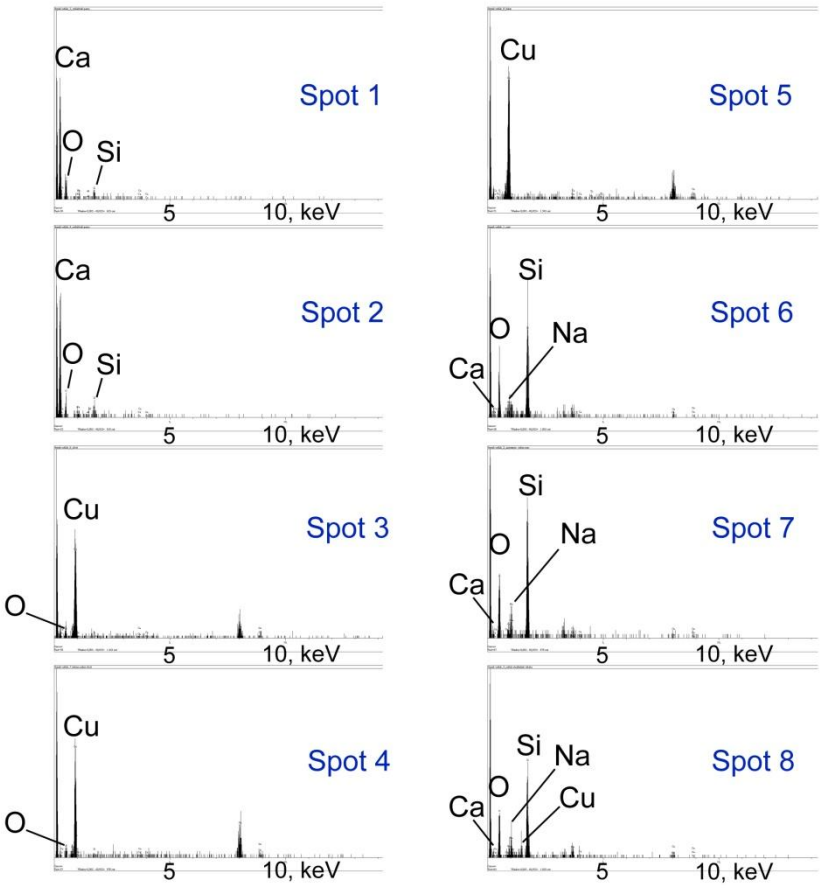


Şekil 2.33. Camdaki büyük çatlak bölgesinden alınan EDS analiz noktaları (sekonder elektron kontrastı)

Şekil 2.33 çatlak oluşumunun bakır oksit – cam reaksiyon yüzeyinden başladığı, spot 1 ve 2 de gösterilen (eş eksenli morfoljiye sahip) yeni bir faz oluşumunu da izleyerek camın içine doğru ilerlediği gözlemlenmektedir. Bu da bakır oksidin ve camla reaksiyonunun, oluşan ikincil fazın çatlak oluşumu ve ilerlemesinde önemli bir rol oynadığını göstermektedir.

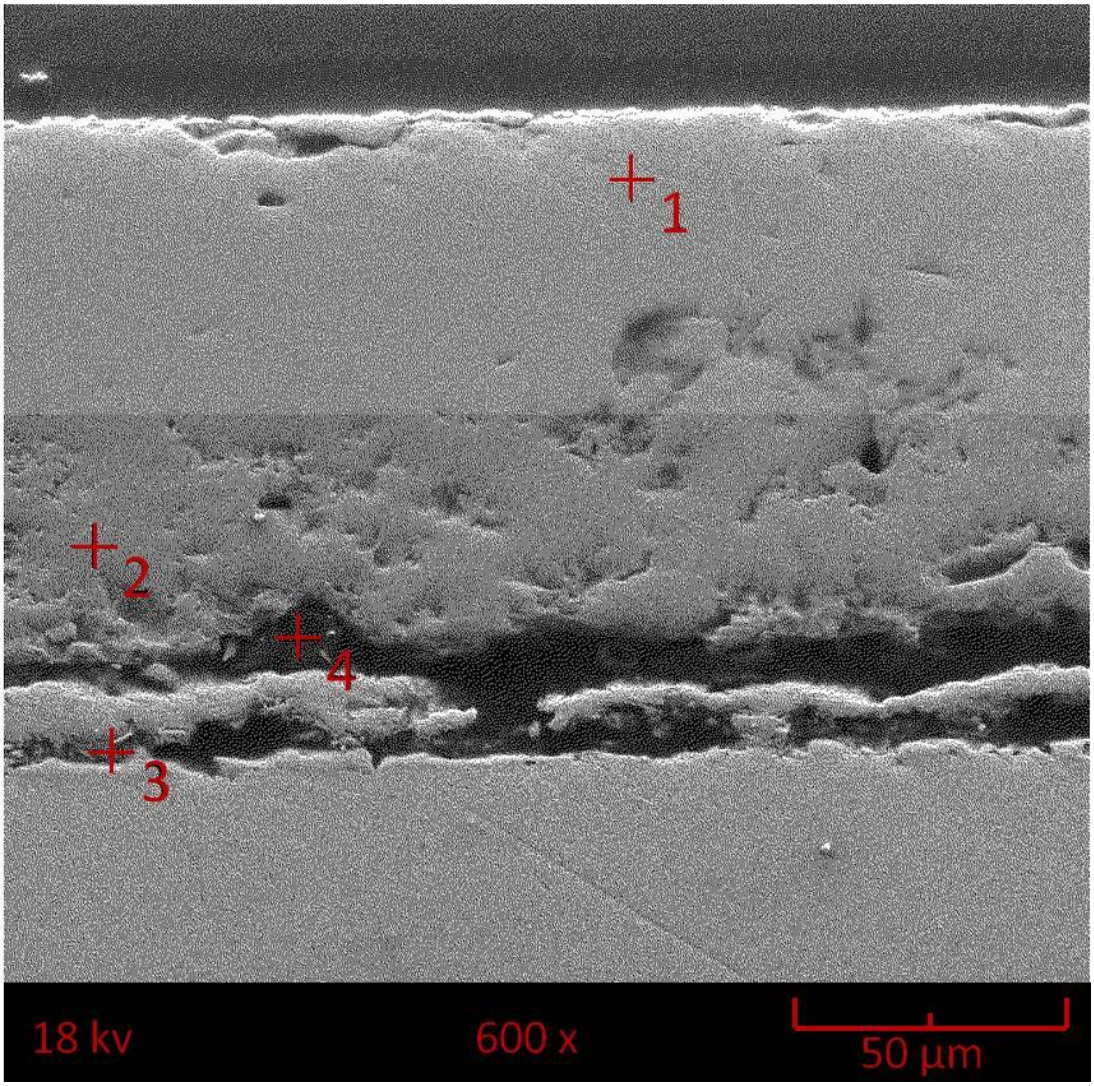
Şekil 2.34'teki EDS analiz sonuçları incelendiğinde; 1 ve 2 numaralı EDS analizlerine göre çatlak ilerleme bölgesinde gözlemlenen ikincil fazın Ca ve Si içeren

bir oksit oluşmuştur. 3 ve 4 nolu EDS analizlerine göre bakırın yüzeyinde hava ortamında ilk önce bakır oksit katmanı oluşmaktadır. 8. noktadan alınan EDS analizi, camın bakır yüzeyinde oluşan oksitle reaksiyonu sonucunda bakırın cam içerisine doğru difüzyona uğradığını göstermektedir. 6 ve 7 nolu noktasal EDS analizlerinde bakır sinyalinin olmayışı ise bakırın camdaki difüzyonunun camın iç bölgelerine fazla ilerlemediğini belirtmektedir. Cam – metal birleştirme bölgesinin kesit SEM ve EDS analizleri, birleştirme sıcaklığında hava ortamında bakırın hızlı oksitlendiğini, oluşan bakır oksidin camla reaksiyona girdiğini, bu reaksiyon sonucunda Ca ve Si içeren ikincil bir fazın oluştuğunu göstermektedir. Birleştirme numunesinde termal genleşme farklılıklarının neden olduğu yüksek kalıntı gerilmeler altında oluşan bakır oksidin ve camla reaksiyonu sonucu oluşan Ca ve Si içeren ikincil oksit fazının, çatlak başlangıcında ve ilerlemesinde etkili olduğu gözlemlenmiştir. Başarılı soda kireç silikat cam – bakır birleştirmeleri için bakırın hava ortamında oksitlenmesinin ve ikincil faz oluşumunun kontrolünün önemli olduğu sonucuna varılmıştır.



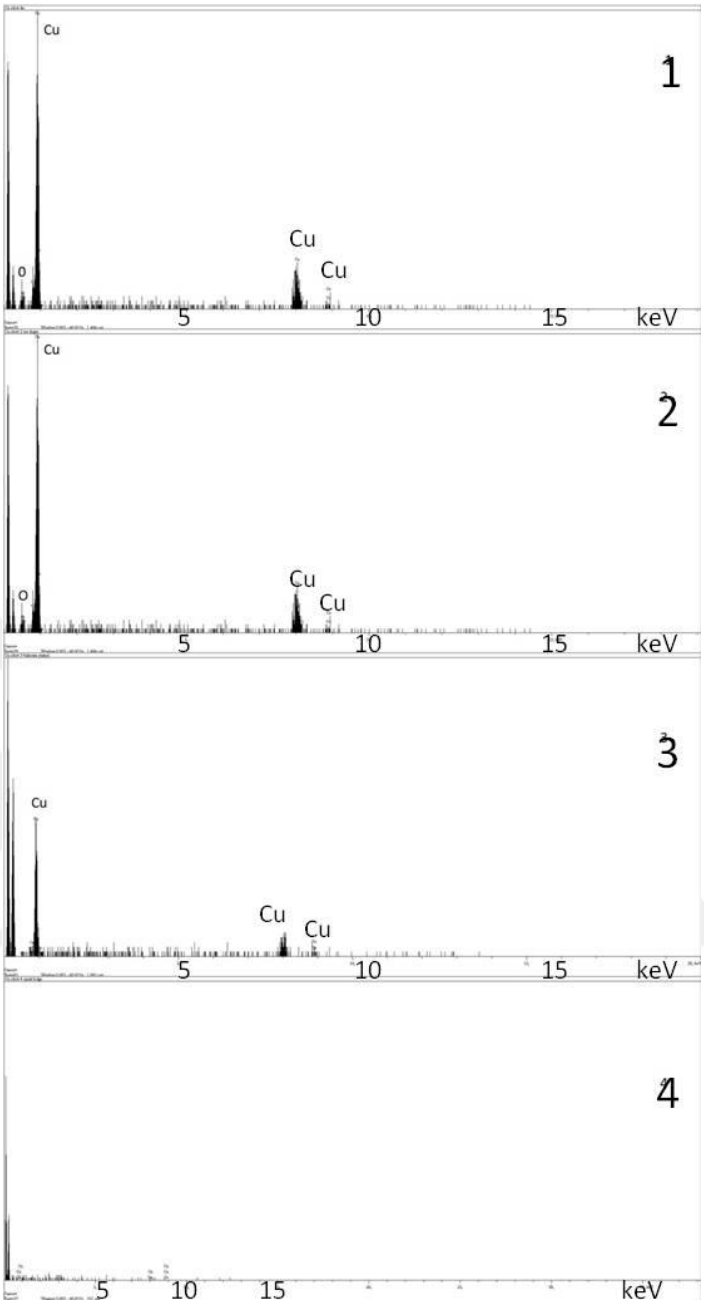
Şekil 2.34. Şekil 2.33'te gösterilen noktaların EDS analizleri

Hava ortamında cam – bakır birleştirme numunesiyle birlikte, aynı koşullarda ısıl işlem gören bakır numunenin EDS analiz noktaları Şekil 2.35'te, analizlerin sonuçları ise Şekil 2.36'da verilmiştir.



Şekil 2.35.Bakır ve oksitinin EDS analiz noktaları (sekonder elektron kontrastı)

1. nokta bakırın oksitinin bakıra uzak bir bölgesinden alınmıştır. Bu noktadan alınan analizde bakır ve bir miktar oksijen gözlemlenmektedir. 2. nokta bakırın oksitinin bakıra daha yakın bir bölgesinden alınmıştır. Bu noktadan alınan sinyal oranlarının 1. noktanın oranlarına çok yakın olduğu görülmektedir. 3. nokta bakır ve bakır oksit ara yüzeyinden alınmıştır. Analizler incelendiğinde oksijen sinyali alınmadığı görülmektedir. 4. bölge Şekil 2.35'te görülen koyu bölgedir. Bu bölge daha arkada kaldığından dolayı analiz sonucu alınamamıştır.



Şekil 2.36. Şekil 2.35'te gösterilen noktaların EDS analizleri

Sonuç olarak yapılan ısıl işlem sonucu bakır çeliğe hem vakum ortamında hem de hava ortamında birleştirilebilmektedir. Bakır ve cam birleştirilebilmektedir. Bakır üzerinde oluşan oksit katmanı, cam ile reaksiyona girerek kırmızı bir renk almaktadır. Hava ortamında yapılan Cu – 304L birleştirmesinde bakır oksitin kalınlığı fazladır. Ortalara gidildikçe kalınlık azalmaktadır. Vakum ortamında yapılan Cu – 304L birleştirmesinde bakır oksitin kalınlığı daha düşüktür. Ortalara gidildikçe neredeyse hiç oksit kalmamaktadır. Bakır – cam birleştirmesinde çatlaklar

oksitin kalın olarak mevcut olduğu bölgelerden başlamıştır. Bakır – cam birleştirme numunesinde kenar bölgelere doğru oksitin kalın olduğu yerlerde camın üzerinde kristallenme benzeri dendritik oluşumlar görülmektedir. Çatlağa yakın bölgelerde camla oksidin reaksiyonu sonucu cam – bakır oksit birleşme bölgesinde Ca ve Si içeriğince zengin ikincil bir fazın oluştuğu ve camın içine bir miktar bakır difüzyonu gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Oluşan ikincil fazın çatlak oluşma ve ilerleme bölgesinde yer alması, bu fazın çatlak oluşumu ve ilerlemesini etkilediğini göstermiştir.

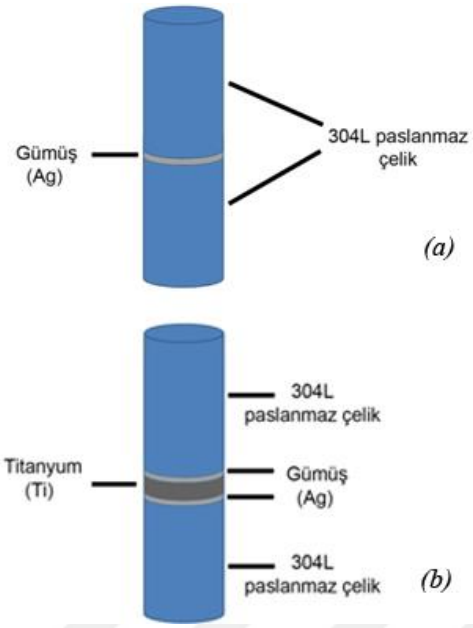
2.3. Titanyum ve Gümüş Ara Katman Kullanarak 304L – Soda Kireç Silikat Cam Birleştirmesi

Titanyum ile soda kireç silikat camın termal genleşme katsayılarının yakın olmasının yanı sıra, PVD ark titanyum kaplamalı 304L ile yapılan deneyler sonucu, soda kireç silikat cam ile titanyumun birleştiği gözlemlenmiştir. Titanyum katmanının cama termal gerilimleri aktarmasını önlemek adına, kalınlığının arttırılması yoluna gidilmiştir (1mm titanyum plaka kullanılmıştır). 304L – titanyum birleştirme bölgesinin geliştirilmesi açısından, her iki metal ile de birleştiği bilinen [17], ince gümüş bir ara katman kullanılmıştır (0,05mm gümüş folyo).

Bu birleştirme iki kademede gerçekleştirilmiştir. Öncelikle metal kısım birleştirilmiş (gümüş ara katman kullanarak 304L – Ti birleştirmesi), sonra bu birleştirme numunesi ile cam ile birleştirilmiştir.

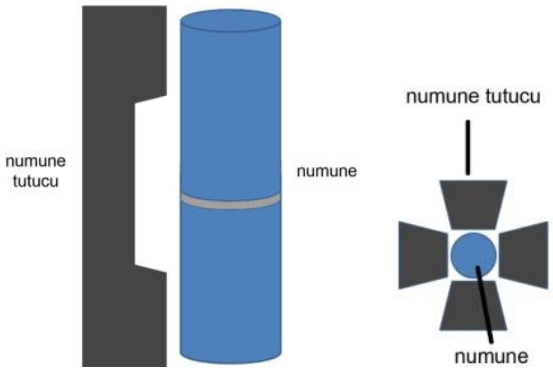
2.3.1. Gümüş ara katman kullanarak 304L – Ti birleştirmesi

Metal birleştirmesi için uygun sıcaklık profilini belirlemek amacıyla farklı sıcaklıklara kadar ısıtılmak üzere çekme numuneleri hazırlanmıştır. 304L – Ag – 304L ve 304L – Ag – Ti – Ag – 304L (Şekil 2.37) şeklinde üst üste konumlanacak olan numuneler, birleştirme öncesi 1000 mesh'e kadar kademeli zımparalanmıştır. 304L – Ag – 304L ve 304L – Ag – Ti – Ag – 304L şeklinde olan kombinasyonların her birinden 970 ^{o}C, 1000 ^{o}C ve 1030 ^{o}C' ye kadar ısıtılmak üzere üçer adet numune hazırlanmıştır. Şekil 1.1.b' de görülen saf titanyum parçası aslında diğer numunelerin aksine kare formda kesilmiş bir plakadır. Şematik gösterimde kolay algılanabilmesi için bu detay eklenmemiştir.

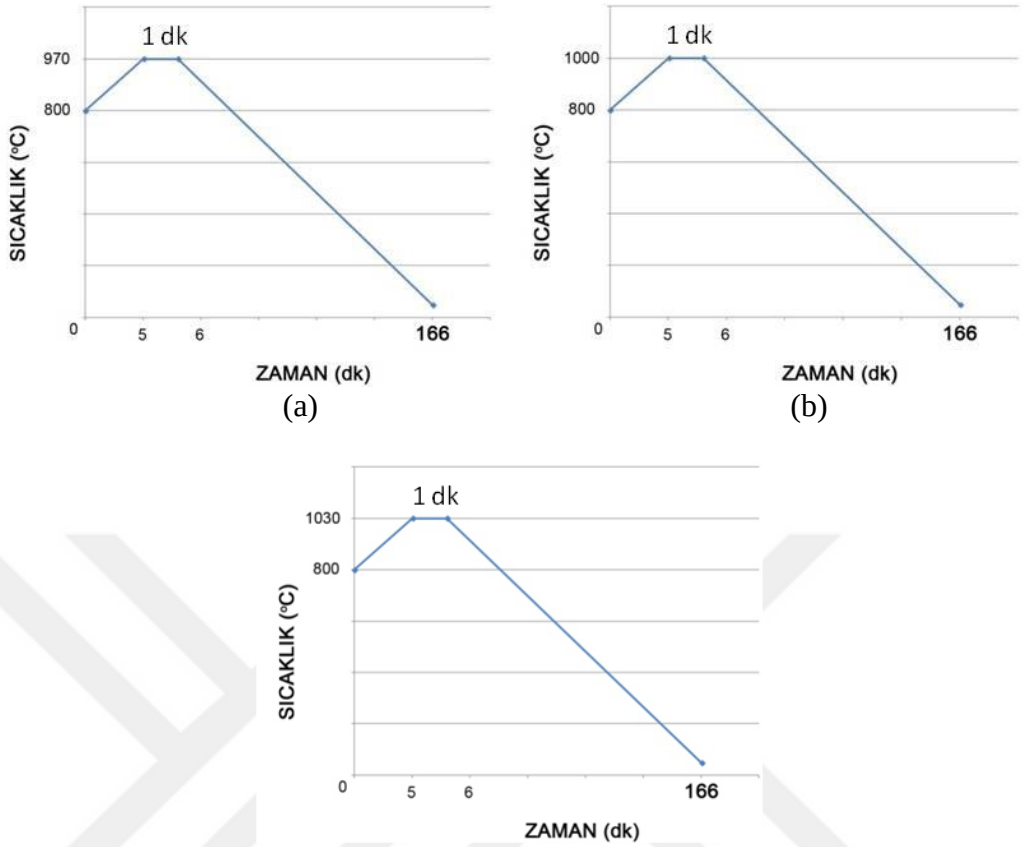


Şekil 2.37. (a) 304L – Ag – Ti ve (b) 304L – Ag – Ti – Ag – 304L numuneleri şematik gösterimi

Zımparalama aşamasından sonra numuneler, Şekil 2.37'de görüldüğü gibi sıralanmıştır. 304L – Ag – 304L ve 304L – Ti – Ag – Ti – 304L düzenlerinde üçer numune, fırında numuneleri sabitleme amacıyla hazırlanan Şekil 2.38'de şematik olarak gösterilen düzenek yardımıyla, Şekil 2.39'da görülen üç farklı fırın rejimine tabi tutulmuştur. Bu düzenek yardımıyla numuneler fırın içerisinde sabitlenirken, tutucunun orta kısmının ince olması sayesinde numunelerin birleştirme bölgesine herhangi bir temastan kaçınılmıştır.



Şekil 2.38. Birleştirme numunelerinin fırında sabitlenmesi için kullanılan numune tutucu ve numunenin (a) önden ve (b) üstten şematik görünümü

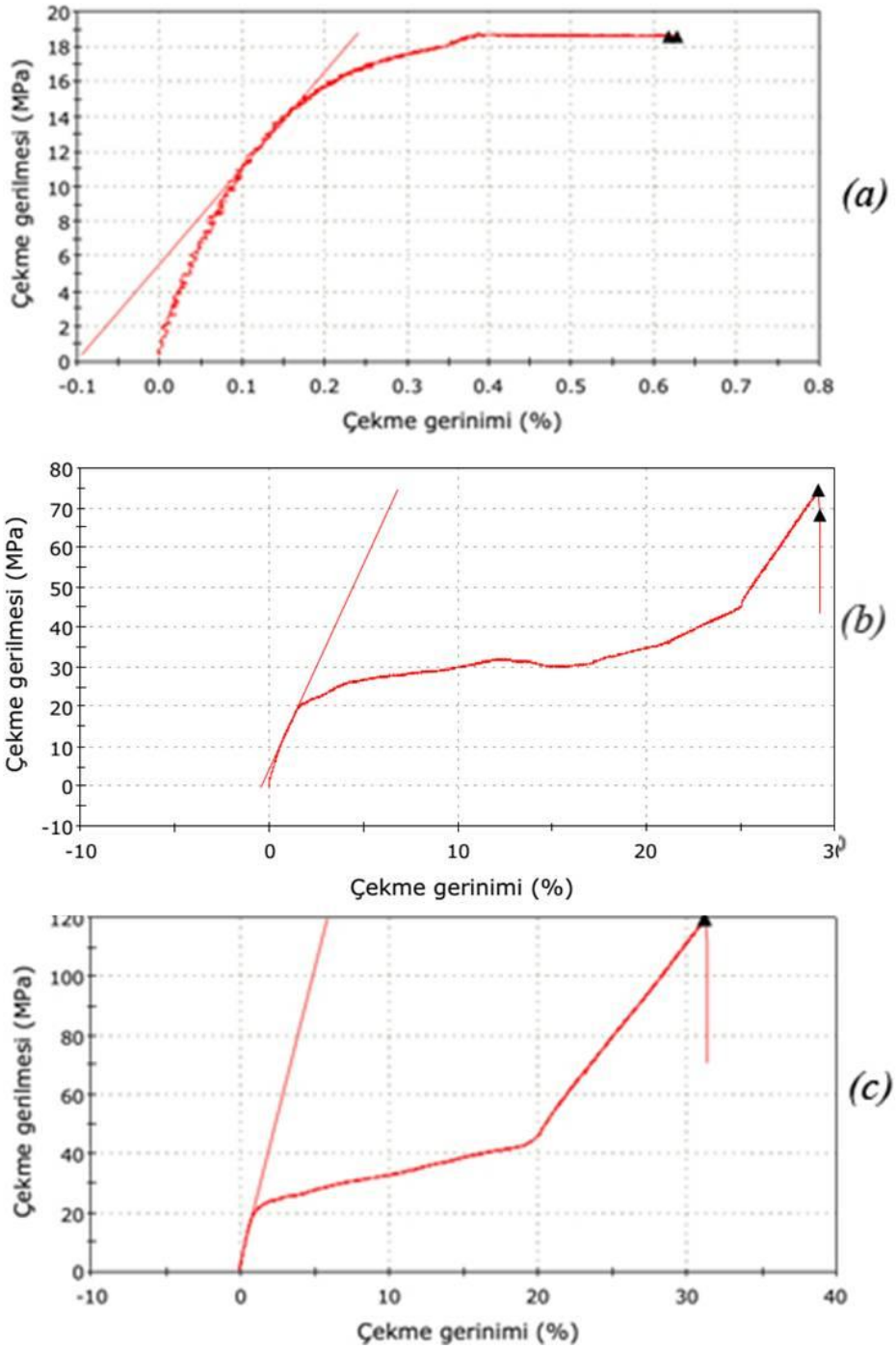


Şekil 2.39. (a) 970 ^{o}C, (b) 1000 ^{o}C ve (c) 1030 ^{o}C sıcaklığa kadar çıkarılan birleştirme numunelerinin tabi tutuldukları fırın rejimleri

Şekil 1.39'da da görüldüğü gibi numuneler 800 ^{o}C'de fırına konulmuş ve 5 dakikada sırasıyla 970 ^{o}C, 1000 ^{o}C ve 1030 ^{o}C sıcaklıklara kadar ısıtılmıştır, ancak fırın rejimi sırasında 1030 ^{o}C ye ısıtılması planlanan numuneler, fırının çalışma prensiplerinden kaynaklanan sapmalar nedeniyle ortalama 1037 ^{o}C sıcaklığa maruz kalmıştır. Bu sıcaklıklarda 1 dakika bekletildikten sonra 2 saat 40 dakikada fırın içerisinde soğumaya bırakılmıştır.

Fırında gördükleri ısıl işlem sonucu birleşmiş olan numunelerin yüzeyleri dikkatlice temizlenerek oksitlerden arındırılmış ve sonrasında çekme testine tabi tutulmuştur. 970 ^{o}C'ye çıkarılarak birleştirilmiş 304L – Ag – 304L ve 304L – Ag – Ti – Ag – 304L numuneleri yeterli derecede birbirlerine bağlanamadıklarından, test verileri alınamadan kopmuştur. Bunun yanı sıra 1037 ^{o}C'de birleştirilmiş olan 304L – Ag – 304L numunesi de, birleşme sırasında ergiyik gümüşün akarak ara yüzeyden uzaklaşması olduğu tahmin edilen sebeple, aynı şekilde kopmuştur. Ölçüm yapılan

numunelerin çekme diyagramları Şekil 1.40'ta, hesaplanan değerler ise Tablo 2.5'te görülmektedir.



Şekil 2.40. (a) 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – 304L, (b) 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L ve (c) 1030 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L birleştirme numuneleri çekme diyagramları

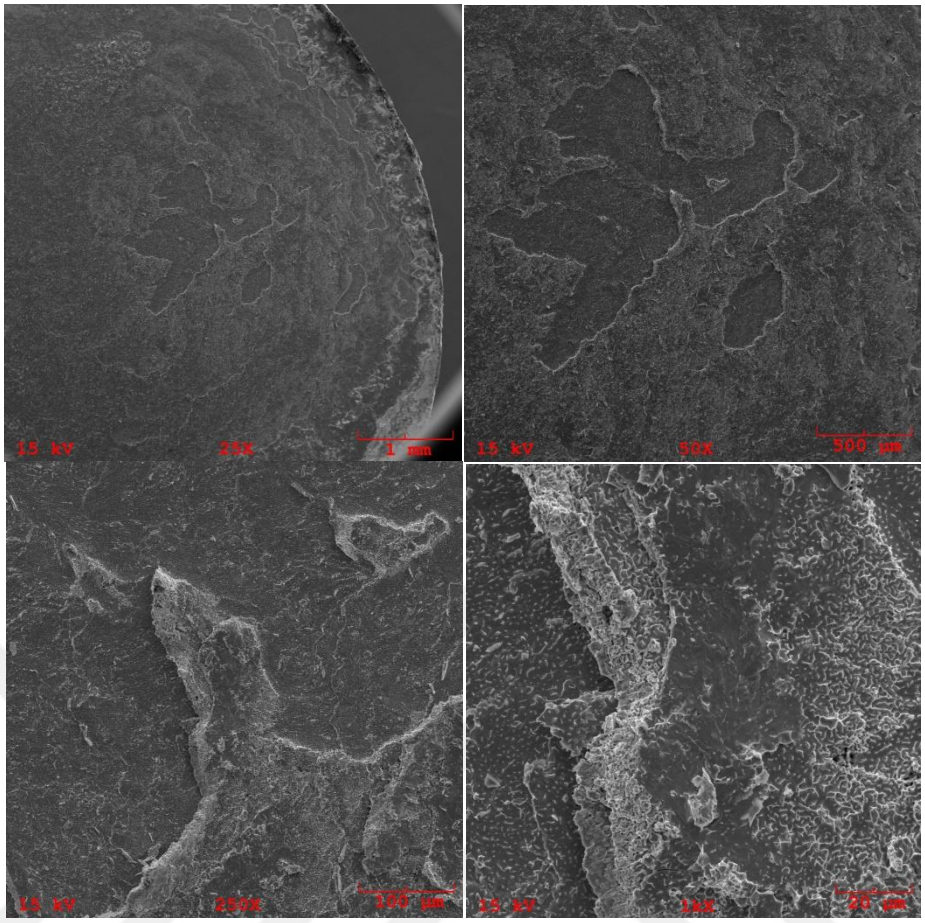
Tablo 2.5. 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – 304L, 1000 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L ve 1030 ^{o}C'de birleştirilmiş 304L – Ag – Ti – Ag – 304L birleştirme numunelerinin çekme testi sonucu ölçülen çekme mukavemetleri

	Numuneler		
Mekanik Özellikler*	**304L – Ag – 304L, 1000 ^{o}C**	**304L – Ag – Ti – Ag – 304L, 1000 ^{o}C**	**304L – Ag – Ti – Ag – 304L, 1037 ^{o}C**
Çekme Gerilmesinde Çekme Dayanımı (N/mm^2)	18,62	74,48	119,19

* Şekil 1.40'taki diyagramların birer sonucu olarak

Çekme testi sonuçları göstermektedir ki 1000 ^{o}C ve 1037 ^{o}C'de yapılan ve cam metal birleştirmesi için ön numune olan 304L – Ag – Ti – Ag – 304L metal – metal birleştirmeleri başarı ile gerçekleştirilmiştir. 1037 ^{o}C'de birleştirilen numune aşırı derecede oksitlendiğinden, sonraki çalışmalar için, çekme testi sonucu kabul edilebilir mekanik sonuçlar veren 1000 ^{o}C'ye çıkılan fırın rejiminin (Şekil 1.39.b) kullanılmasına karar verilmiştir.

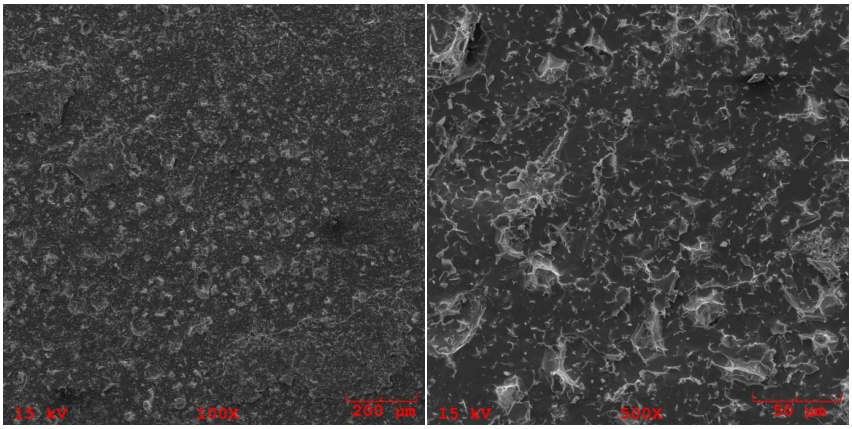
Çekme testi sonrası numuneler gümüş bölgesinden kopmuştur. 1000 ^{o}C'ye kadar çıkarılan çekme numunesi ele alındığında kopma sonrası üzerinde Ti katman bulunan ve bulunmayan olmak üzere iki parça SEM ile incelenmiştir. Şekil 1.41'de 1000 ^{o}C'ye çıkarılan numunenin çekme testi sonrası kopması sonucu, üzerinde Ti olmayan parçası SEM görüntüleri bulunmaktadır.



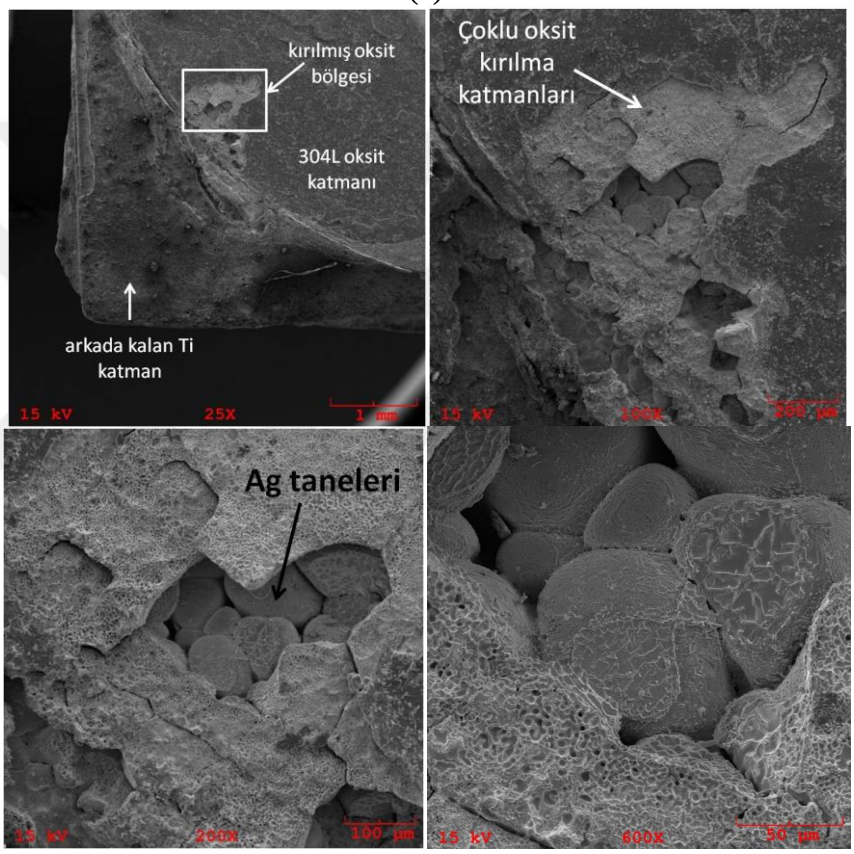
Şekil 2.41. 1000 ^{o}C'ye kadar çıkarılmış çekme numunesinin kopan, üzerinde Ti bulunmayan parçası SEM görüntüleri (15kV, sekonder elektron kontrastı)

Şekil 1.41'de görülen SEM görüntülerinde 304L üzerinde kalan Ag ara katman görülmektedir. Plastik deformasyon davranışı yüksek olan gümüş sünek kırılma karakteristiği göstererek, peteksi dokular oluşturmuştur. Bir kısmı 304L üzerinde kalmış olmasının yanı sıra, diğer parçada kalan kısımlar nedeniyle yer yer çukurlara rastlanmaktadır.

Şekil 1.42'de ise çekme yine 1000 ^{o}C'ye çıkarılarak birleştirilmiş numunenin, çekme testi sonucu kopmuş, üzerinde Ti katmanı bulunan diğer parçanın SEM görüntüleri görülmektedir.



(a)



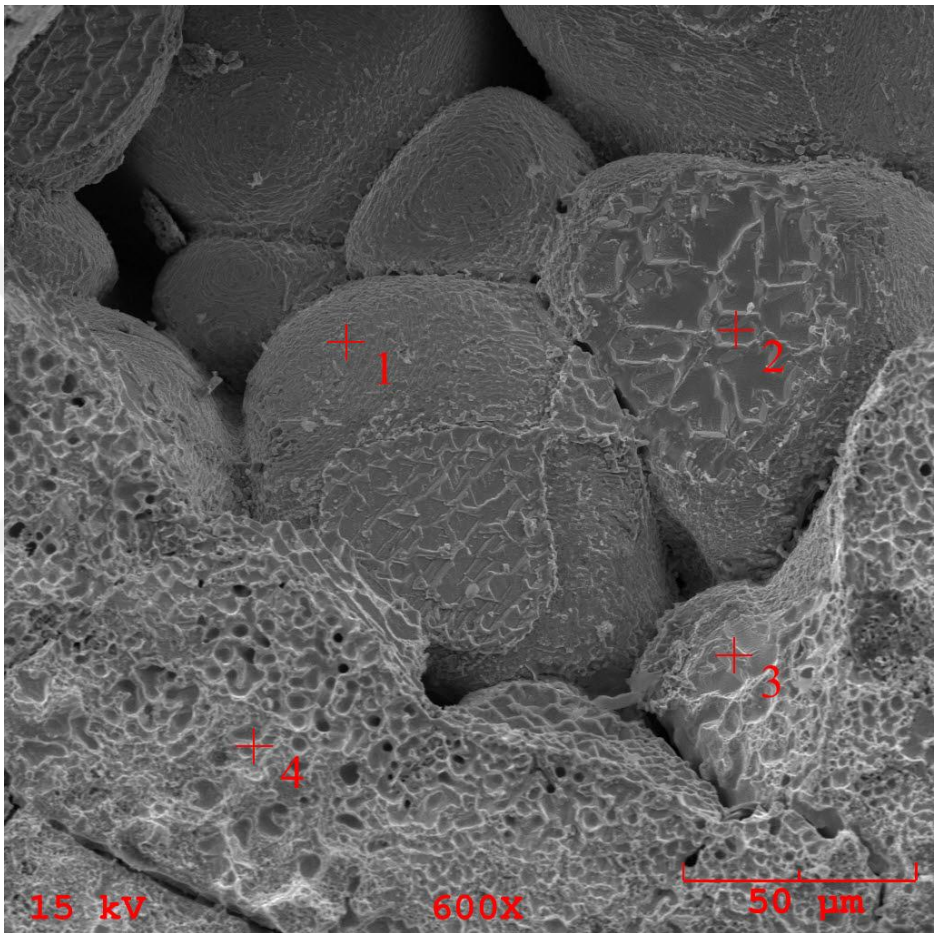
(b)

Şekil 2.42. 1000 ^{o}C'ye kadar çıkarılmış çekme numunesinin kopan, üzerinde Ti bulunan parçası (a) orta bölge, (b) kenar bölge SEM görüntüleri (15kV, sekonder elektron kontrastı)

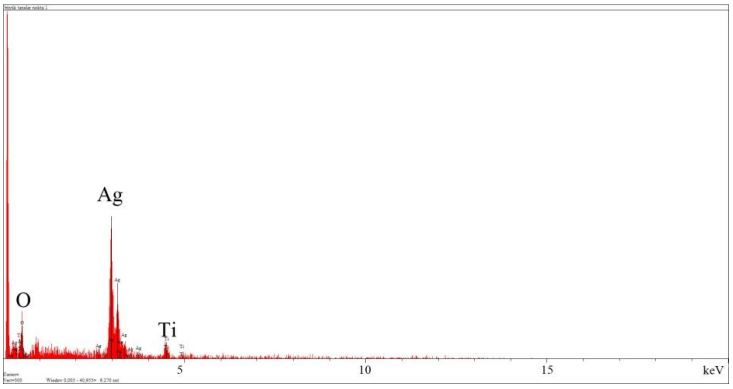
Şekil 2.42'de görülen SEM görüntülerinde orta bölge incelendiğinde, numunenin diğer kopan parçasındakine benzer, sünek karakteristiğin göstergesi olan peteksi dokular görülmektedir. Kenar bölgede ise kırık bir bölge dikkat çekmektedir. Bu bölgede çoklu kırılma katmanları gözlemlenmektedir. Daha kırılgan ve oksitleri andıran bir kırılma karakteristiği gösteren bu katmanların ardında iri gümüş taneleri bulunmaktadır. Bu görüntüler ara katman olarak kullanılan gümüşün, birden fazla

katmandan oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca kopma da yine görüntülerden anlaşılacağı üzere, gümüşün oksit görünümünde olan bu katmanından gerçekleşmiştir.

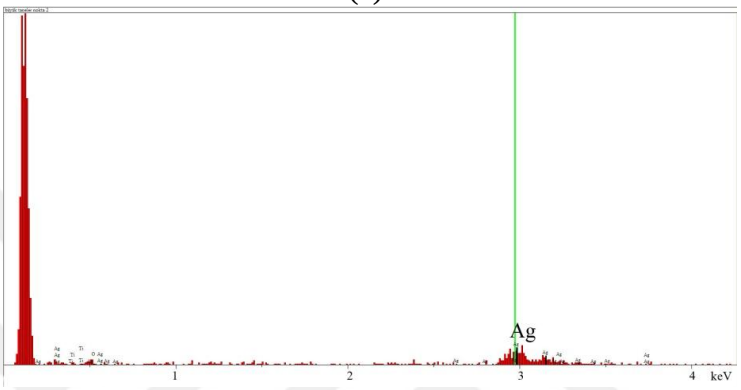
Şekil 2.43'te Şekil 2.42.b'de görülen çoklu kırılma katmanlarının incelenmesi amacıyla yapılan EDS nokta analizinde, analizlerin alındığı noktalar gösterilmiştir. Bu noktaların EDS analizleri ise Şekil 2.44'te görülmektedir.



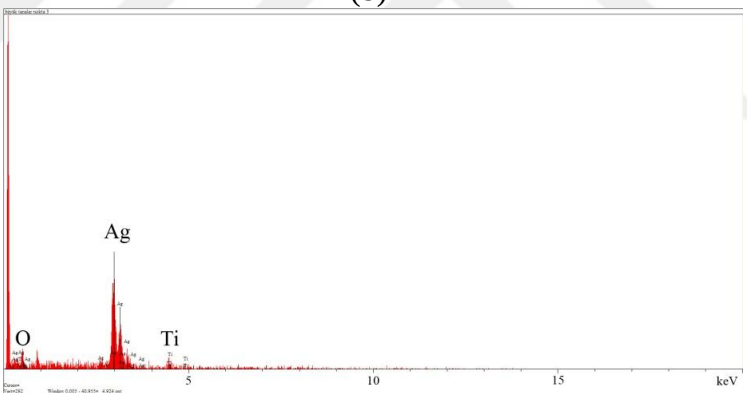
Şekil 2.43. Çekme numunesi üzerinde Ti olan parça çoklu kırılma katmanları EDS analiz noktaları



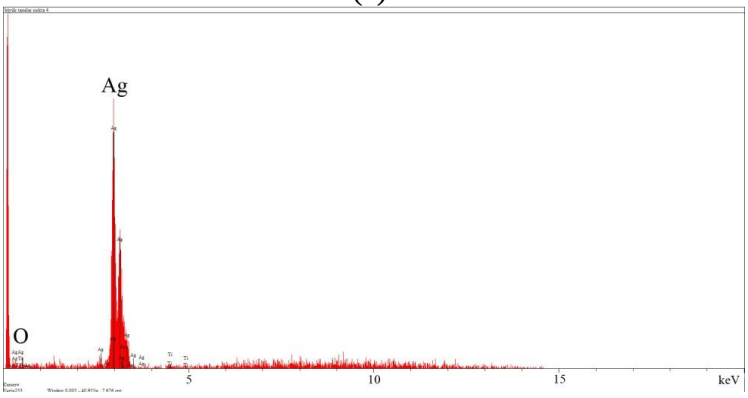
(a)



(b)



(c)

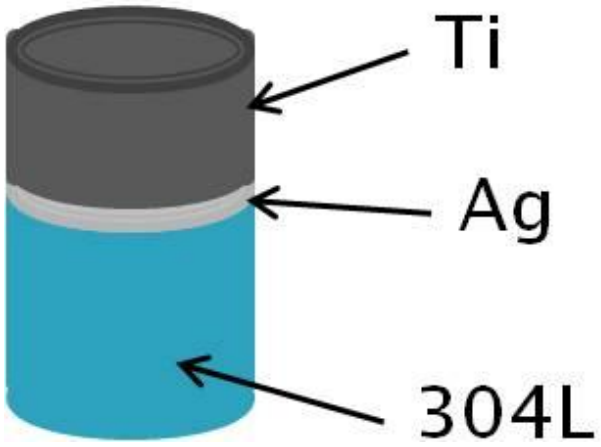


(d)

Şekil 2.44. Çekme numunesi üzerinde Ti olan parça üzerinde Şekil 2.43'te gösterilen noktaların EDS analizleri

Şekil 2.44'teki analizler incelendiğinde ağırlıklı gümüş oranlarının yanı sıra oksijen sinyalleri de alınmıştır. Bu durum bu bölgede oksit katmanı varlığını doğrulamaktadır. Noktalar arasında yükseklik farkları olduğundan ötürü sinyal seviyeleri değişmektedir.

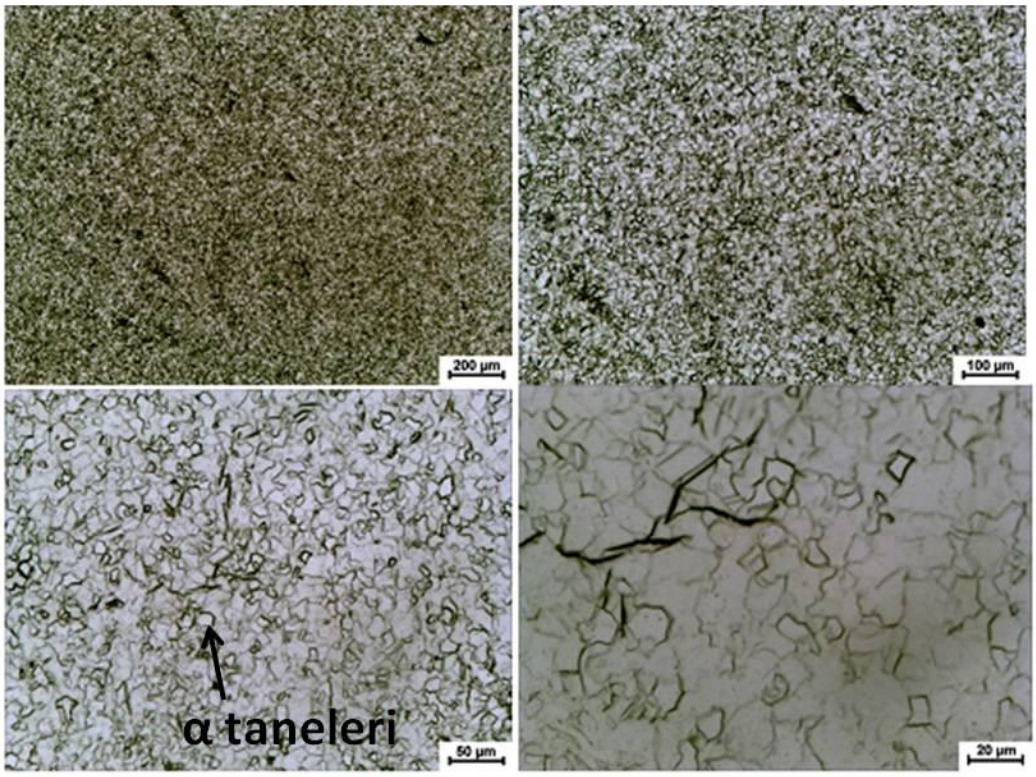
Şekil 2.39.b'de görülen fırın rejimi kullanılmak üzere yeni numuneler hazırlanmıştır. Diğer birleştirme numuneleri gibi burada da metaller 1000'lik zımparalama kademesine kadar hazırlanmıştır. 304L – Ag – Ti kombinasyonunda iki numune birleştirme amaçlı hazırlanmış (Şekil 2.45), aynı sırada bir adet 304L ve bir adet Ti numune birbirine temas etmeyecek konumda fırına konmak üzere, mikro yapının fırın rejiminden, birleştirme etkisi olmadan nasıl değiştiğini incelemek amacıyla hazırlanmıştır. Hazırlanan iki birleştirme numunesi, 304L ve Ti fırına konmuş ve fırın rejimine tabi tutulmuşlardır. Bunun yanı sıra fırına konmadan incelenmek üzere bir adet 304L ve bir adet Ti numune zımparalanıp parlatılmıştır. Fırın işlemi bittikten sonra birleştirme numunelerinden biri soğuk kalıba alıp birleştirme yönünün dikine kesilmiştir. Kesit metalografik zımparalama ve parlatma sonucu optik mikroskopta incelenmeye hazır hale getirilmiştir. Aynı şekilde 304L ve Ti numuneler de hazırlanmıştır. Fırından alınan diğer birleştirme numunesinin ise, soda kireç silikat camı ile birleştirme amacıyla, üstünde kalan Ti plakası 1000 mesh'lik kademeye kadar zımparalanmıştır.



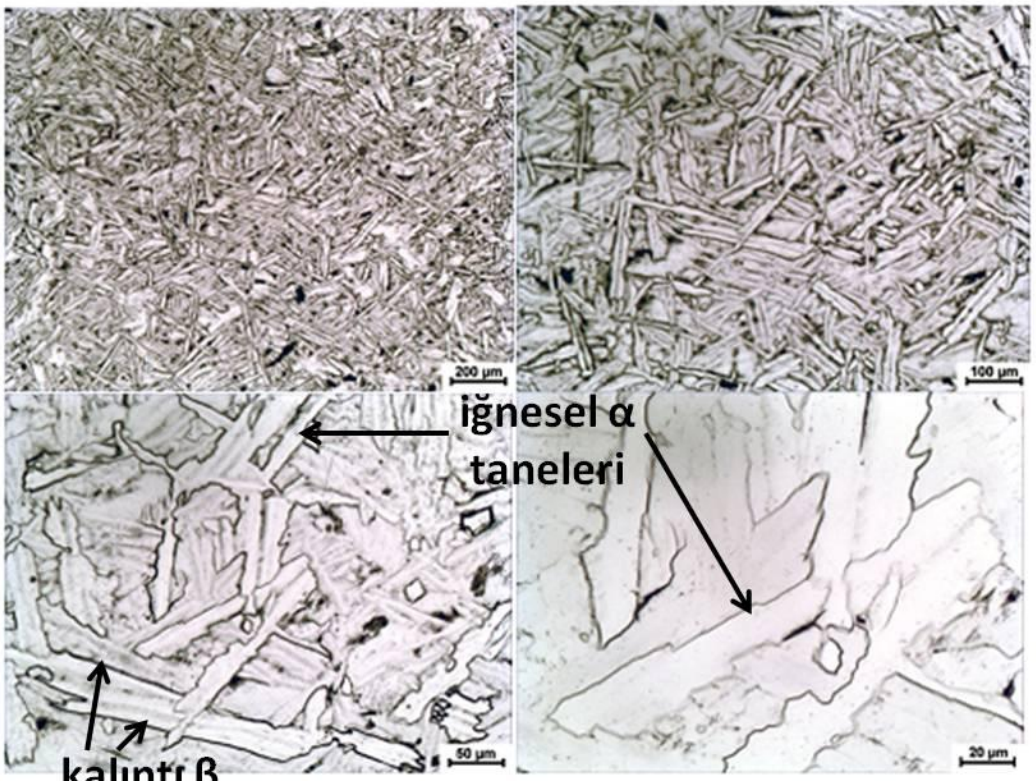
Şekil 2.45. Mikroskobik inceleme amaçlı hazırlanmış 304L – Ti – Ag birleştirme numunesi şematik gösterimi

Mikroskobik inceleme amaçlı hazırlanan 304L – Ti – Ag numunesi, 11 mm çaplı 7,5 mm uzunluğunda 304L çubuk, 12,7 mm çaplı 9,5 mm uzunluğunda Ti çubuk ve birleştirme ara yüzeyini kaplayacak boyutlarda kesilmiş, 0,15 mm kalınlığında gümüş folyo kullanılarak Şekil 2.39.b'deki fırın rejimi ile birleştirilmiştir. Bu metal – metal birleştirme numunesiyle aynı ısıl işlemi görmüş ve ısıl işlem görmemiş Ti (Şekil 2.46) ve 304L (Şekil 2.47) numunelerinin optik mikroskop görüntüleri incelenmiştir.

Şekil 2.46.a incelendiğinde ısıl işleme tabi tutulmamış olan titanyumun eş eksenli alfa taneleri (beyaz) görülmektedir. Şekil 2.46.b'deki birleştirme fırın rejimine tabi tutulmuş titanyumda ise iğnesel alfa plakaları (beyaz) ve alfa plakaları arasında kalıntı beta (siyah) görülmektedir [52].



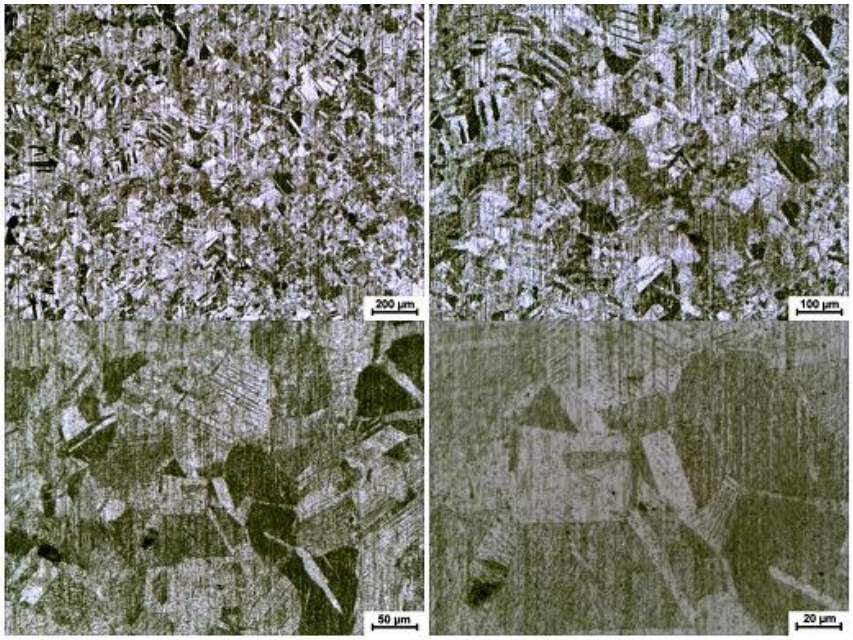
(a)



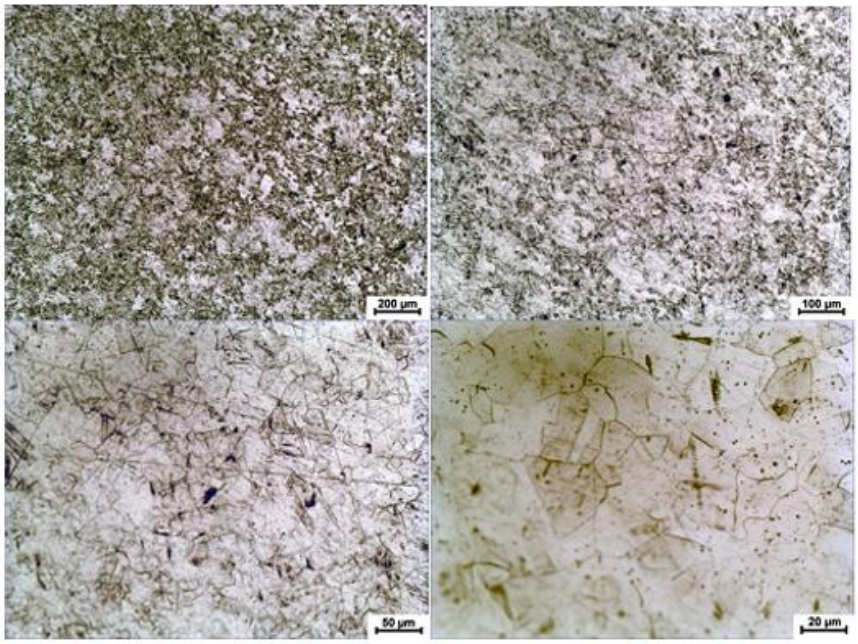
(b)

Şekil 2.46. (a) Isıl işlem görmemiş ve (b) birleştirme numunesi ile birlikte fırına konmuş Ti numunesi aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri (kroll 90s)

Birleştirme numunesi ile aynı fırın rejimine tabi tutulmuş ve ısıl işlem görmemiş 304L numunesi Şekil 2.47'de görülmektedir. Şekil 2.47.a'da eş eksenli östenit taneleri ve taneler içerisinde ikizlenme yapıları görülmektedir [52]. 2.47.b incelendiğinde ise fırın rejimine tabi tutulan 304L mikro yapısında ikizlenmelerin büyük miktarda azaldığı gözlenmektedir.



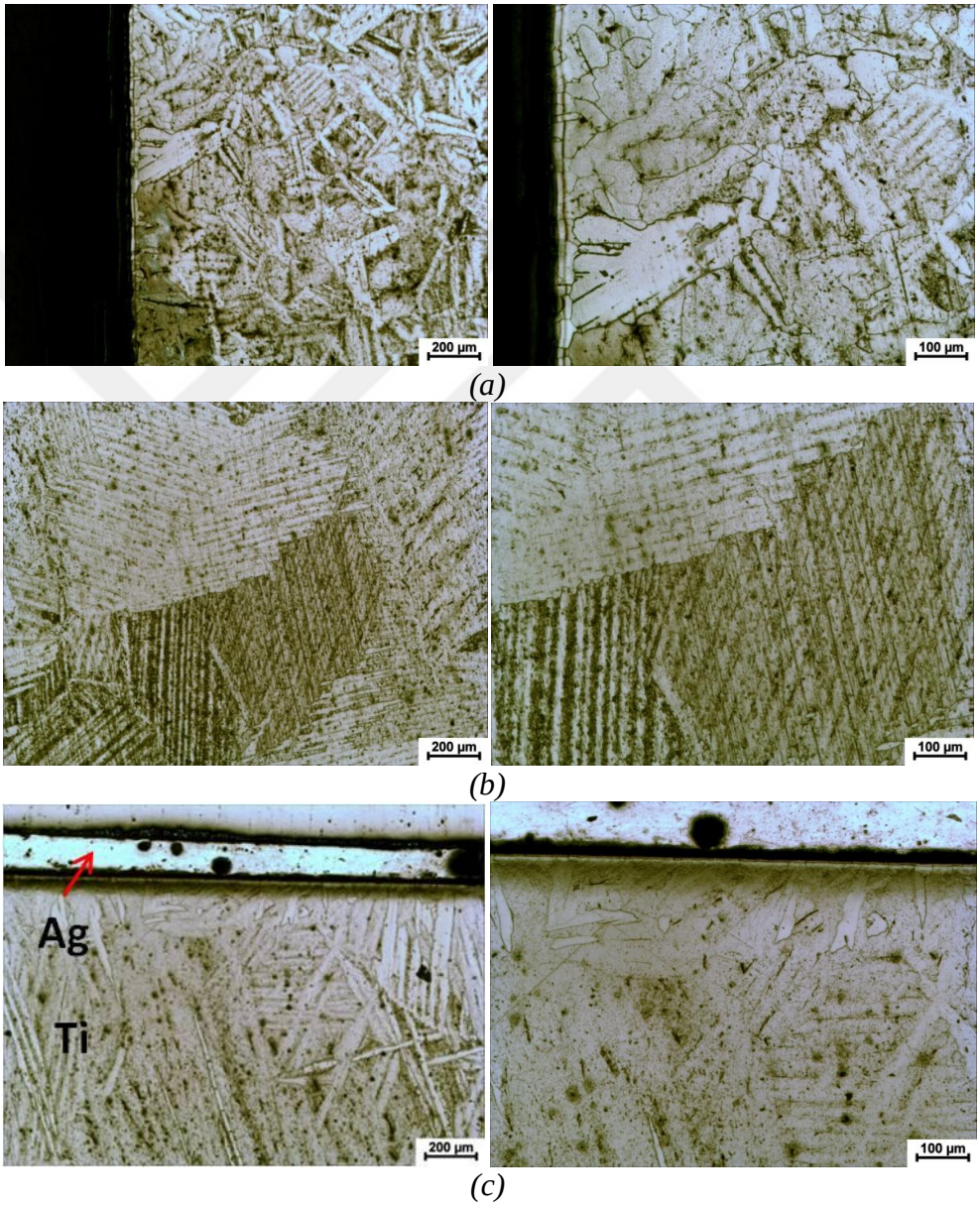
(a)



(b)

Şekil 2.47. (a) Isıl işlem görmemiş ve (b) birleştirme numunesi ile aynı ısıl işlemi görmüş 304L numuneleri aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri (marble 30s)

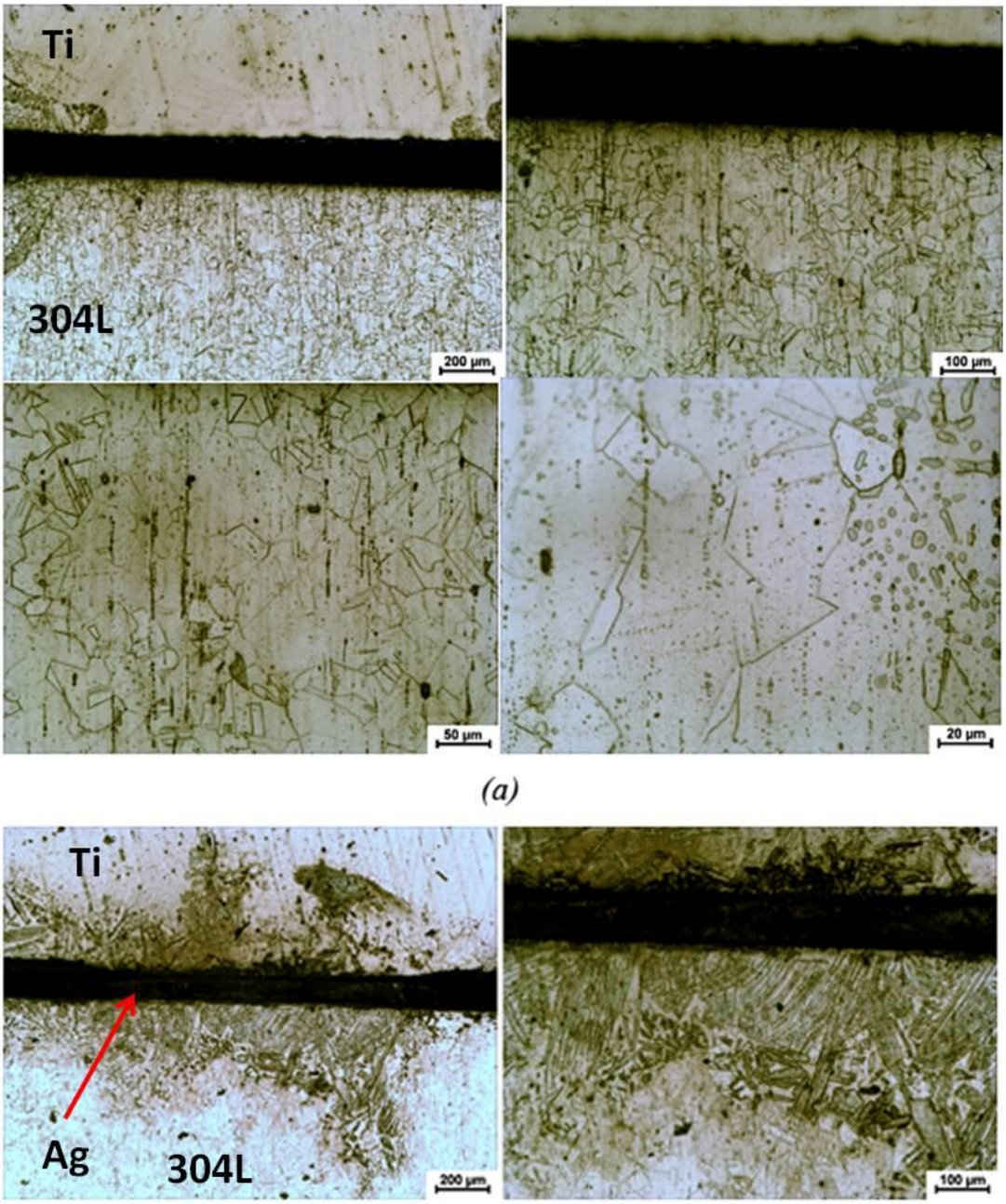
Metalografik hazırlanmış olan metal – metal birleştirme numunesi önce 304L bölgesinin gözlemlenmesi amacıyla dağlanıp optik mikroskopta incelenmiş, daha sonra metalografik zımparalama ve parlatma aşamaları uygulanmış ve titanyum bölgesinin incelenmesi amacıyla bir dağlama yapılıp tekrar optik mikroskopta gözlemlenmiştir. Şekil 2.48'de bu birleştirme numunesinin titanyum kısmının optik mikroskop görüntüleri görülmektedir.



Şekil 2.48. Birleştirme numunesi titanyum bölgesi (a) kenar, (b) orta ve (c) titanyum – gümüş ara yüzeyi aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri (Kroll 90s)

Şekil 2.48 incelendiğinde, βTi bölgesinden soğuyan birleştirme numunesinde hava ortamında yapıda N ve O elementleri çözünmesi sonucu Widmanstätten α oluşumu görülmektedir. Şekil 2.48.b.'de safsızlıklar ve plakaması α tanelerinin arasında sıkışması nedeniyle βTi yapısının mevcut olduğu görülmektedir. Şekil 2.48.a ve 2.48.b incelendiğinde hava ile temas eden dış kısımlarda Widmanstätten αTi oluşumu daha fazla, plakalar arası βTi fazının ise oldukça az olduğu görülmektedir. Havada bulunan O ve N'nin αTi stabilize eden elementler olduğu ve görece hızlı soğumanın α fazını plaka tipine doğru dönüştürdüğünden daha önce bahsedilmişti (Bkz: Bölüm 1.5.3.2).

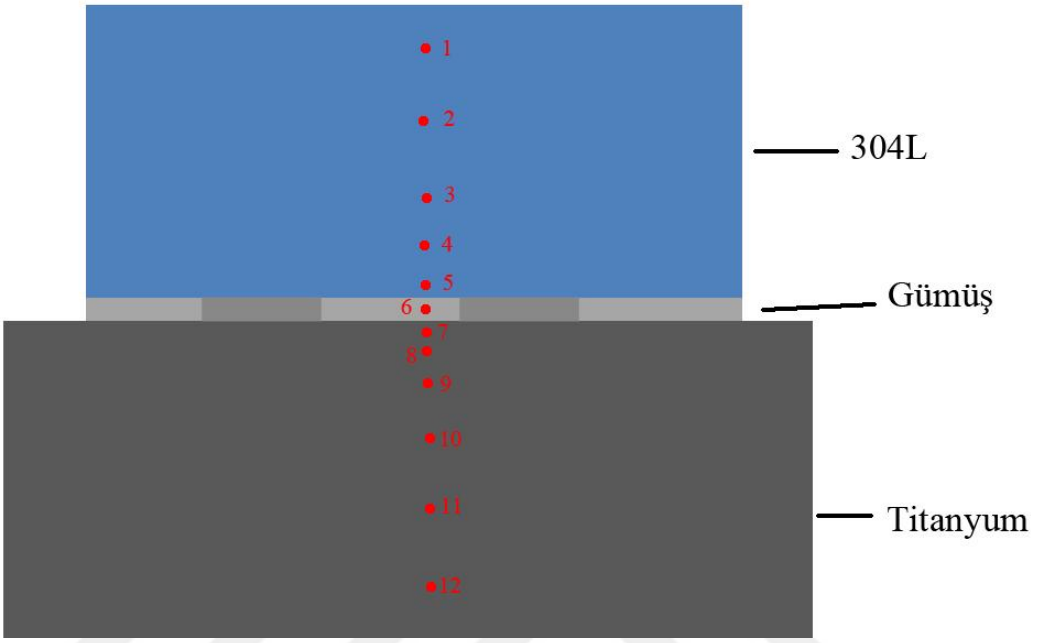
Birleştirme numunesinin 304L kısmının incelenmesi için oksalik asit çözeltisi içerisinde farklı parametrelerle elektrolitik dağlamalar denenmiştir. 9V'luk gerilimde 40 saniye ve 15V'luk gerilimde 60 saniye dağlama denemelerinde istenen görüntülere ulaşılmıştır (Şekil 2.49). Gümüş 1000 ^{o}C'da sıvı halde olduğundan, birleştirme numunesinde kimi bölgelerde gümüş akarak ortamdan uzaklaşmıştır. Şekil 2.49.a'da birleştirme numunesinin gümüşsüz bölgesinden, 2.49.b'de ise gümüşlü bölgesinden alınan aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri verilmiştir.



Şekil 2.49. Birleştirme numunesi (a) oksalik asit 9V 40 saniye elektrolitik dağlama sonrası 304L ara yüzeyi gümüşsüz bölge, (b) oksalik asit 15V 60 saniye elektrolitik dağlama sonrası 304L ara yüzeyi gümüşlü bölge aydınlık alan optik mikroskop görüntüleri

Şekil 2.49.a'da 9V'ta 40 saniye boyunca yapılan elektrolitik dağlama sonucu 304L ortaya çıkan östenit tane sınırları görülmektedir. Şekil 2.49.b'de ise 15V'ta 60 saniye boyunca yapılan elektrolitik dağlama sonucu, gümüşlü bölgede görülen fark ise gümüşün bir miktar oksalik asit içerisinde çözünüp, Ti ve 304L üzerine kaplanması nedeniyledir. Bu gümüş parlatma işlemini bir süre daha yaparak engellenmiştir.

304L – Ag – 304L numunesi optik mikroskop görüntüleri alındıktan sonra tekrar parlatılarak Vickers sertlik testine tabi tutulmuştur. Sertlik testi yapılan bölgelerin şematik gösterimi Şekil 2.50'de verilmiştir.



Şekil 2.50. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi ve Vickers sertlik testi yapılan bölgelerin şematik gösterimi

Şekil 1.50'de gösterilen numaralandırılmış noktaların Vickers sertlik değerleri Tablo 2.6'da verilmiştir. Sertlik testleri 0,5 kg-f yük kullanılarak yapılmıştır.

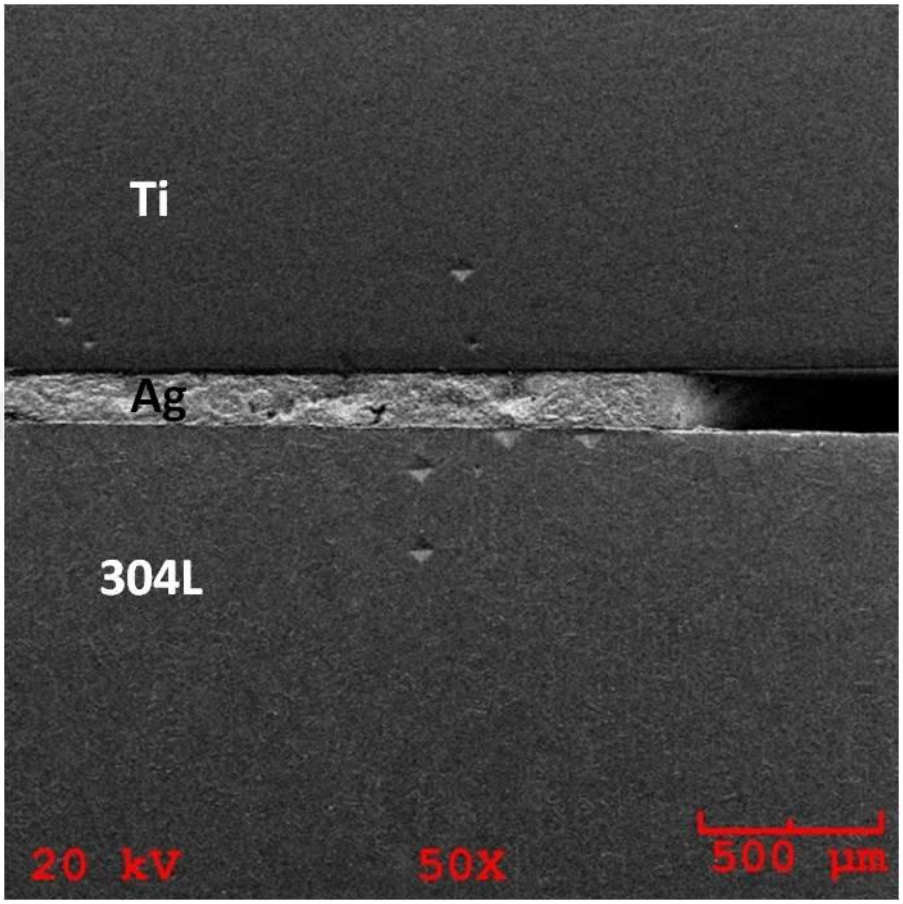
Tablo 2.6. Şekil 1.12'de numaraları verilen noktaların 0,5 kg-f yük kullanılarak ölçülmüş Vickers sertlik değerleri(HV)(1-5 arası değerler 304L'ye, 6 gümüşe, 7-12 arası değerler ise titanyuma aittir)

Sertlik İz No	Vickers Sertlik Değerleri (HV)	Sertlik İz No	Vickers Sertlik Değerleri (HV)
1	141,8	7	290,5
2	127	8	168,4
3	141,8	9	144,2
4	149,3	10	156,4
5	146,5	11	152,0
6	29,1	12	160,1

Tablo 2.6'daki Vickers sertlik değerleri, Şekil 1.50 üzerinden incelendiğinde görülmektedir ki, 304L numune üzerinde alınan ölçümler birleştirme ara yüzeyine

olan uzaklığa göre anlamlı bir değişme göstermemektedir. Titanyum sertlik değerleri ise gümüş – titanyum ara yüzeyine yaklaştıkça artmaktadır. Bu durum gümüşün difüzyonundan kaynaklanıyor olabilir. 6 numaralı değer ise gümüşün sertliğinin titanyum ve 304L'ye oranla oldukça düşük olduğunu göstermektedir.

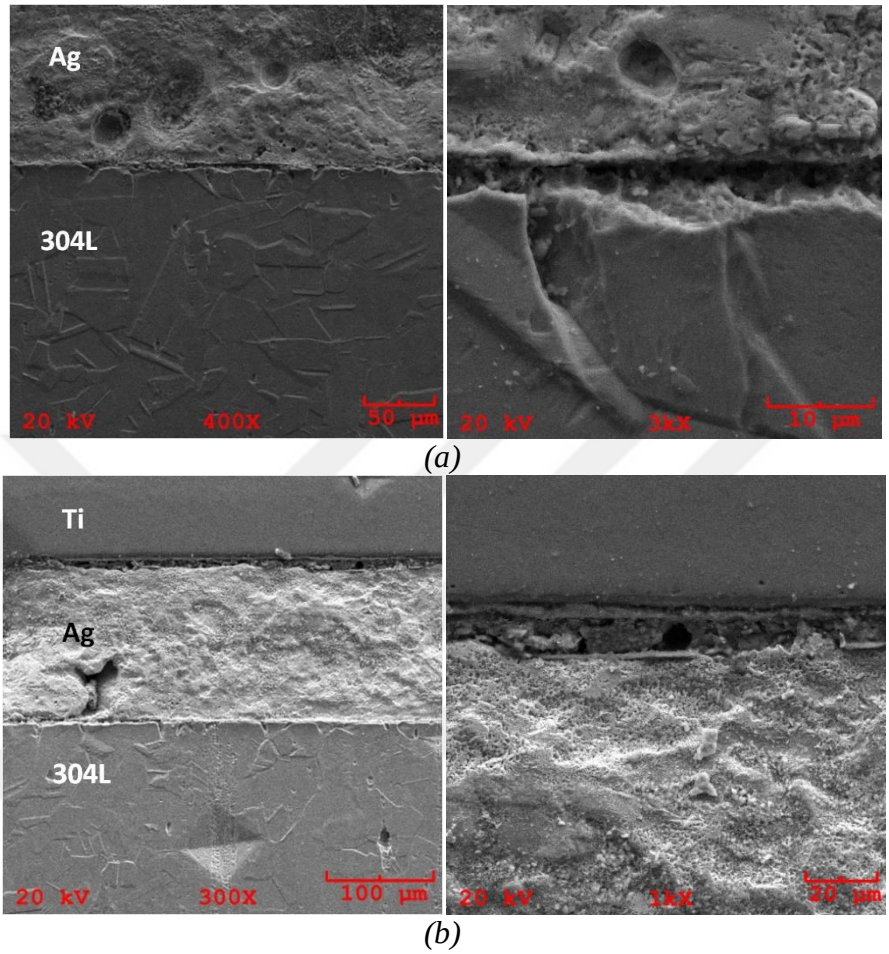
304L – Ag – Ti numunesi sertlik testinden sonra tekrardan 15 V gerilim altında, oksalik asit çözeltisi kullanılarak 60 saniye dağlanmış ve yüzeyi temizlenmiştir. Numune SEM ile incelenmek üzere tutucuya yerleştirildikten sonra, kalıbın numune üzerindeki akımı yalıtmasını önlemek amacıyla karbon bant kullanılmıştır.



Şekil 2.51. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi (304L alt, gümüş orta, Ti üst) genel SEM görüntüleri (20 kV, sekonder elektron kontrastı)

Şekil 2.51'deki SEM görüntüleri incelendiğinde, titanyum – gümüş ve 304L'nin genel hatlarıyla birleşme profilini görebilmekteyiz. Numune SEM ile inceleme öncesi belirtilen parametreler ile dağlandığı için 304L tane sınırları da görülmekte. Bunların yanı sıra büyütme oranları yükseldikçe 304L ve titanyumun gümüş ile

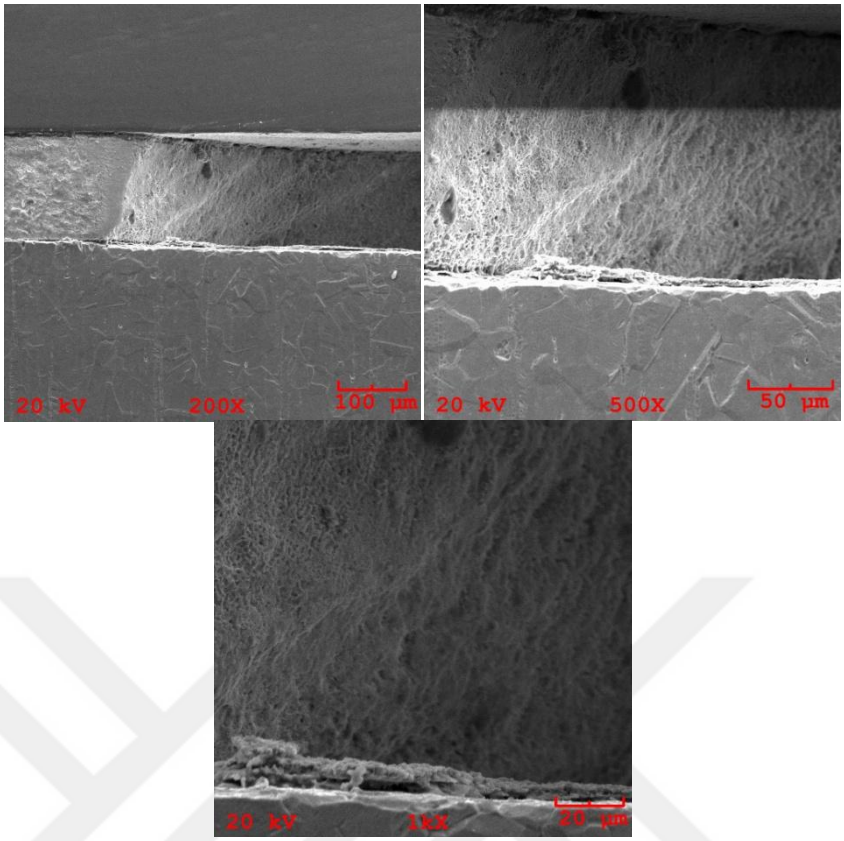
arasında farklı oluşumların varlığı da gözlemlenebilir hale gelmektedir. Bu bölgelerin incelenmesi amacı ile alınan görüntüler Şekil 2.52'de verilmiştir.



Şekil 2.52. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi (a) 304L – Ag, (b) Ti – Ag ara yüzeyi SEM görüntüleri (20 kV, sekonder elektron kontrastı)

Şekil 2.52'de hem 304L'nin hem de titanyumun gümüş ile birleşme ara yüzeyinde farklı morfolojiye sahip katmanlar görülmektedir. Bu durum birleşme sırasında gerçekleşen reaksiyonlar sonucu gerçekleşmiş olabilir. Her iki katman da kırılgan birer yapıya benzemektedir. Bu bölgeler için daha sonra EDS nokta analizleri yapılmıştır.

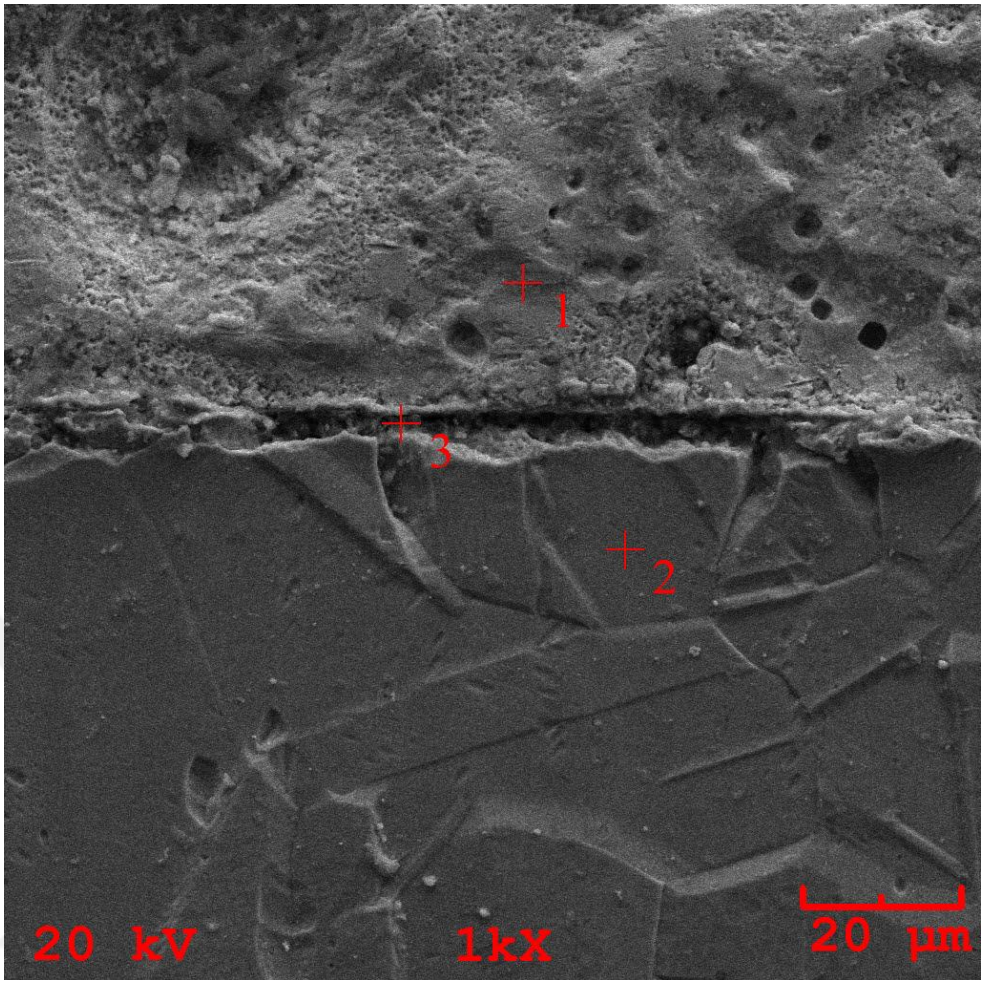
Şekil 2.53'te gümüş ara katmanı, akarak ara yüzeyden uzaklaştığı bölge ile beraber incelenmesi amacıyla alınan SEM görüntüleri görülmektedir.



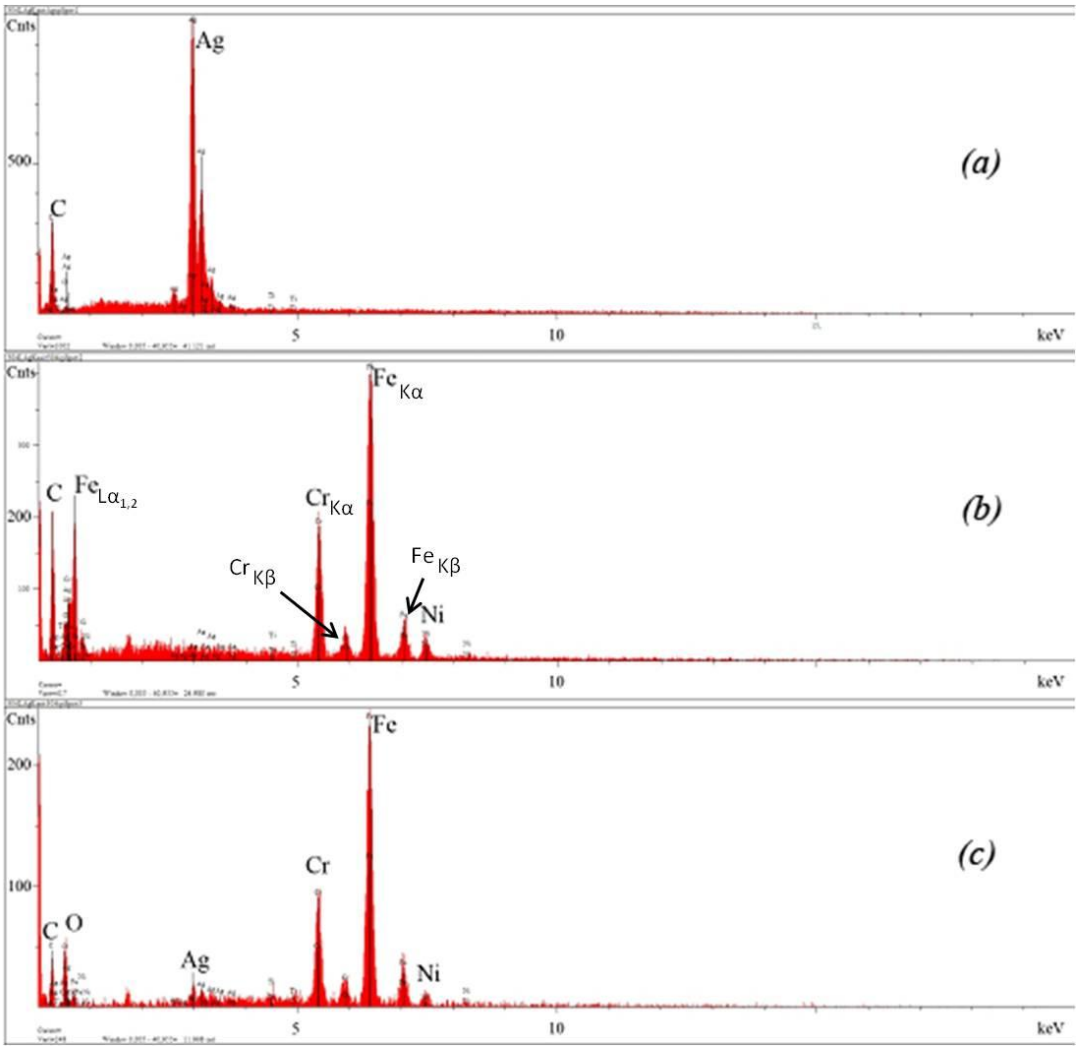
Şekil 2.53. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi gümüş ara katmanı ve birleştirme sırasında ara yüzeyden uzaklaşmış olan bölge SEM görüntüleri (20 kV, sekonder elektron kontrastı)

Şekil 2.53'te büyütme oranları arttıkça gümüşün yalnızca kesit yüzeyinin değil, iç yüzeyinin de pürüzlü bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bu durum gümüşün kesit bölgesinin pürüzlü oluşunun, numune kesilirken deforme olup kopmasından ziyade, birleştirme işlemi sırasında sıvı hale geçmesinden ve dengesiz yük ve akışkanlıktan kaynaklandığını göstermektedir. Bunun yanı sıra görüntülerde, Ti – Ag ara yüzeyinde görülen ara katmanın, gümüşsüz bölgede görülmediğini, 304L'de ise gümüş uzaklaşmasına rağmen ara katmanın yüzeyden uzaklaşmadığını görebilmekteyiz.

Gümüşün, titanyum ve 304L ile birleşme ara yüzeylerinde oluşan katmanların incelenmesi amacıyla EDS nokta analizleri yapılmıştır. Şekil 2.54'te 304L – Ag kesiti ve EDS analizlerinin yapıldığı noktalar, Şekil 2.55'te ise 304L – Ag kesitinde belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları görülmektedir.



Şekil 2.54. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi, 304L – Ag kesit bölgesi EDS analiz noktaları

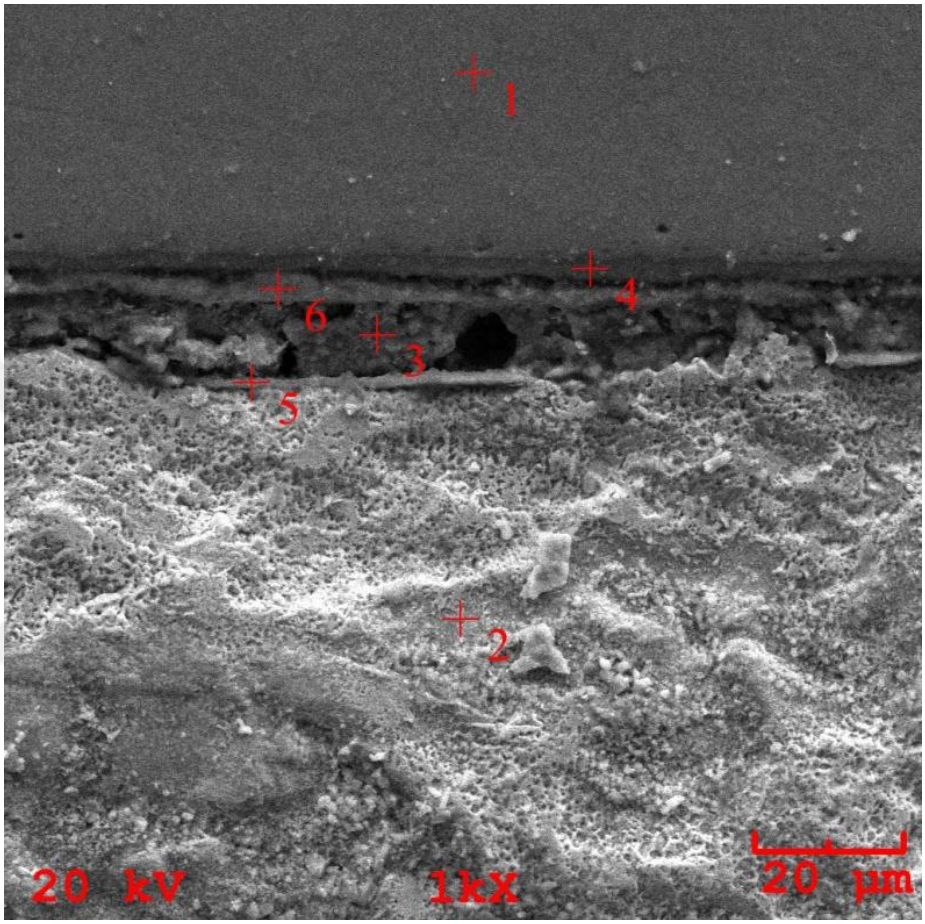


Şekil 2.55. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi 304L – Ag kesiti EDS analizleri (Noktalar Şekil 2.54'te görülmektedir. (a) nokta 1, (b) nokta 2 ve (c) nokta 3'e ait analizlerdir.)

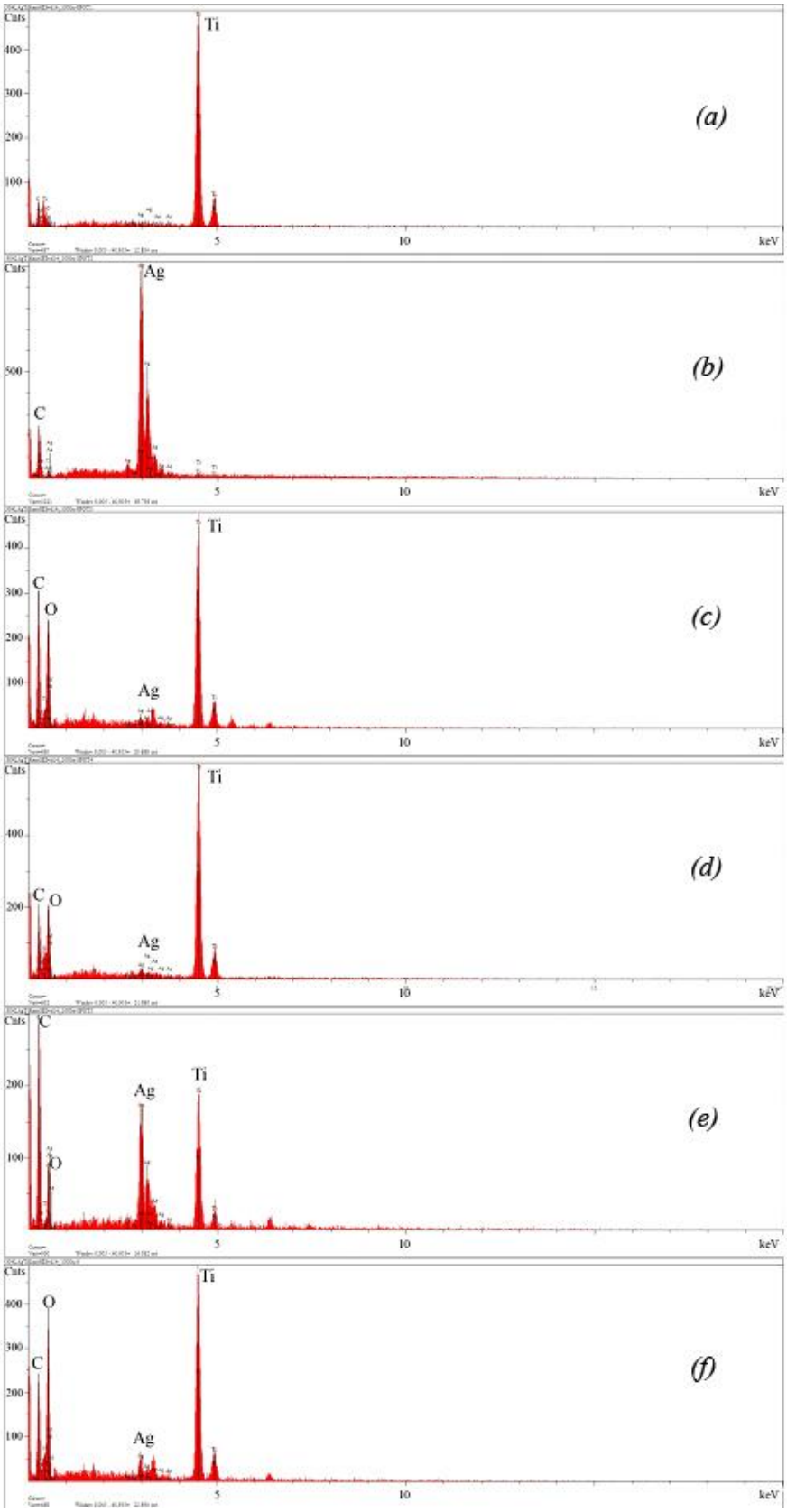
Şekil 2.55'teki EDS analizleri incelenirse; Ag bölgesi içerisinde bulunan nokta 1'den alınan verilerde, Ag dışında analize yansıyarak varlığını gösterecek miktarda pik oluşturabilen C dışında bir element görülmemektedir. 304L yapısında C oranı oldukça düşüktür (% 0,03). Gümüş ve titanyum ise ticari saflıktadır. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesinde gümüş, daha önce de anlatıldığı gibi, sürekli ve pürüzsüz bir durumda bulunmamaktadır. Bu nedenle, yüzey temizleme amacı ile kullanılmış olan alkolün burada kalmış olma ihtimali vardır. Buradaki C'nin kaynağının da alkol olduğu düşünülmektedir. 304L bölgesinde kalan nokta 2'den alınan sonuçlara bakıldığında ise yine 304L yapısında bulunanlar dışında bir element görülmemektedir. 304 ve Ag arasındaki bölgede kalan nokta 3'te ise ise 304L

yapısında bulunan Fe, Cr ve Ni dışında Ag ve O da bulunmaktadır. Ag ve 304L arasında bulunan bu bölgede metal oksitler bulunuyor olabilir.

Şekil 2.56'da numunenin Ti – Ag kesiti EDS analiz noktları ve Şekil 2.57'de ise bu noktaların EDS analizi sonuçları verilmiştir.



Şekil 2.56. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi, Ag – Ti kesit bölgesi EDS analiz noktaları



Şekil 2.57. 304L – Ag – Ti birleştirme numunesi Ag - Ti kesiti EDS analizleri (Noktalar Şekil 1.18'de görülmektedir. (a) nokta 1, (b) nokta 2, (c) nokta 3, (d) nokta 4, (e) nokta 5 ve (f) nokta 6'ya ait analizlerdir.)

Şekil 2.57'ye ait analizler incelendiğinde; Ti bölgesinden seçilen nokta 1'e ait analizde Ti'den başka bir elementin varlığına rastlanmamıştır, nokta 2'nin analizinde ise yine yalnızca Ag görülmektedir. Nokta 3'te ağırlıklı olarak Ti ve O bulunmasının yanı sıra bir miktar Ag sinyali de alınmıştır. O elementinin varlığı burada bir veya birden fazla oksit varlığına işaret etmektedir. Nokta 4'te de 3'te olduğu gibi ağırlıklı Ti ve çok az miktar Ag bulunmaktadır. O elementi sinyali de alınmıştır. Bu bölgede Ti'nin oksitlerinin var olduğu ve az da olsa Ag difüzyonu gerçekleştiği görülmüştür. Nokta 5'in analizi incelendiğinde ise Ag ve Ti oranlarının birbirlerine yakın oldukları görünmektedir ve yine bir miktar O elementi bulunmaktadır. Bu bölgede Ti ve Ag oksitlerinin bulunduğu düşünülmektedir. Nokta 6'dan ise ağırlıklı olarak Ti, bir miktar Ag ve diğer noktalara nazaran daha fazla O sinyali alınmıştır. C sinyalinin ise 304L – Ag kesitinde olduğu gibi numuneyi temizleme amacıyla kullanılan alkolden geldiği düşünülmektedir. Ag, αTi içerisinde %1'e kadar çözünebilmektedir. Nokta 4 ve 6'da görülen Ag sinyallerinin ağırlıklı olarak Ti içinde çözünmüş olan Ag'den, 3. noktadaki Ag sinyallerinin ise Ti oksitleri içerisine difüzyona uğramış Ag'den ve Ag oksitlerinden geldiği düşünülmektedir. Ti ve Ag, Ti_2Ag ve TiAg bileşiklerini oluşturur [28]. Ancak EDS analizlerinde genel olarak titanyumun oksitlerinin varlığı tespit edilmiş ve intermetalik oluşumunu destekleyen fazla bir bilgi bulunmamıştır. Titanyumun oksitleri difüzyon bariyeri rolü oynamış olabilir. Nokta 5'te ise Ti, Ag ve O elementlerini içeren bir bileşiğin varlığı söz konusu olabilir.

Gerçekleştirilen 304L – Ag – Ti birleştirmesi, gerilimlerin hesaplanmasında sonlu elemanlar yöntemi kullanan ANSYS yazılımıyla modellenmiştir. Birleştirme numunesinin, gümüşün katılaştığı 960 ^{o}C'den oda sıcaklığına soğuması sonucunda, sıcaklığa bağlı olarak numunede biriken termal kalıntı gerilmeler hesaplanmıştır. Modellemede kullanılan boyut ve mekanik özellikler Tablo 2.7'de verilmiştir.

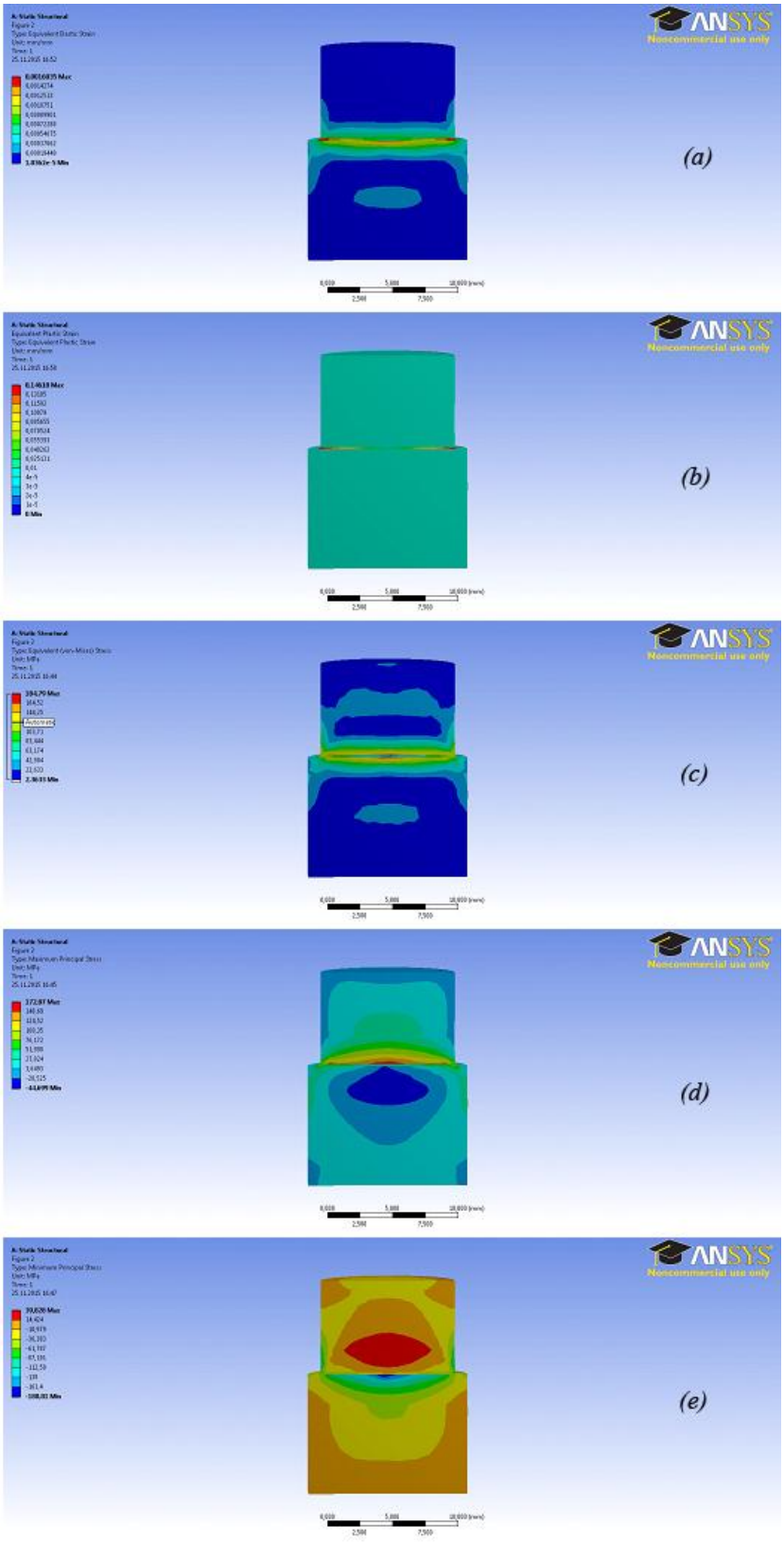
Tablo 2.7. 304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesi için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler

Özellik	**304L**	**Ti**	**Ag**
Çap (mm)	11,0	12,7	11,0
Yükseklik (mm)	7,5	7,5	0,15
Termal Genleşme Katsayısı (10^{-6})	18,7	10,1	22,4
Young Modülü (GPa)	193	116	76

Tablo 2.7. (Devam) 304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesi için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler

1,15 Plastik Gerinmede Gerçek Gerilme (MPa)	1700	--	--
0,2 Plastik Gerinmede Gerçek Gerilme (MPa)	--	550	--
0,5 Plastik Gerinmede Gerçek Gerilme (MPa)	--	--	320
Poisson Oranı	0,246	0,340	0,370
Çekmede Gerçek Akma Dayanımı (MPa)	280	240	40

Tablo 2.7'de verilen parametreler kullanılarak yapılan, 960 ^{o}C'den 25 ^{o}C'ye soğuma sonucu, 304L – Ag – Ti birleştirme numunesinin ANSYS programı ile modellenmesi sonucu elde edilen veriler Şekil 2.58'de görülmektedir.



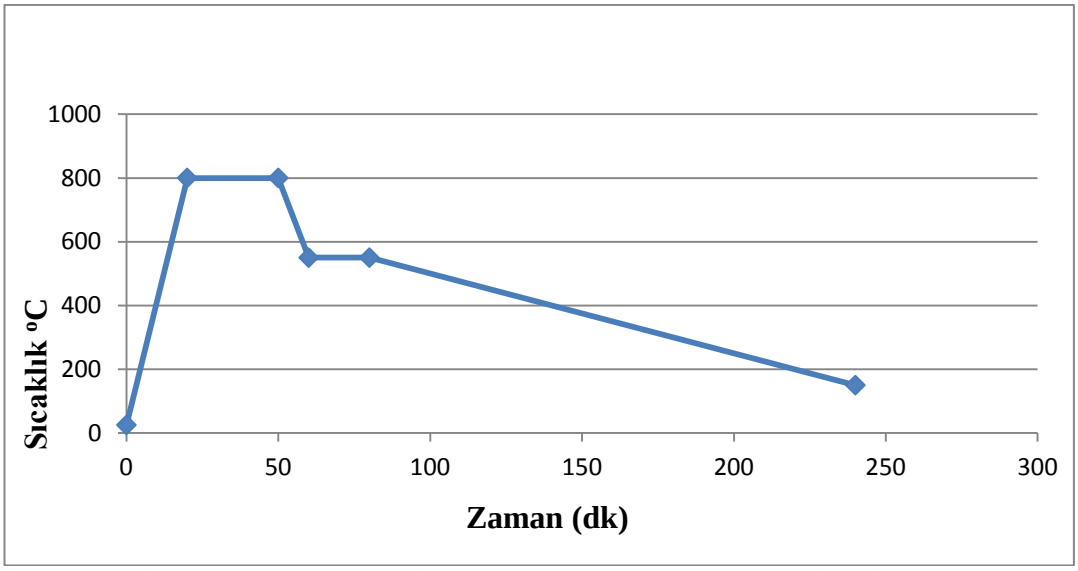
Şekil 2.58. 304L – Ag –Ti birleştirme numunesinin 960 ^{o}C'den 25 ^{o}C'ye soğutulması sonucu yapıda oluşan (a) eşdeğer elastik gerinmeler, (b) eşdeğer plastik gerinmeler, (c) eşdeğer gerilmeler, (d) maksimum asal gerilmeler ve (e) minimum asal gerilmeler

ANSYS programı ile yapılan modellemeler sonucu eş değer gerilmelerin en yüksek 304L üzerinde ve 184 MPa civarı oluştuğu görülmüştür. Maksimum asal gerilmeler ise en yüksek 172 MPa civarı ve yine 304L üzerinde görülmüştür. Yani 304L parçanın yüzeye yakın bölgelerinde çekme gerilmeleri oluşmaktadır. Minimum asal gerilmeler ise Ti numune üzerinde -188 MPa civarı değerlere ulaşmıştır. Bu Ti parçanın basma gerilmelerine maruz kaldığı anlamına gelir. Eşdeğer elastik gerinmeler ise en fazla Ag ara katman üzerinde, 1,603 10^{-3} mm/mm civarı, oluşmuştur. Eşdeğer plastik gerilmeler ise yine gümüşte ve maksimum 0,1461 mm/mm civarıdır.

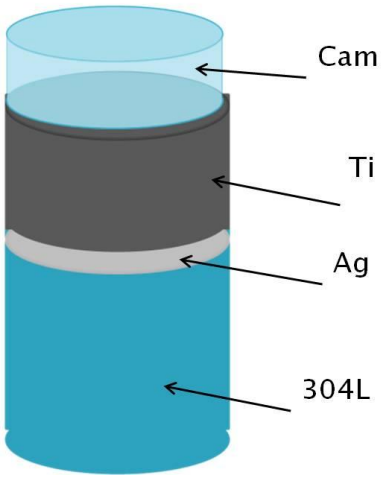
Modelleme sonucu, gümüşün dışındaki parçalarda plastik deformasyon oluşmadığı, 304L ve Ti parçalarda oluşan gerilmelerin plastik deformasyon oluşturmaya yetecek büyüklükte olmadığı hesaplanmıştır. Yapılan deneysel birleştirmelerde ise farklı oksit katmanlara da rastlanmıştır. Bu katmanlar numune yapısında oluşan gerilmelere dayanmış ve birleştirme işlemi başarıyla gerçekleşmiştir.

2.3.2. Cam ile birleştirme

Metalografik olarak hazırlanan metal – metal birleştirmesi gerçekleşmiş 304L – Ag – Ti numunesi üzerine soda kireç silikat bazlı cam konulmuş ve Şekil 2.59'da verilen fırın rejimi kullanılmıştır. Burada seçilen birleştirme sıcaklığı daha önceden PVD ark kaplanmış titanyumun cam ile birleştirildiği sıcaklık olarak seçilmiştir. 800 ^{o}C'de cam yumuşamış ve titanyum yüzeyini ıslatmış olacaktır. Şekil 2.60'ta ise cam ile birleştirme numunesi şematik olarak gösterilmiştir.



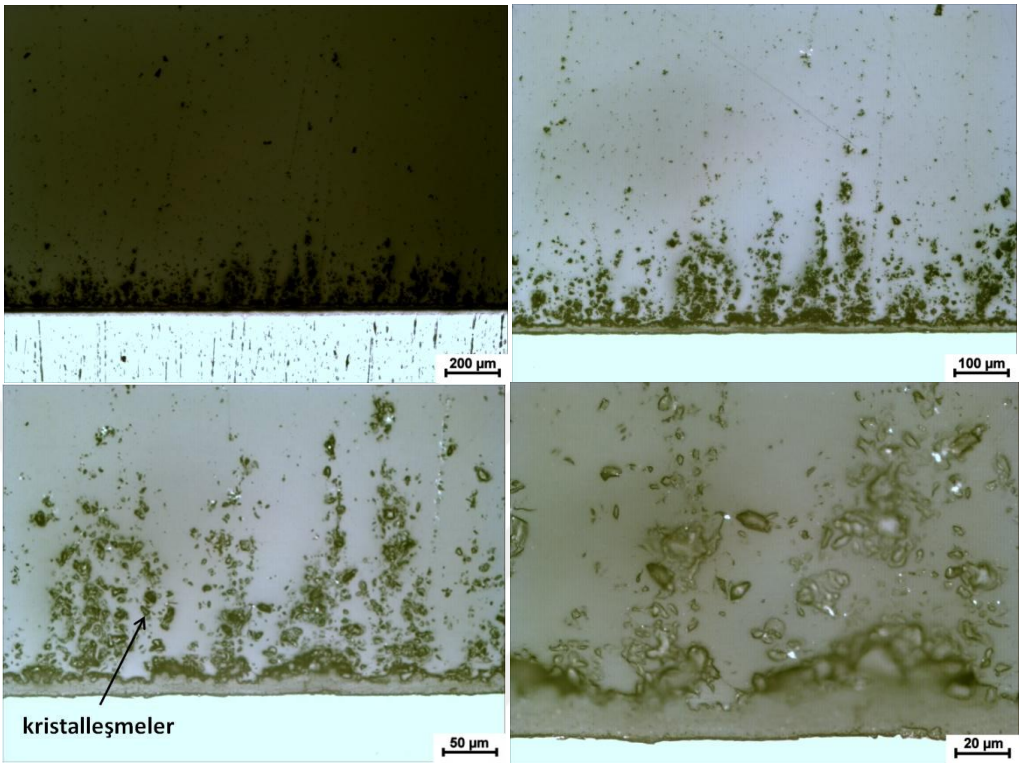
Şekil 2.59. 304L – Ag – Ti numunesinin soda kireç silikat bazlı cam ile birleştirilmesi için kullanılan fırın rejimi



Şekil 2.60. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi

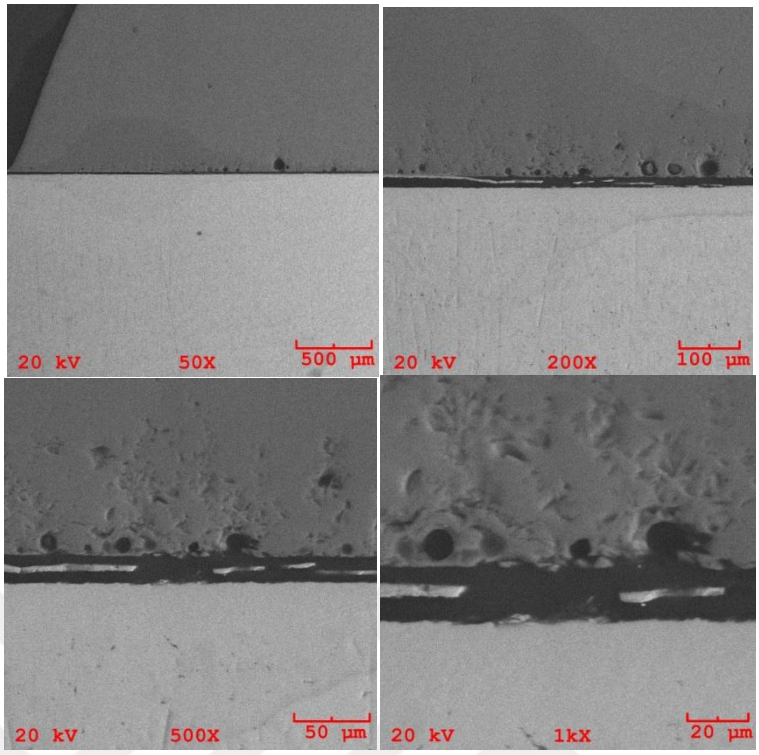
Numune fırına konulduktan sonra 20 dakikada 800 ^{o}C'ye çıkmış ve burada 30 dakika tutulmuştur. Burada cam – titanyum arasında reaksiyonlar gerçekleşecektir. Daha sonra 10 dakikada sıcaklık 550 ^{o}C'ye düşürülmüş ve bu sıcaklıkta 20 dakika tutulmuştur. Bunun amacı ise camın yapısındaki termal gerilimlerin azaltılmasıdır. Sonrasında numune 2 saat 40 dakika boyunca fırında soğumaya bırakılmıştır. Fırından alındıktan sonra, metal – metal birleştirme numunesinde olduğu gibi soğuk kalıba alınmış, elmas diskli hassas kesici ile dikkatlice birleştirme yönüne dik olarak kesilmiş ve mikroskobik incelemeye hazırlamak için 1000 no'ya kadar metalografik

zımparalama ve 3 µm'lik elmas solüsyon ile parlatma uygulanmıştır. Şekil 2.61'de birleştirme numunesinin, hazırlanan kesitinin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir.

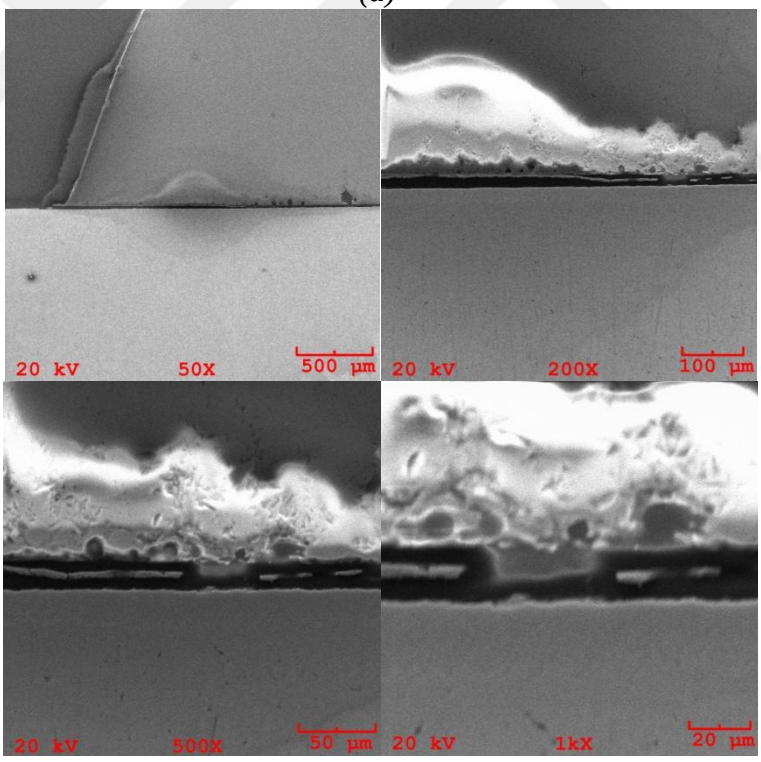


Şekil 2.61. 304L – Ag – Ti – cam birleştirme numunesi, Ti – Cam kesiti optik mikroskop görüntüleri

Optik mikroskop görüntülerinde, camın Ti'a tutunduğu, camın birleşme arayüzeyine yakın bölgelerinde kristalleşmeler oluştuğu ve Ti – cam arasında, oksit olduğu tahmin edilen, bir katman görülmektedir. Daha fazla bilgi edinmek için numune SEM'de incelenmiştir (Şekil 2.62). SEM'de incelemek için plastik kalıpta olan birleştirme numunesine karbon bant yapıştırılmıştır.



(a)

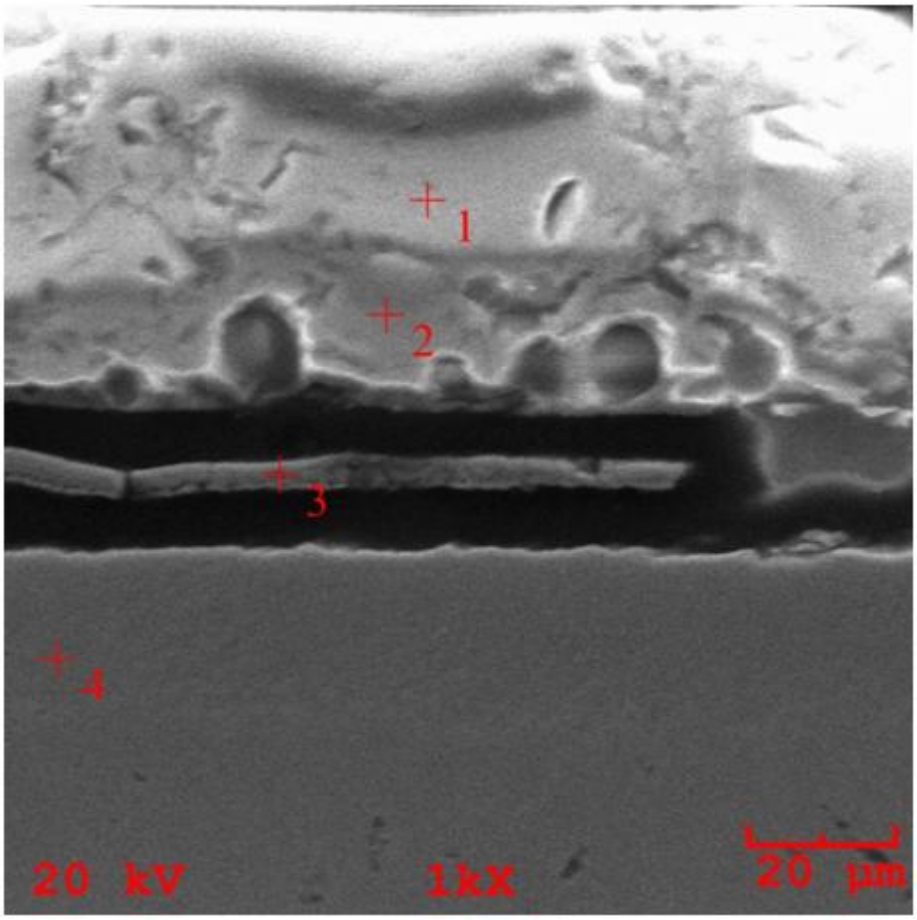


(b)

Şekil 2.62. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi SEM (a) BSE, (b) SE kontrastı görüntüleri

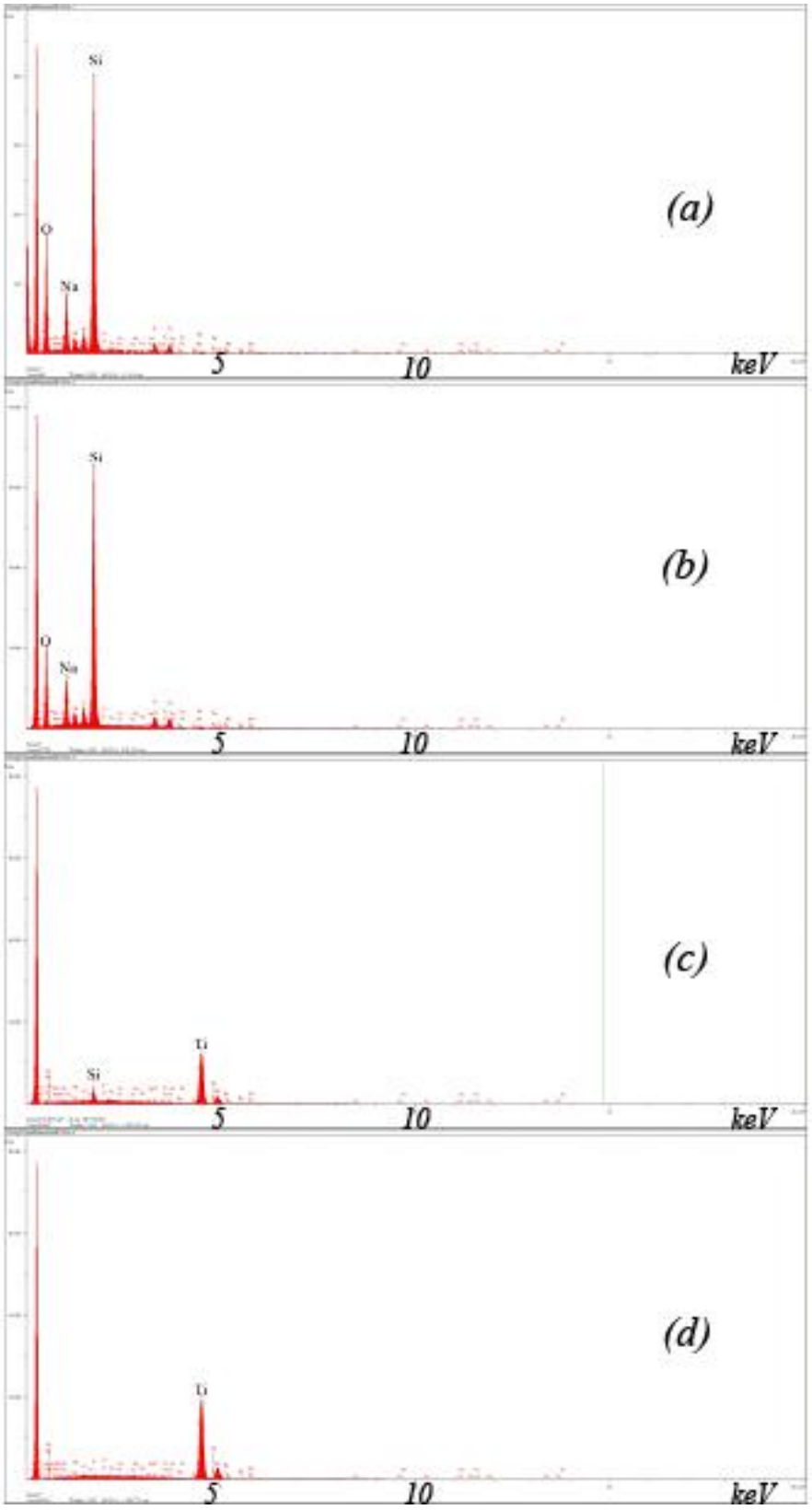
Şekil 2.62'deki SEM görüntüleri incelendiğinde, Ti ve cam arasındaki, yer yer cam ile temas eden yer yer ayrı duran yapı kırılgan görünümü ile birlikte bir oksit katmanı

andırmaktadır. Muhtemel farklı katmanları incelemek adına farklı bölgelere EDS nokta analizleri yapılmıştır. Şekil 2.63'te bu analizlerin yapıldığı bölge ve analiz noktaları görülmektedir.



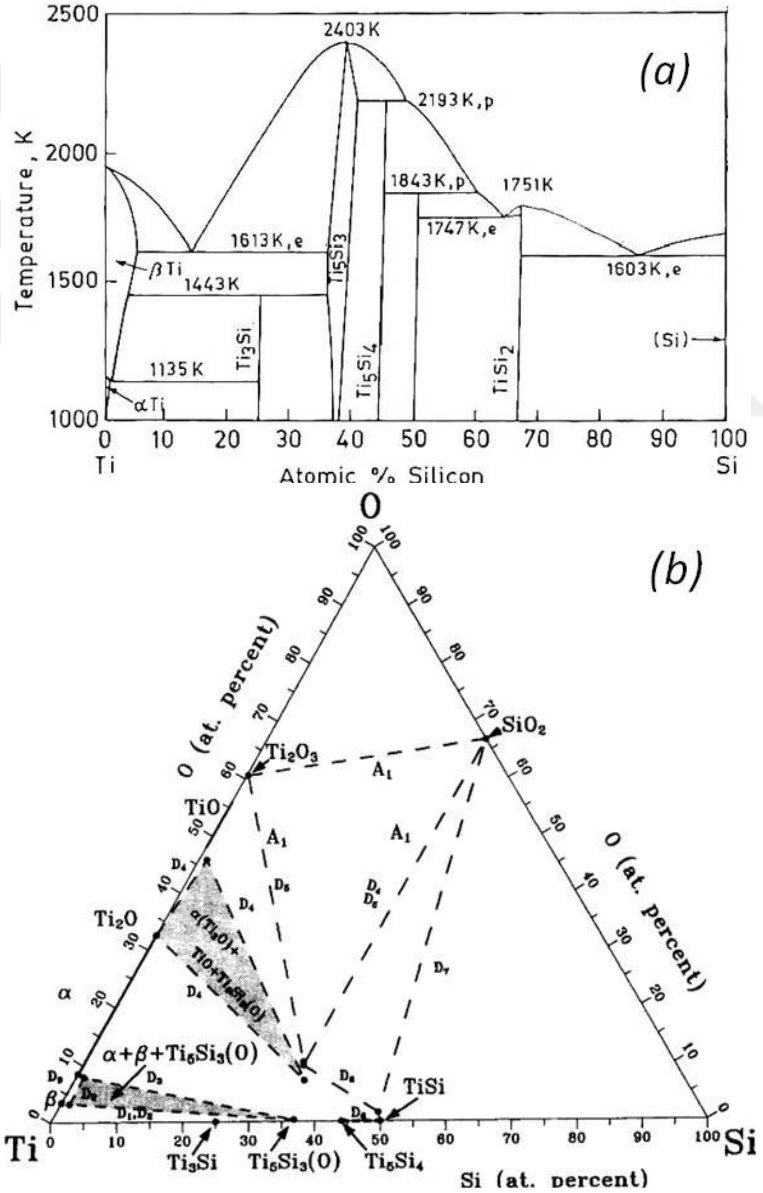
Şekil 2.63. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi EDS nokta analizlerinin alındığı bölgeler

Şekil 2.63'te görüldüğü gibi cam, Ti ve ara bölgelerden EDS analizi için noktalar seçilmiştir. Bu noktalardan alınan EDS analizlerinin sonuçları ise Şekil 2.64'te görülmektedir.



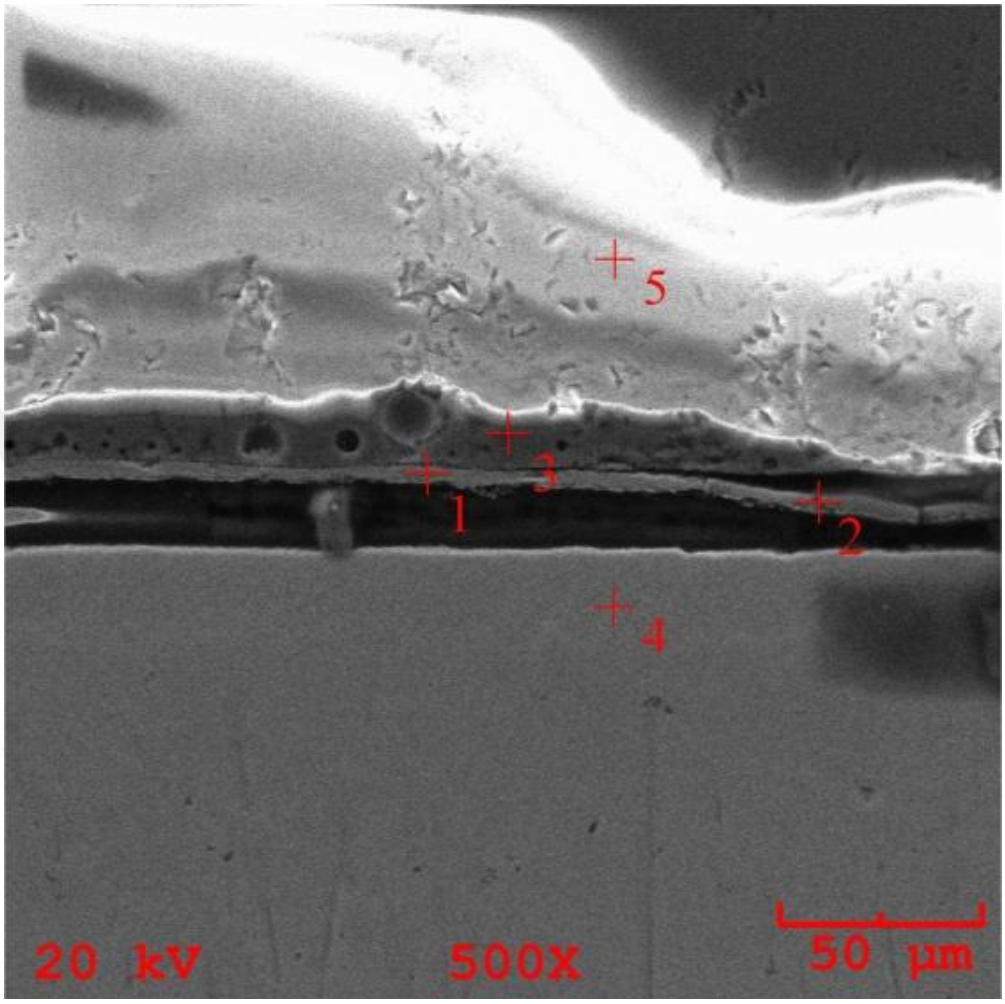
Şekil 2.64. Şekil 2.63'te gösterilen bölgelerin EDS analizleri, (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4 numaralı noktalar

Şekil 2.64'teki analizler incelendiğinde, Şekil 2.63'teki bölgelerin birbirinden farklı oranda element konsantrasyonuna sahip olduğu görülmektedir. 1 ve 2 numaralı noktaların analizleri soda kireç camının oranlarını vermektedir. 4 numaralı noktada ise yalnızca Ti görülmektedir. Ancak 3 numaralı nokta ise içerdiği Ti'nin yanı sıra bir miktar Si de içermektedir. Bu bölgeden alınan sinyal seviyeleri düşüktür. Burada Si ve Ti içeren bir çoklu oksit katmanı bulunuyor olabilir. Ti ve Si aralarında $Ti_5Si_3(O)$ şeklinde bir bileşik oluşturabilmekte [50] ve birbirleri içerisinde katı çözeltide bulunabilmektedirler [53]. Şekil 2.65'te Ti – Si faz diyagramı görülmektedir.

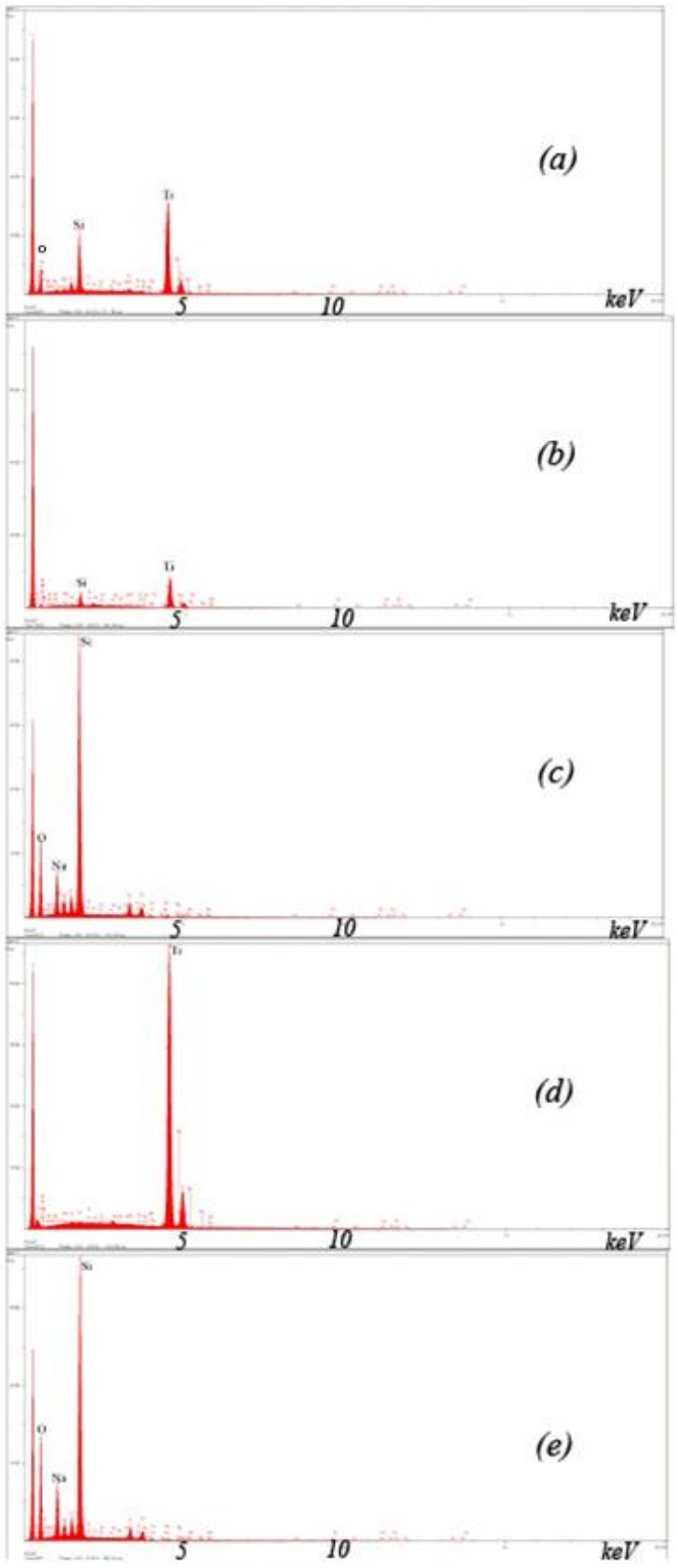


Şekil 2.65. (a) Si – Ti [53], (b) 1100 ^{o}C Si – Ti – O denge faz diyagramı [50]

SEM görüntülerinde gözlemlenen ara katmanın cama yapışık olduğu bir bölgeden de EDS analizleri alınmıştır (Şekil 2.66). Şekil 2.66'daki noktaların EDS analizi sonuçları Şekil 2.67'de görülmektedir.



Şekil 2.66. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi, cam ve Ti arasında bulunan katmanın, cama yapışık olduğu bölge EDS analizi noktaları



Şekil 2.67. Şekil 2.66'da gösterilen noktaların EDS analizi sonuçları

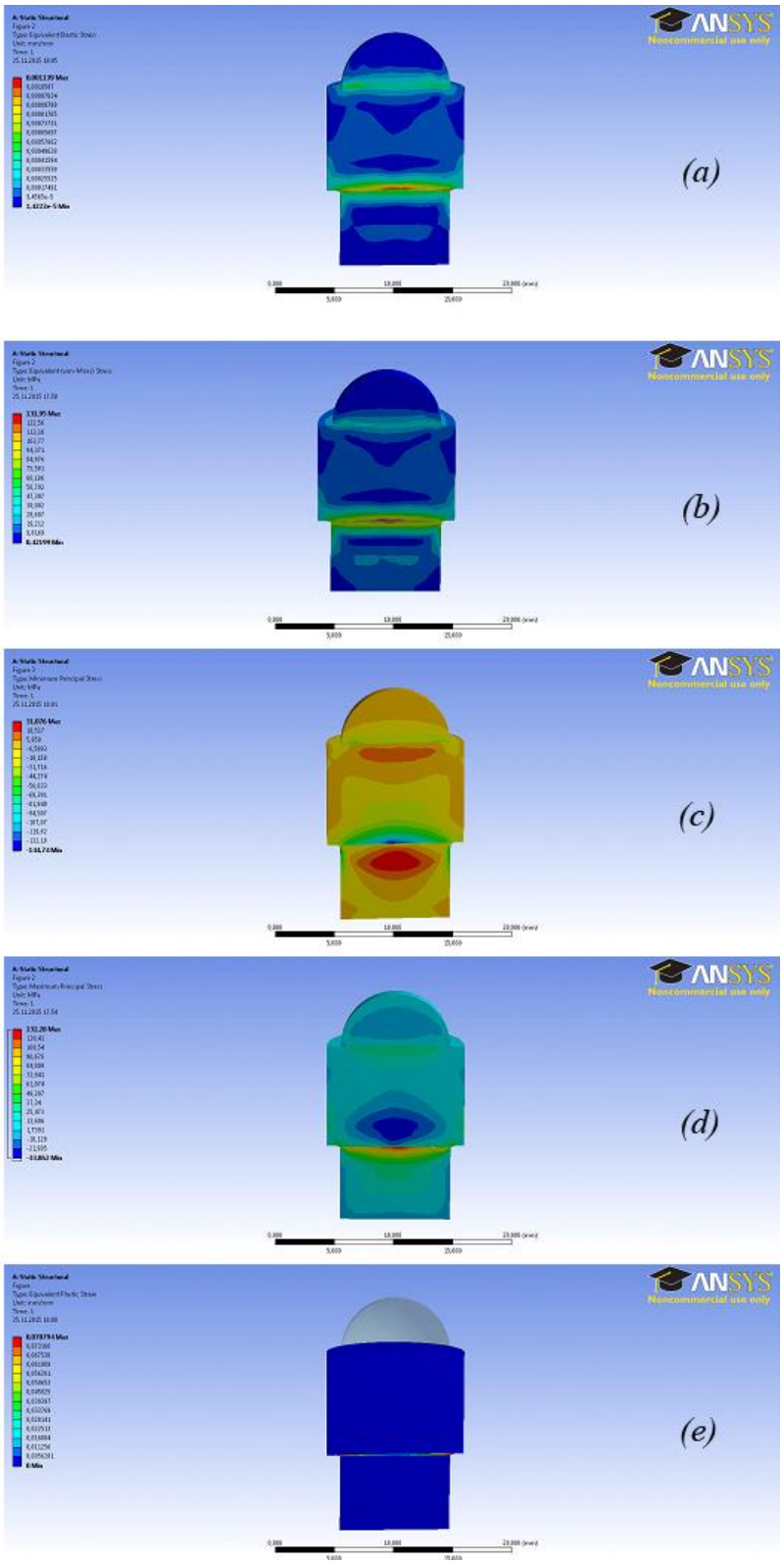
1 ve 2 numaralı noktalardan alınan EDS nokta analiz sonuçları, önceki analizlerde de rastlanan, Ti ve Si içeren oksit olduğu düşünülen bölgenin sonuçlarına benzer çıkmıştır. Nokta 2'deki sinyali oranları nokta 1'e göre topografya nedeniyle daha düşüktür, ancak oranlar birbirine yakındır. Bu sebeple Nokta 2'de oksit bölgesinden gelen oksijen sinyali görülememektedir. Nokta 3 ve 5 sinyalleri camın kimyasal yapısını yansıtmaktadır. Nokta 4'te ise yalnızca Ti sinyali alınmaktadır.

304L – Ag – Ti – cam birleştirmesinin ANSYS yazılımı ile modellenmesi aşamasında, yazılımın zamandan bağımsız olarak çalışan algoritması nedeniyle, önce 304L – Ag – Ti birleştirmesinin gerçekleşip, yapıda bu gerilimler varken, cam ile birleştirmenin modellenmesi mümkün değildir. Elimizde 304L – Ag – Ti birleştirmesi sonrası yapıda biriken gerilimlerin analizleri bulunduğundan ve Ti'un metal – metal birleştirme yüzeyindeki gerilimleri cama aktarmayacak kadar kalın olmasından dolayı, 304L, Ag, Ti ve cam numunelerinin, 550 ^{o}C'de birleşmiş halden oda sıcaklığına soğuması sonucu yapıda biriken gerilimlerin hesaplanması gerçekleştirilmiştir. Camın yapısında bu sıcaklıklardan itibaren kalıntı gerilme birikmeye başlamaktadır. Böylelikle metal – cam birleştirmesi sonucu, cam üzerinde birikmiş olan gerilimler daha gerçekçi hesaplanabilecektir. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirmesinin ANSYS ile modellenmesinde kullanılan malzeme özellikleri ve boyutları, daha önce yapılan metal – metal birleştirme modelinde kullanılan parametrelerle aynıdır (Tablo 2.7). Cam için kullanılan malzeme özellikleri ve boyutlar Tablo 2.8'de verilmiştir. Modelleme sonuçları ise Şekil 1.32'de görülmektedir.

Tablo 2.8. 304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS yazılımıyla modellenmesinde cam için kullanılan mekanik ve boyutsal parametreler

Çap (mm)*	10
Termal genleşme katsayısı (10^{-6})	9,1
Young Modülü (GPa)	73
Poisson oranı	0,22

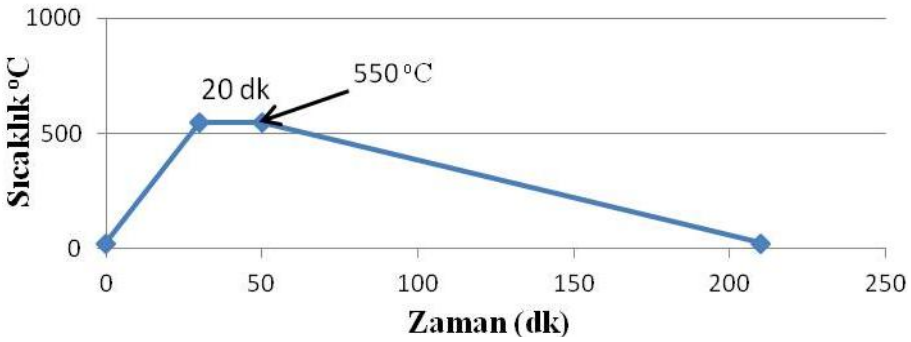
*Cam yumuşayıp şekil değiştirdiğinden ötürü yarım küre olarak modellenmiştir.



Şekil 2.68. 304L – Ag –Ti – cam birleştirme numunesinin 550 ^{o}C'den 25 ^{o}C'ye soğutulması sonucu yapıda oluşan (a) eşdeğer elastik gerinmeler, (b) eşdeğer gerilmeler, (c) minimum asal gerilmeler (d) maksimum asal gerilmeler ve (e) eşdeğer plastik gerinmeler

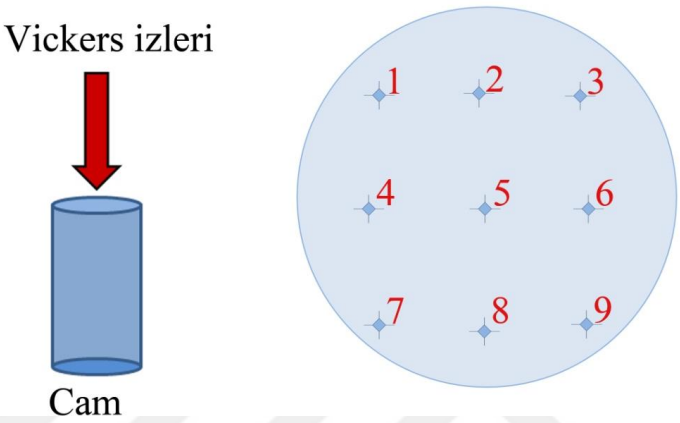
Şekil 1.32 incelendiğinde eşdeğer gerilmeler en yüksek 130 MPa civarında ve gümüş üzerinde oluşmuştur. Cam üzerinde bu değerler 30 – 40 MPa'ın üstüne çıkmamaktadır. Minimum asal gerilmeler Ti, maksimum asal gerilmeler ise 304L üzerinde yüksek değerler almaktadır. Camın yüzeyi genel olarak, çatlak oluşumu ve ilerlemesini engelleyici yönde olan, basma gerilmelerine maruz kalmıştır. Eşdeğer plastik gerinmeler yine yalnızca gümüş, eşdeğer elastik gerinmeler ise en fazla gümüş üzerinde oluşmuştur. Cam üzerinde elastik gerilmeler en fazla 0,55 10^{-3} mm/mm değerlerindedir.

304L – Ag – Ti birleştirmesinin ANSYS modellemeleri sonucu, metallerin birleştirmesinde yüksek gerilimler oluşmadığı teyit edilmişti. Cam üzerinde oluşan gerilmelerin ise yüksek olmadığı 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme modellemesi ile desteklenmektedir. Cam üzerindeki gerilmelerin hesaplanması amacı ile Vickers indentasyon testi yapılmıştır. Birleştirme numunesinin cam kısmında birikmiş olan kalıntı gerilmelerin ölçülebilmesi için, öncelikle camın gerilimsiz halinden ölçümler alınması gerekmektedir. Bu amaçla soda kireç silikat bazlı cam numuneye gerilim giderme tavlaması uygulanmıştır. Yaklaşık 2 cm uzunlukta iki adet cam çubuk numune fırına konmuş ve 30 dakikada, soda kireç silikat bazlı cam için gerilim giderme sıcaklığı olan, 550 ^{o}C'ye kadar ısıtılmıştır. Numunelerden biri bu süre sonunda fırından alınmış, diğeri ise 20 dk boyunca 550 ^{o}C'de tutulmuş ve 2 saat 40 dakika boyunca fırında soğumaya bırakılmıştır. Böylelikle gerilim giderme tavlaması yapılmış ve 550 ^{o}C'den oda sıcaklığına hava ortamında soğumuş iki numune elde edilmiştir. Gerilim giderme tavlaması için kullanılan fırın sıcaklık rejimi Şekil 2.69'da verilmiştir.



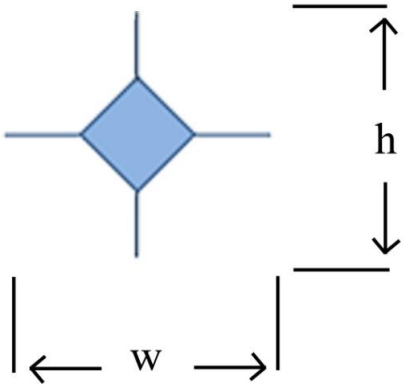
Şekil 2.69. Soda kireç silikat bazlı camın gerilim giderme tavlaması için kullanılan fırın rejimi

Hazırlanan cam numunelerin Vickers sertlik ölçüm cihazı aracılığı ile, 1 kg-f yük altında sertlik ölçüm izleri açılmıştır. Vickers indentasyon yöntemi, cam üzerine açılan bu izlerin etrafında oluşan çatlakların boylarından faydalanılarak, malzemedeki kalıntı gerilimin hesaplanmasını sağlamaktadır. Cam numuneler üzerinden açılan sertlik izlerinin konumları Şekil 2.70'te verilmiştir.



Şekil 2.70. Gerilim giderme tavlaması yapılmış ve 550 ^{o}C'den oda sıcaklığına havada soğumuş cam numunelere açılan Vickers sertlik izlerinin konumları

Şekil 2.70'te gösterilen noktalarda bulunan izler oluşturulup sertlik ölçümleri yapılmış, 1 dakika ve 24 saat sonrasında ise izlerin etrafında oluşan çatlak boylarının ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Açılan izler etrafında oluşan çatlaklar zaman içerisinde büyümüştür. Şekil 2.71'de bu çatlaklar şematik olarak gösterilmiştir. Numunelerden alınan ölçümler ise Tablo 2.9'te verilmiştir.



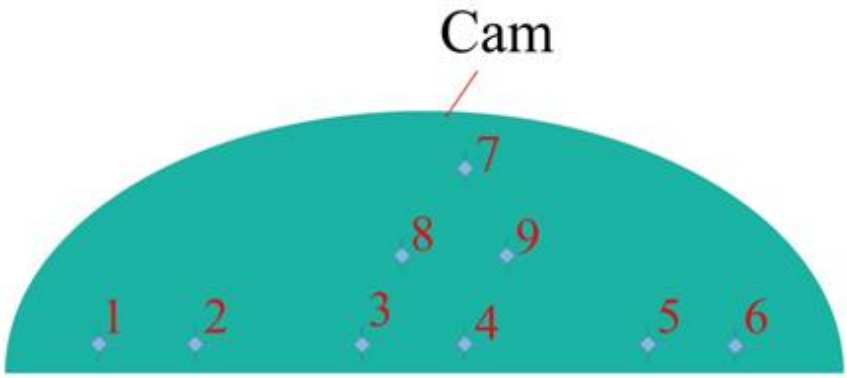
Şekil 2.71. Vickers izleri etrafında oluşan çatlakların şematik gösterimi

Tablo 2.9. Gerilim giderme tavlaması yapılmış ve havada soğutulmuş numunelerin Vickers sertlik ve çatlak boyu (1 dk ve 24 saat sonra yapılan) ölçümleri (1 kg yük ile, 9,8 N'luk kuvvetle)

Ölçüm Noktaları*	**Numuneler**									
	Gerilim Giderilmiş Numune					Havada Soğumuş Numune				
	Sertlik (HV)	Çatlak Boyları (1dk) (μm)		Çatlak Boyları (24 sa) (μm)		Sertlik (HV)	Çatlak Boyları (1dk) (μm)		Çatlak Boyları (24 sa) (μm)	
		w	h	w	h		w	h	w	h
1	406,4	171,5	172,3	218,7	193,0	402,2	178,7	162,5	201,0	196,9
2	390,1	159,3	178,4	202,8	190,2	343,3	220,6	192,0	268,0	229,0
3	276,8	272,4	269,8	315,0	311,1	376,8	180,5	204,0	199,0	217,0
4	308,3	231,1	242,7	309,7	309,3	422,5	156,8	159,6	172,8	160,0
5	345,0	195,4	229,2	257,5	279,6	413,7	189,3	170,9	199,8	203,7
6	336,8	208,1	232,6	232,7	267,2	423,8	162,0	177,3	168,0	178,3
7	280,0	211,5	220,5	309,3	309,8	421,9	163,4	127,5	175,1	155,5
8	328,4	237,5	236,2	298,1	274,7	400,4	179,6	182,1	191,9	183,0
9	383,4	191,1	229,6	272,9	276,1	428,3	136,0	146,5	193,1	162,4
Ortalama	339,5	208,7	223,5	268,5	267,9	403,7	174,1	169,2	196,5	187,3

* Şekil 2.71'de numaralandırılan izleri temsil eder.

Vickers izleri sonucu oluşan çatlaklar 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi için de ölçülmüştür. Böylelikle birleştirme numunesinde birikmiş olan kalıntı gerilmelerin hesaplanması hedeflenmiştir. Birleştirme numunesinden alınan ölçümleri Şekil 2.72'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.72. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesinde oluşturulan Vickers indentasyon izleri ve oluşan çatlakların şematik konumları.

Şekil 2.72'de görülen bölgelerden alınan sertlik ölçümleri ve izlerin etrafında oluşmuş olan çatlak boyları Tablo 2.10'da verilmiştir.

Tablo 2.10. 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesinden alınan Vickers sertlik ve çatlak boyu (1 dk ve 24 saat sonra yapılan) ölçümleri (1 kg yük ile, 9,8 N'luk kuvvetle)

Ölçüm Noktaları*	Sertlik (HV)	Çatlak Boyları (1dk) (µm)		Çatlak Boyları (24 sa) (µm)	
		w	h	w	h
1	418,1	167,5	203,8	211,1	205,1
2	443,0	170,2	217,6	206,2	220,9
3	394,1	191,7	192,3	230,3	210,0
4	405,2	210,0	198,4	237,2	256,3
5	418,1	178,7	196,3	216,7	229,0
6	335,5	139,2	234,0	253,4	288,5
7	289,0	270,0	258,1	305,6	290,1
8	480,9	191,0	153,8	210,0	196,4
9	432,2	212,0	216,5	248,1	236,2
Ortalamalar	401,8	192,3	207,9	235,4	236,9

* Şekil 1.36'da numaralandırılan izleri temsil eder.

Tablo 2.9 ve 2.10 incelendiğinde görülmektedir ki numunelerin sertlik değerleri ve izlerin etrafında oluşan çatlak boylarında genel olarak bir farklılık bulunmaktadır. Gerilimi giderilmiş cam numunenin sertliği diğer numunelerden düşük, izlerin etrafında oluşan çatlaklar ise daha büyüktür. Camda oluşan basma gerilmeleri çatlağın ilerlemesini engelleyici yönde etki yapar. Bu nedenle havada soğumuş numune ve 304L – Ag – Ti – Cam birleştirme numunesi genel olarak çeperlerde basma gerilmeleri etkisi altında denilebilir.

Camlarda bulunan kalıntı gerilmenin hesaplanması için Vickers indentasyon yöntemi ile elde edilen değerlerden faydalanarak, Denklem (2.1)'de verilen formül kullanılabilir [54].

$$\sigma_R = K_C \left[\frac{1-(c_0/c)^{3/2}}{\psi c^{1/2}} \right] \qquad (2.1)$$

Kalıntı gerilmelerin (σ_R) hesaplanması için verilen formülde, kırılma tokluğu (K_C) değeri soda kireç silikat cam için 0,82 MPa $m^{1/2}$'dir. c_0 değeri gerilimsiz, c ise gerilim altındaki camda Vickers izi sonucu oluşmuş çatlak boyunu temsil etmektedir. ψ kırılma geometrisi faktörüdür ve radyal medyan çatlaklarda bu değer 1,24'tür [54].

Camlardaki kalıntı gerilmelerin hesaplanmasında kullanılacak, Vickers indentasyon çatlak boylarındaki sapmalar, w ve h değerleri (Tablo 2.9 ve 2.10) arasında çok büyük bir farklılık göstermemektedir. 550 ^oC'de fırından çıkarılıp havada soğutulan cam numunenin kalıntı gerilmelerinin hesaplanmasında h değerlerinin kullanımına karar verilmiştir. Birleştirme numunesinde ise yine w ve h değerlerindeki sapmalar birbirlerine yakındır. Ancak w değerleri kalıntı gerilimlerin hesaplanmasında, birleştirme ara yüzeyine paralel ölçüler olduğundan (Şekil 2.71, 2.72), birleştirme numunesinin kalıntı gerilme değerleri hesaplanırken w değerleri kullanılmıştır.

1 dakika ve 24 saat sonra alınan ölçümlerde w ve h değerleri arasındaki farklar değişkenlik göstermektedir. 1 dakika sonra alınan ölçümlerde w ve h değerleri arasındaki fark 24 saat sonra alınan ölçümlere oranla daha fazladır. Bu nedenle kalıntı gerilmelerin hesaplanmasında 24 saat sonra ölçülen çatlak uzunluklarının kullanılmasına karar verilmiştir. Tablo 2.11'de, Tablo 2.9 ve 2.10'daki değerler ve Denklem 2.1'deki bağıntı kullanılarak hesaplanan, havada 550 ^oC'den soğumuş cam

ve birleştirme numunesinin cam kısmının kalıntı gerilme değerleri verilmiştir. Havada 550 ^{o}C'den soğumuş numunenin gerilimleri hesaplanırken benzer noktalardan alınan c ve c_0 değerleri kullanılırken, birleştirme numunesinde ortalama c_0 değeri kullanılmıştır.

Tablo 2.11. 550 ^{o}C'de fırından çıkarılıp havada soğutulan cam numune ve birleştirme numunesinin cam kısmının kalıntı gerilme değerleri (MPa)

Ölçüm Noktaları	Havada Soğutulmuş Cam	Birleştirilen Cam
1	1,39	-19,77
2	10,62	-22,38
3	-32,17	-11,28
4	-88,24	-8,77
5	-28,18	-17,03
6	-41,33	-3,77
7	-96,1	6,68
8	-41,02	-20,34
9	-63,14	-5,28

Tablo 2.11'deki değerler incelendiğinde havada soğutulmuş cam numune ve birleştirme numunesinin cam kısmında yüksek kalıntı gerilmeler birikmediği görülmektedir. Özellikle birleştirme numunesinden oldukça düşük ve genelde negatif değerler alınmıştır. Kalıntı gerilme değerlerinin negatif olması, basma gerilmeleri olduğu anlamına gelmektedir. Bu istenilen bir sonuçtur. Basma gerilmeleri camda çatlağı önleyici yönde rol oynarlar ve camların basma gerilimi dayanımları yüksektir [10]. Vickers indentasyon yöntemi ile hesaplanan gerilimler ANSYS modellemesi ile hesaplanan değerlerle uyuşmaktadır. 304L – Ag – Ti – soda kireç silikat cam birleştirme numunesi, yapısında yüksek olmayan basma gerilimleri bulundurmaktadır. Bu da yapılan birleştirmenin başarılı olduğu anlamına gelmektedir.

3. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Hava ortamında ısıl işlemle cam – metal birleştirmelerinin gerçekleştirilebilmesi için ön çalışmalar olarak 304L – bakır – soda kireç cam ve 3 μm DC ark PVD titanyum kaplı 304L – soda kireç cam birleştirme deneyleri gerçekleştirilmiştir.

Bakır ara katmanlı birleştirme deneylerinde öncelikle hava ortamında cam – bakır ve bakır – 304L ikililerinin 800 ^{o}C'de 30 dk'da birleştirmeleri gerçekleşirken, numunelerin soğuması sırasında oluşan gerilimlerin giderilmesi için 550 ^{o}C'de 20 dk tutulmuştur. Bu ısıl işleme kontrol amacıyla bir adet bakır numunesi de maruz bırakılmıştır. Aynı zamanda bir bakır 304L numunesi de 800 ^{o}C'de 0,1 MPa vakum atmosferi altında 10 kN yük ile 20 dk preslenerek birleştirilmiştir. Pres ile birleştirilen bakır 304L – bakır numunesinde oksit katmanı oldukça inceyken hava ortamında birleştirilen numunede kalın bir oksit katmanı gözlemlenmiştir.

Cam – bakır birleştirme numunesi ve aynı ısıl işlemi görmüş olan bakır numunesi kıyaslandığında farklı renkli oksitler oluşturduğu gözlemlenmiştir. Bakır referans numunenin yüzeyinde oksijence daha zengin olan CuO (koyu renkte) görülürken, cam – bakır birleştirme numunesinde bakırın yüzeyinde Cu_2O (kırmızı renkte) oksiti görülmüştür. Cu_2O'nun cam ile daha fazla temas eden bölgede incelerek daha açık bir renk aldığı görülmüştür.

Cam – bakır birleştirme numunesinden alınan SEM görüntülerinde camda oksit kalınlığının fazla olduğu kenar bölgede büyük bir çatlak oluştuğu ve bu bölgeden alınan EDS analizlerinde cam ve bakır oksidin reaksiyonu sonucu Ca ve Si içeriğince zengin ikincil bir fazın oluştuğu gözlemlenmiştir. Oluşan bu fazın çatlak oluşumu ve ilerlemesinde rol oynadığı anlaşılmıştır. Cam – bakır birleştirmelerinde çatlak oluşumunun önlenmesi için yüzey reaksiyonları kontrol altında tutulması gerektiği anlaşılmıştır. Farklı bir ara katman yardımıyla difüzyon bariyeri oluşturmanın ya da birleştirme ısıl işlem profilini değiştirmenin işe yarayabileceği düşünülmektedir.

DC arc PVD titanyum kaplı 304L'nin soda kireç cam ile birleştirme deneylerinde öncelikle 304L numunesi 3 μm kalınlığında DC arc PVD titanyum ile kaplanmıştır. 800 ^{o}C'de birleştirmesi gerçekleşen 304L –DC arc PVD Ti – soda kireç cam numunesi 550 ^{o}C'de gerilim giderme tavlamasına tabi tutulmuştur. Numune fırın içerisinde düşük hızda oda sıcaklığına soğurken, 135 ^{o}C'de cam gerilmelere dayanamayıp kırılarak çeliğin üzerinden atmıştır. SEM görüntüleri kırılmanın DC arc PVD Ti ara katmandan gerçekleştiğini göstermiştir. Hem cam hem de 304L üzerinde Ti katmanın tutunabildiği görülmüştür. Camın kırılmış olması Ti katmanının camı kırmaya yetecek kadar gerilmeyi aktarabildiğini göstermiştir. 3μm PVD titanyum kaplanmış 304L paslanmaz çelik – cam birleştirme numunesinin ANSYS programı ile yapılan gerilim modellemesinde çelik – cam birleştirme bölgesinde titanyum ve camın çok büyük minimal asal basma gerilmelerine maruz kaldığı gözlemlenmiştir. Ti kalınlığı 304L – cam arasındaki gerilmeleri soğurmaya yetecek kalınlıkta olmadığı anlaşılmıştır. Ti ara katmanının kalınlığının arttırılması gerektiği kanısına varılmıştır.

304L – Ag – Ti – cam birleştirmeleri "Gümüş Ara Katman Kullanarak 304L – Ti Birleştirmesi" ve "Cam ile Birleştirme" olmak üzere iki adımda gerçekleştirilmiştir.

"Gümüş Ara Katman Kullanarak 304L – Ti Birleştirmesi" adımında öncelikle, 304L – Ag – 304L ve 304L – Ag – Ti – Ag – 304L şeklinde olmak üzere, farklı sıcaklıklarda birleştirmeler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen birleştirme numuneleri çekme testlerine tabi tutulmuştur. Çekme testi sonuçları ve numunelerin oksitlenme durumlarına çalışma için kullanılacak göre birleştirme sıcaklığı 1000 ^{o}C olarak belirlenmiştir. 11 mm çaplı 7,5 mm uzunluğunda 304L çubuk, 12,7 mm çaplı 9,5 mm uzunluğunda Ti çubuk ve birleştirme ara yüzeyini kaplayacak boyutlarda kesilmiş 0,15 mm kalınlığında gümüş folyo sırasıyla üst üste konularak inceleme amaçlı birleştirilmiştir. Birleştirme numunesinin kesitinden alınan SEM görüntüleri ve EDS analizleri Ag – 304L arasında bir oksit katmanı olduğunu göstermektedir. Ag – Ti arasında ise çoklu oksit katmanları bulunmaktadır. ANSYS modellemeleri ve deneysel çalışmalar göstermiştir ki; Ag ara katmanı plastik deformasyonu yeterince üstlenmiş, seçilen metal birleştirme kombinasyonu yapıda oluşan kalıntı gerilmelerin yeterince düşük olmasını sağlamış ve 304L – Ag – Ti birleştirmesi başarıyla gerçekleşmiştir.

"Cam ile Birleştirme" adımında ise önceki adımda başarıyla gerçekleştirilen 304L – Ag – Ti birleştirmesi 800 ^{o}C'de ikinci bir ısıl işlem aracılığı ile soda kireç silikat bazlı cam ile birleştirilmiş ve 550 ^{o}C'de tutularak camın yapısındaki gerilimlerin giderilmesi hedeflenmiştir. Birleştirme numunesinin kesitinden alınan SEM görüntülerinde Ti – cam arasında ayrı bir katman oluştuğu görülmüştür. Bu bölgeden alınan EDS analizi sinyalleri bu bölgede Ti ve Si içeren oksitlerin bulunduğu yönündedir.

ANSYS programı ile yapılan gerilim modelleri camın üzerindeki gerilimlerin düşük ve camda çatlak oluşumunu engelleyici etkisi olan basma gerilimleri olduğunu göstermiştir. Modellemedeki bu sonuçların teyidi için Vickers indentasyon yöntemi ile kalıntı gerilmeler hesaplanmıştır. 550 ^{o}C'de gerilim giderme tavlamasına tabi tutulup fırında yavaş soğutulan, 550 ^{o}C'de fırından çıkarılıp havada soğumaya bırakılan soda kireç silikat cam numunelerine ve 304L – Ag – Ti – cam birleştirme numunesinin cam kısmına kesitten 1kgf yük altında Vickers indentasyon izleri açılmıştır. Bu izlerin etrafında oluşan çatlak izlerinin boyutlarından faydalanılarak kalıntı gerilimler hesaplanmıştır. Deneysel veriler de ANSYS modellemeleri sonuçlarıyla uyuşarak, camın düşük basma gerilmeleri altında olduğunu göstermiştir.

Hava ortamında 304L – Ag – Ti – soda kireç cam birleştirmesi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Parabolik oluk güneş enerji sistemlerinin alıcı parçalarında bu birleştirme kombinasyonunun kullanılması söz konusu olabilir. Parabolik oluk güneş enerji sistemlerinde 304L paslanmaz çelik borular ve soda kireç silikat cam tüplerin kullanımı, tüp ve boruların oldukça uzun oluşundan dolayı, maliyeti oldukça düşürecektir. Gelecek çalışmalarda 304L, Ag ve Ti metallerinin iç içe halka formunda birleştirmesi ile bir parça üretimi, bu parçanın soda kireç silikat cam ve 304L paslanmaz çelik tüplerin birleştirilmesi amacıyla kullanılması gerçekleştirilebilir. Bu yolla üretilecek bir prototipin mekanik testleri yapılarak, 304L – Ag – Ti – soda kireç cam birleştirmesinin parabolik oluk güneş enerji sistemlerinin alıcı parçalarında kullanımına daha hassas bir yaklaşım yapılabilir.

KAYNAKLAR

[1] ASM International Handbook Committee, *Electronic Materials Handbook: Packaging*, 1st ed., ASM International, USA, 1989.

[2] Lei D., Wang Z., Li J., The analysis of residual stress in glass-to-metal seals for solar receiver tube, *Materials and Design*, 2010, **31**(4), 1813–1820.

[3] O'Hanlon J. F., *A User's Guide to Vacuum Technology*, 3rd ed., Wiley-Interscience, USA, 2003.

[4] Kuo C., Cheng P., Chou C., Matched glass-to-Kovar seals in N2 and Ar atmospheres, *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2013, **20**(9), 874-882.

[5] Kumar R., Bhattacharya A., Bera T. K., Mechanical and metallurgical studies in double shielded GMAW of dissimilar stainless steels, *Materials and Manufacturing Processes*, 2015, **30**(9), 1146–1153.

[6] Reddy G. M., Mohandas T., Rao A. S., Satyanarayana V. V., Influence of welding processes on microstructure and mechanical properties of dissimilar austenitic-ferritic stainless steel welds, *Materials and Manufacturing Processes*, 2005, **20**(2), 147–173.

[7] Wu W., Hu S., Shen J., Microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of laser welded dissimilar joints between ferritic stainless steel and carbon steel, *Materials and Design*, 2015, **65**, 855–861.

[8] Goswami D. Y., Zhao Y., The Glass-To-Metal Sealing Process in Parabolic Trough Solar Receivers, Editors: Lei D., Wang Z., Du F., *Proceedings of ISES World Congress 2007 (Vol. I – Vol. V): Solar Energy and Human Settlement (v. 1-5)*, 2009th ed, Tsinghua University Press, Beijing, 740-744, 2009.

[9] Luo D., Shen Z., Wetting and spreading behavior of borosilicate glass on Kovar, *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, **447**(1-2), 407–413.

[10] Campbell F. C., *Joining : Understanding the Basics*, 1st edition, ASM International, Materials Park, Ohio, 2011.

[11] Elrefaey A., Janczak-Rusch J., Koebel M. M., Direct glass-to-metal joining by simultaneous anodic bonding, and soldering with activated liquid tin solder, *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, **214**(11), 2716-2722.

[12] Zhang G. D., Cheng G. H., Direct welding of glass and metal by 1 kHz femtosecond laser pulses, *Applied Optics*, 2015, **54**(30), 8957-8961.

[13] Shackelford J. F., Sen S., Cheng R. R, Jain P., Kuffel M. J., Norris A. J., Siliznoff T. J., Tang M. J., Tran T. B., Yip D. S., Hermetic Glass-to-Aluminum Seals for RF Packaging Applications: A University-Industry Design Project Collaboration, The *3rd International Brazing and Soldering Conference, Texas*, USA, April 24-26 2006.

[14] Susan D. F., Van den Avyle J. A., Monroe S. L., Sorensen N. R., McKenzie B. B., Michael J. R., Christensen J. E., Walker C. A., High Temperature Oxidation of 304L Stainless Steel and Its Effects on Glass-to-Metal Joining, *Proceedings of the 3rd International Brazing and Soldering Conference*, Texas, USA, April 24-26 2006.

[15] Dey H. C., Ashfaq M., Bhaduri A. K., Rao K. P., Joining of Titanium to 304L Stainless Steel by Friction Welding, *Journal of Materials Processing Technology*, 2009, **209**(18), 5862-5870.

[16] Elrefaey A., Tillmann W., Solid State Diffusion Bonding of Titanium to Steel Using a Copper Base Alloy as Interlayer, *Journal of Materials Processing Technology*, **209**(5), 2746-2752.

[17] Lee J. G., Hong S. J., Lee M. K., Rhee C. K., High Strength Bonding of Titanium to Stainless Steel Using an Ag Interlayer, *Journal of Nuclear Materials*, 2009, **395**(1-3), 145-149.

[18] Bansal R. K., *A Textbook of Strength of Materials*, 2nd ed., Laxmi Publications, USA, 2010.

[19] Zhou Y. N., *Microjoining and Nanojoining*, 1st ed., CRC Press, USA, 2008.

[20] Johanson J. B., *Renewable Energy: Sources for Fuels and Electricity*, 2nd ed., Island Press, USA, 1993.

[21] Farret F. A., Simoes M. G., *Integration of Alternative Sources of Energy*, 1st ed., IEEE Press, USA, 2006.

[22] Price H., Lüpfert E., Kearney D., Advances in Parabolic Trough Solar Power Technology, *Journal of Solar Energy Engineering*, 2002, **124**(2), 109-125.

[23] Benz N., Doenitz F. D., Kuckelkorn T., A New Receiver for Parabolic Trough Collectors, *In. Proceedings of the 12th solar PACES: International Symposium on Concentrated Solar Power and Chemical Energy Technologies*, Oaxaca, Mexico, October 6-8 2004.

[24] Price H., Hale M. J., Mahoney R., Developments in High Temperature Parabolic Trough Receiver Technology, *In. Proceedings of ISEC2004: International Solar Energy Conference*, Oregon, USA, July 11–14 2004.

[25] Lei D., Wang Z., Li J., Li J., Wang Z., Experimental Study of Glass to Metal Seals for Parabolic Trough Receivers, *Renewable Energy*, 2012, **48**(C), 85-91.

[26] ASM International Handbook Committee, Corrosion of Stainless Steels, Editörler: Davison R. M., DeBold T., Johnson M. J., *ASM Handbook Volume 13: Corrosion*, 9th Edition, ASM International, USA, 1327-1381, 1997.

[27] Ki J., Leuk L., Shek C. H., Lo K. H., *Stainless Steel An Introduction and Their Recent Developments*, 1st ed., Bentham Science Publishers, United Arab Emirates, 2012.

[28] ASM International Handbook Committee., *ASM Handbook Volume 3: Alloy Phase Diagrams*, 10th ed., ASM International, USA, 1992.

[29] Mataya M. C., Sackschewsky V. E., Effect of internal heating during hot compression on the stress-strain behavior of alloy 304L, *Metallurgical and Materials Transactions*, 1994, **25**(A), 2737-2752.

[30] Kim C. S., Thermophysical properties of stainless steels, *Argonne National Lab., Ill. (USA)*, ANL--75-55, 1-23, 1975.

[31] ASM International Handbook Committee., *ASM Handbook Volume 1: Properties and Selection Irons Steels and High Performance Alloys*, 10th ed., ASM International, USA, 1990.

[32] Korinko P. S., Malene S. H., Considerations for the weldability of types 304L and 316L stainless steel, *Practical Failure Analysis*, 2001, **1**(4), 61-68.

[33] Shelby J. E., *Introduction to Glass Science and Technology*, 2nd ed., Royal Society of Chemistry, UK, 2005.

[34] Carter C. B., Norton M. G., *Ceramic Materials: Science and Engineering*, 2nd ed., Springer Science & Business Media, New York, 2013.

[35] Varshneya A. K., *Fundamentals of Inorganic Glasses*, 1st ed., Academic Press, USA, 1993.

[36] AR-GLAS ® Tubing and Rod of Special Glass, http://www.schott.com/tubing/english/download/schott-tubing_brochure_ar-glas_english.pdf, (Ziyaret tarihi: 18 Nisan 2016).

[37] ASM International Handbook Committee, *ASM Handbook Vol. 2: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, 10th ed., ASM International, USA, 1990.

[38] Kubaschewski O., *IRON—Binary Phase Diagrams*, 1st ed., Springer Science & Business Media, Berlin, 1982.

[39] Murray J. L., Bhansali K. J., The Ag−Ti (Silver-Titanium) system, *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 1983, **4**(2), 178-183.

[40] Brandt D. A., Warner J. C., *Metallurgy Fundamentals*, 5th ed., Goodheart-Willcox, USA, 2005.

[41] Lütjering G., Williams J. C., *Titanium (Engineering Materials and Processes)*, 2nd ed., Springer Science & Business Media, Berlin, 2007.

[42] Boyer R., Welsch G., Collings E. W., *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*, 1st ed., ASM International, USA, 1993.

[43] Donachie M. J. Jr., *Titanium A Technical Guide*, 2nd ed., ASM International, USA, 2000.

[44] Froes F. H., *Titanium: Physical Metallurgy, Processing, and Applications*, 1st ed., ASM International, USA, 2015.

[45] Elrefaeya A., Janczak-Ruschb J., Koebel M. M., Direct glass-to-metal joining by simultaneous anodic bonding and soldering with activated liquid tin solder, *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, **214**(11), 2716–2722.

[46] Li T. Y., Zhang Y. M., Luo J., Chen J., Field-assisted Titanium-Glass Bonding, *9th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS)*, Honolulu, April 13-16 2014.

[47] Sultana T., Newaz G., Georgiev G. L., Baird R. J., Auner G. W., Patwa R., Herfurth H. J., A study of titanium thin films in transmission laser micro-joining of titanium-coated glass to polyimide, *Thin Solid Films*, 2010, **518**(10), 2632–2636.

[48] Ahmadi S. R., Azdast T., A Study of Polyimide in Transmission Laser Micro-Joining of Polyimide to Titanium-Coated Glass, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 2011, **50**(13), 1305–1313.

[49] Telli M. B., Joining of Soda Lime Silicate Glass TO TI6AL4V Alloy in Air by Controlled Heat Treatments, *ACTA PHYSICA POLONICA A*, 2015, **127**(4), 972-975.

[50] Goldstein J. I., Choi S. K., Van Loo F. J. J., Bastin G. F., Metselaar R., Solid-State Reactions and Phase Relations in the Ti–Si–O System at 1373 K, *Journal of the American Ceramic Society*, 1995, **78**(2), 313–322.

[51] Fukushima J., Takizawa H., Enhanced reduction of copper oxides via internal heating, selective heating, and cleavage of Cu–O bond by microwave magnetic-field irradiation, *Materials Chemistry and Physics*, 2016, 172, 47-53.

[52] ASM International Handbook Committee, *ASM Handbook Volume 9: Metallography And Microstructures*, 10th ed., ASM International, USA, 2004.

[53] Bandyopadhyay D., The Ti-Si-C system (Titanium-Silicon-Carbon), *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 2004, **25**(5), 415-420.

[54] Chuchai A., Kenneth J. A., Mecholsky J.J.Jr., Residual stress in glass: Indentation crack and fractography approaches, *Dental Materials*, 2009, **25**(11), 1453–1458.

KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

[1] **Yıldız B**., Telli M. B., Joining of soda lime silicate glass to 304L stainless steel using PVD arc titanium interlayer for the production of glass vacuum tube heat elements used in linear parabolic sun collector systems, *4. International Advances In Applied Physics & Materials Science Congress*, Fethiye-Muğla, Türkiye, 24-27 Nisan 2014.

[2] Telli M. B., **Yıldız B.**, Hava Ortamında Soda Kireç Silikat Cam – Bakır Birleştirmeleri ve Bakıroksit Katmanın Birleştirmeye Olan Etkilerinin İncelenmesi, *Metal Dünyası Dergisi*, 2016, **275**, 86-89.

ÖZGEÇMİŞ

1987 yılında İstanbul'da doğdu. İlk ve orta öğrenimini İstanbul'da tamamladıktan sonra 2005 yılında Kocaeli Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünü kazandı ve Kocaeli'ye yerleşti. Bir yıl yabancı dil hazırlık eğitimi ile birlikte lisans eğitimini 2011'de tamamladı. Mezuniyetinin ardından bir yıl kadar cam şekillendirme üzerine çalıştıktan sonra Kocaeli Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde Yüksek lisansa başladı.