

# GÖZENEKLİ SERAMİK MALZEME İLE PASLANMAZ ÇELİĞİN DİFÜZYON KAYNAK YÖNTEMİYLE BİRLEŞTİRİLMESİ

**Mustafa AYDIN**

Makina Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Dumlupınar Üniversitesi, Kampüs 43100/Kütahya  
[m\\_aydin@dumlupinar.edu.tr](mailto:m_aydin@dumlupinar.edu.tr)

(Geliş/Received: 21.08.2007; Kabul/Accepted: 08.02.2008)

## ÖZET

Metal/seramik birleştirme teknolojileri çeşitli bakımlardan elektronik ve yüksek sıcaklık uygulanan endüstrilerde önemli rol oynar. Difüzyon kaynağıyla kusursuz bir arayüzey ve yüksek sıcaklıkta mekanik direnç elde edilebildiği için avantajlı bir tekniktir. Bununla birlikte bu yöntemin dezavantajlarından birisi birleşme için gerekli olan kaynak sıcaklığının arayüzeyde termal gerilmeye sebep olması ve bazı reaksiyonların oluşmasıdır. Genellikle oluşan gerilmeleri minimize etmek için metal ve seramik malzemenin termal genleşmelerini birbirine yaklaştıracak uygun bir aratabakalar kullanılır. Bu çalışmada, gözenekli yapıdaki seramik ile paslanmaz çelik malzeme birbirleriyle difüzyon kaynak yöntemiyle birleştirilmiştir. Arayüzeyde farklı ısıtma malzemeleri (Ag, Cu ve Ag-Cu-Ti alaşımı) yaklaşık 100 mikron kalınlıkta kullanılarak vakum-argon atmosferi içerisinde 0.2 ve 2 MPa basınç altında yük uygulanarak 850, 875, 900°C'de 45 dakika sürede birleştirilmişlerdir. Seramik-metal birleşme arayüzeyleri tarama elektron mikroskobu (SEM) ve konsantrasyon değişimi için EDS analizleri yapılarak incelenmiştir. Seramik malzemenin gözenekli yapısı nedeniyle Ag, ve Ag-Cu-Ti alaşım aratabaka malzemeleri gözeneklere dolmuş ve aratabaka kalınlıkları kaynaktan sonra yaklaşık 40-60 mikron kalınlıklara kadar incelmıştır. Çalışmada gözenekli seramik ile paslanmaz çelik malzemenin birleşme mekanizması tartışılmıştır. Arayüzeyde seramik ile paslanmaz çeliğin birleşiminin seramikte infiltrasyon ve paslanmaz çelik tarafında ise difüzyonla gerçekleştiği tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Difüzyon kaynağı, seramik, paslanmaz çelik, infiltrasyon.

## THE JOINING OF POROUS CERAMIC MATERIALS WITH STAINLESS STEEL USING DIFFUSION WELDING METHOD

### ABSTRACT

Metal/Ceramic joining technologies play a very important role in various aspects of the electronics and high-temperature component industries. Diffusion bonding is an advantageous technique for producing that type of joint since high-temperature mechanical resistance and defect-free interfaces can thus be achieved. However, one of the shortcomings of diffusion bonding is the high temperature needed for the bonding operation, which causes the development of high thermal stresses across the interface and fast growth of often undesirable reaction products. Usually, the residual stresses that originate from the metal are minimized by the addition of interlayer, which must be ductile and suitably reactive to both metal and ceramic in order to efficiently relieve the above-mentioned thermal stresses. This study presents the weldability of the conventional stainless steel and prepared porous ceramic by diffusion welding. Different wetting materials (Ag, Cu and Ag-Cu-Ti alloy) with a thickness of about 100 µm were used with loading of 0.2 and 2 MPa pressures under vacuum-argon atmosphere and the applied temperatures were between 850, 875, and 900 °C for 45 minutes. The microstructure of metal-ceramic interface was investigated by scanning electron microscope (SEM) with EDS attachment for chemical analysis. The pores of the ceramic were filled with the Ag or its eutectic alloy through the interface with a thickness at about 40-60 µm. The joining mechanism of the stainless steel to ceramic was discussed with respect to diffusion and infiltration.

**Keywords:** Diffusion welding, ceramic, stainless steel, infiltration.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Mühendislik malzemeleri genellikle optik, elektronik, refrakter, yüksek sıcaklık ve tribolojik özellik istenen yerlerde kompozit olarak tercih edilmektedir. Bunlar metal-seramik, metal-polimer, seramik-polimer veya metal-seramik-polimer şeklinde olabilmektedir. Bazı durumlarda, bu malzemeler kompozit olarak üretilememekte, fakat birleştirme teknikleri ile bir araya getirilerek kullanım yoluna gidilmektedir. Bu amaçla literatürde, seramik ile metali birleştirmek için difüzyon kaynağı, ultrasonik kaynak, mikrodalga, lehimleme gibi yöntemlerle çalışmalar yapıldığı görülmüştür. Bunların arasında difüzyon kaynağı en yaygın tercih edilen yöntemlerden birisidir [1-5].

Difüzyon kaynağı aratabakalı veya aratabakasız olarak uygulanabilmektedir. Aratabakasız kaynaktaki birleşme mikro-deformasyon mekanizmasıyla gerçekleşmektedir, bunun için ise yüksek sıcaklık ve basınç gereklidir [1]. Eğer bunlar yeterli değilse arayüzeyde bazı boşluklar ve yetersiz birleşme görülecektir. Her iki malzemenin ısıl genleşmeleri farklı ise arayüzeyde çatlama ve kırılmalar görülebilecektir. Aratabaka kullanıldığında termal genleşme farkı birbirine yaklaştırılacak ve gerilmeler azaltılmış olacaktır. Aratabakanın her iki malzeme tarafına deformasyonu ile arayüzeydeki boşluklar ortadan kaldırılmış olacaktır. Böylece tamamen birbirine temasta olan iki arayüzey elde edilecektir. Bu avantajları metal-seramik malzemelerinin birleştirilmesinde difüzyon kaynağını vazgeçilmez hale getirmektedir [1-4]. Arayüzey bağlanmasında genellikle Ag, Cu, Zn, Al gibi düşük ergime sıcaklıklı malzemeler veya Ag-Cu-Ti, Ag-Cu, Ti-Ni, Ti-Al, Ag-Ti-Zn alaşımları aratabaka olarak tercih edilmektedir [6-10].

Bu çalışmanın amacı seramik ile metalik malzemeyi difüzyon kaynağı ile birleştirmektir. Kullanılan seramik malzeme metalden farklı olarak gözenekli bir yapıya sahiptir. Bu nedenle birleştirme mekanizması farklı olacağından arayüzeyde difüzyonla birlikte infiltrasyonun da oluşabileceği bir mekanizma olduğu düşünülmüştür. Difüzyon kaynak birleşme arayüzeyinin mekanik ve mikroyapısal incelemeleri yapılarak bu mekanizmanın varlığı ve bu iki malzemenin birleştirilebilirliği tartışılmıştır.

## 2. MALZEME VE METOD (MATERIAL AND METHOD)

Yüksek silikalı (%86.86 SiO<sub>2</sub>) gözenekli seramik malzeme ile paslanmaz çelik (AISI 304) malzeme saf Ag, elektrolitik Cu ve Ag-Cu-Ti (%68.8Ag, %24.5Cu and %1.4Ti). ötektik alaşımları arayüzeyde kullanılarak birleştirilmiştir. Kaynaklı birleştirme deneyleri için silindirik (Ø10x10 mm) numuneler hazırlanmıştır. Aratabaka malzemeleri ise yaklaşık 100 µm kalınlıkta hazırlanıp zımparalanarak yüzeyleri

alkol ile temizlenmiştir. Deneylerden önce seramik ve paslanmaz çelik malzemenin yüzeyleri 220–1200 SiC zımpara ile zımparalanmıştır. Paslanmaz çelik numune yüzeyi daha sonra 3 µm elmas pasta ile parlatılmıştır. Zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra numune yüzey pürüzlülükleri Mitutoyo SJ 201P cihazı ile ölçülmüştür. Pürüzlülük değerleri (Ra) paslanmaz çelik, aratabakalar ve seramik için sırasıyla 0.34, 0.40 ve 1.64 olarak ölçülmüştür.

Seramik ve metal numuneler sabit yük altında vakum atmosferli fırın içerisinde birleştirilmiştir [11]. Fırın içerisinde oksijensiz bir atmosfer sağlanması amacıyla sıcaklık uygulanmadan fırın atmosferi öncelikle vakumlanıp daha sonra argon gazı ile doldurularak ve bu çevrim üç kez tekrarlanarak kaynak işlemine geçilmiştir. Birleştirme işlemi en düşük 850°C, orta sıcaklık 875°C ve en yüksek 900°C ve 0.2-2 MPa yük uygulanarak 45 dakikalık sürede fırın atmosferinde tutularak yapılmıştır. Deneyde fırının ısıtma ve soğutma oranı 10°C/dakika olarak uygulanmıştır. Kaynaklı numunelerin her birinin birleşme mukavemeti, kesme mukavemeti testiyle belirlenmiştir. Birleşmelerin kesme mukavemeti kesme test düzeneğinde 10 KN yük uygulama kapasiteli hassas Tritech 10 KN Wykeham Farrance makinesi ile yapılmıştır.

Kaynaklı birleştirmelerin mikroyapı incelemesi için kaynaktan sonra numuneler kaynak birleşimine dik olarak kesilmiş ve 1 µm elmas pasta ile parlatılarak alkol ile temizlenmiştir. Numunelerin mikroyapısı ve arayüzeydeki kimyasal bileşim değişimleri elektron mikroskobu (SEM-EDS) ile JEOL JSM 6060 cihazı kullanılarak yapılmıştır.

## 3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA (EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION)

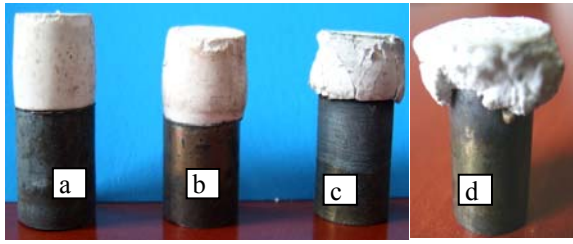
Gözenekli yapıya sahip seramik malzemeler yüksek saflıktaki (%99.09) SiO<sub>2</sub> tozları kullanılarak tek yönlü preste 5MPa yük uygulanarak 960°C sıcaklıkta 20 dakika süreyle sinterlenerek üretilmiştir. Seramik malzemeler yaklaşık 0.2–4.5 µm çaplarında ve yaklaşık %49 gözenekli olarak üretilmişlerdir. Elde edilen seramik numunelerin kesme mukavemeti 9,8 MPa olarak ölçülmüştür.

### 3.1. Difüzyon Kaynak Sıcaklığı (Diffusion Welding Temperature)

Tablo 1’de seramik ile paslanmaz çelik malzemenin difüzyon kaynağı birleştirme koşulları ve elde edilen birleşme mukavemet değerleri verilmiştir. Difüzyon kaynak sıcaklığı 850°C altında seçilip kaynak işlemi yapıldığında yeterli birleşme sağlanamamıştır. 900°C ve üzerindeki sıcaklıklarda yapılan birleştirmelerde ise özellikle seramik malzemedeki deformasyon ve çatlamların oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 1). Seramik malzemenin gözenekli yapısı nedeniyle difüzyon

**Tablo 1.** Farklı aratabakalar kullanılarak yapılan seramik-paslanmaz çelik difüzyon kaynağı sıcaklıkları ve deney sonrası elde edilen kesme mukavemeti değerleri

Aratabaka	Sıcaklık, °C	Basınç, MPa	Kesme mukavemeti, MPa
Ag	850	0.2	-
	875	0.2	9.7
	900	0.2	-
Cu	875	0.2	3.2
Ag-Cu-Ti	875	0.2	9.9
Ag	875	2	--



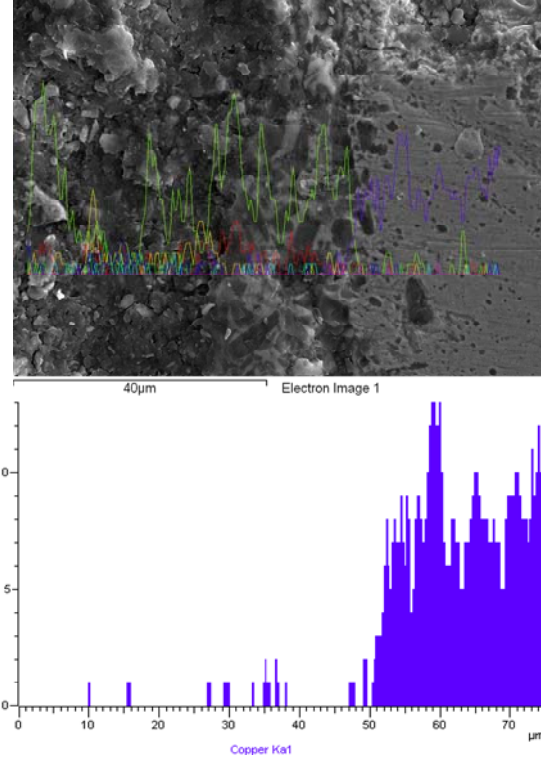
**Şekil 1.** Farklı sıcaklıklarda yapılan difüzyon kaynaklı numunelerin fotoğrafları (0.2 basınç, MPa, 45 dakika süre), a) 875°C, b) 900°C ve c) 925°C ve d) 875°C ve 2 MPa basınç altında deforme olmuş seramik malzemenin görünümü

kaynak sıcaklığının önemli olduğu açıktır. Çünkü 875°C altındaki sıcaklıklarda gözeneklere dolamayan aratabaka malzemesi tutunmak için yeterli bir yüzey temas alanı oluşturamamıştır.

Bu nedenle de arayüzeyde bağlanma sağlanamamaktadır. 875°C sıcaklıkta ise Ag ve Ag-Cu-Ti ötektik alaşımıyla yapılan aratabakalı birleştirmelerde birbirine yakın birleşme mukavemeti değerleri elde edilmiştir. 875°C üzeri sıcaklıklarda ise (900°C ve üzeri) seramik malzemenin gözenekli olması ve mukavemetinin düşük olması nedeniyle basınç altında deformasyona uğrayarak, çatlamakta ve kırılmaktadır. Bakır aratabaka kullanılarak yapılan seramik-metal bağlanmasında ise yapılan deney sıcaklığında (875°C) Cu ergime sıcaklığına ulaşmadığı için gözeneklere yeteri kadar dolamamış ve yeterli arayüzey bağlanması sağlanamamıştır.

### 3.2. Mikroyapı (Microstructure)

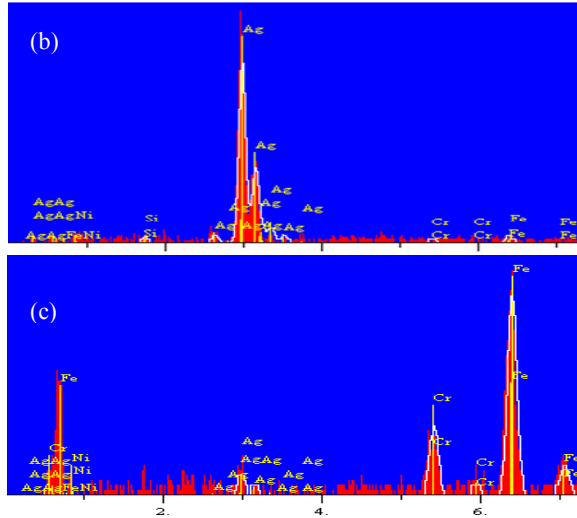
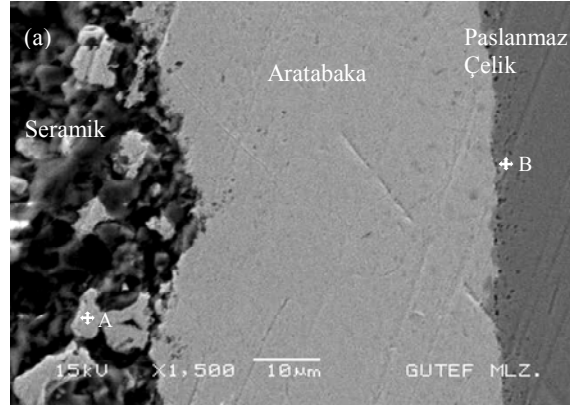
Şekil 2'deki SEM fotoğrafında seramik-Cu arayüzeyinde gözeneklere rastlanılmamıştır. Bunun sebebinin uygulanan sıcaklık ve yük altında bakırın deforme olarak seramik yüzeyine aktığı düşünülmüştür. Ancak EDS analizinde seramik tarafında çok az bakıra rastlanılmıştır. Bunun sebebi nin ise deney sıcaklığında bakırda ergime olmayıp infiltrasyonun gerçekleşmemesinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Sıvı faza geçmemiş olan bakır, seramik gözeneklerine infiltre olamamış, dolayısıyla



**Şekil 2.** Bakır aratabaka kullanılarak 0.2 MPa yük, 875°C sıcaklık ve 45 sürede yapılan seramik-paslanmaz çelik birleşiminin SEM görünümü ve EDS analizi

arayüzeyde konsantrasyon aniden düşmüştür. Bu nedenle de yeterli bir arayüzey bağı oluşamamıştır.

Ag ve Ag-Cu-Ti ötektik alaşımları kullanılarak yapılan difüzyon kaynak birleşimlerinde ise yeterli bir arayüzey bağının olduğu SEM mikroyapı fotoğrafları ve yapılan kesme testi sonuçları ile söylenebilir. Ayrıca bu bölgeden alınan EDS analizleri de seramik tarafına sıvı faz difüzyonunun gerçekleştiğini göstermektedir. Şekil 3'de Ag aratabaka kullanılarak 875°C, 0.2 MPa yük altında ve 45 dakika sürede yapılan Seramik-Ag-Paslanmaz çelik difüzyon kaynak birleşiminin SEM görüntüsü verilmiştir. SEM fotoğrafında sol tarafta seramik ortada Ag aratabaka ve sağ tarafta da paslanmaz çelik malzeme verilmiştir. Seramik tarafında gümüşün varlığı hem mikroyapı ve hem de EDS analizinde (Şekil 3b) görülmektedir. Arayüzeyde her iki tarafta boşluk-gözenek veya kalıntıların olmadığı açıktır. Yeterli bir arayüzey bağının olduğu hem SEM mikroyapısında ve hem de EDS analizlerinde açıkça görülebilmektedir. Mikroyapıdaki ölçeğe bakıldığında 100 µm kalınlığında yerleştirilen Ag aratabakanın 40-60 µm kalınlığa kadar incelendiği görülmektedir. Bu ise gümüşün deney sıcaklığında kısmi olarak ergiyip gözenekli olan seramiğin boşluklarına dolduğunu ve sıcaklığın düşmesiyle buralarda katılaşarak bağ oluşturduğu ve infiltrasyon veya sıvı faz difüzyonu yoluyla gümüş aratabaka ile seramik malzemenin bağlandığını göstermektedir (Şekil 3.b). Paslanmaz çelik ile gümüş aratabaka arayüzeyine bakıldığında

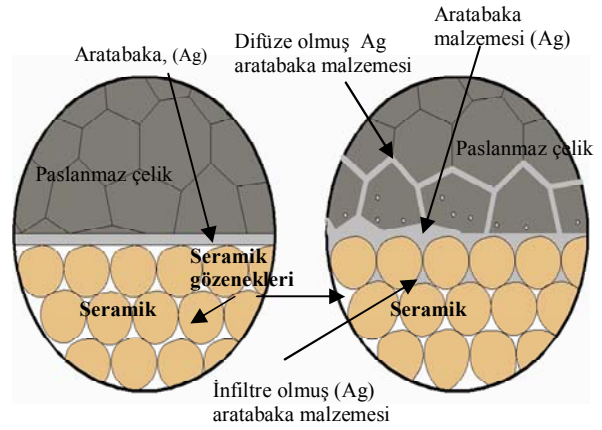


**Şekil 3.** Ag aratabakalı seramik-paslanmaz çelik difüzyon kaynak arayüzeyinin, a) SEM görünümü, b) A noktasının EDS analizi, c) B noktasının EDS analizi

ise SEM görünümünde fazla bir gözenek veya boşluk olmadığı tam bir temasın sağlandığı gözlenmektedir. EDS analizinde paslanmaz çelik tarafında gümüşün varlığı gümüşün difüzyonunun gerçekleştiğini ve yeterli bağın oluştuğunu göstermektedir (Şekil 3c).

### 3.3. Difüzyon Kaynağı Birleşme Mekanizması (Diffusion Bonding Mechanism)

Gözenekli bir yapı ile yoğun bir yapıya sahip malzeme çiftinin difüzyon kaynağında Şekil 3'de görüldüğü gibi infiltrasyonun ve difüzyonun birlikte olduğu bir mekanizma vardır. Arayüzeyde düşük ergime sıcaklıklı bir aratabaka kullanıldığında oluşan arayüzey birleşme mekanizmasının Şekil 4'de görüldüğü gibi sıvı faz difüzyonu ile gerçekleştiği düşünülmüştür. Bu mekanizmanın oluşumu Şekil 4'de şematik olarak ifade edilmiştir. Şekilde kaynaktan sonra seramik tarafında gözenekler infiltrasyonla dolmuş gümüşün varlığı ifade edilmiş ve bunun gerçekleştiği Şekil 3'deki SEM fotoğrafında da açıkça görülmektedir. Paslanmaz çelik tarafında ise gümüş aratabakanın difüzyonla birleşmeyi sağladığı görülmektedir.



**Şekil 4.** Seramik-metal aratabakalı difüzyon kaynak arayüzeyinin birleşme mekanizması

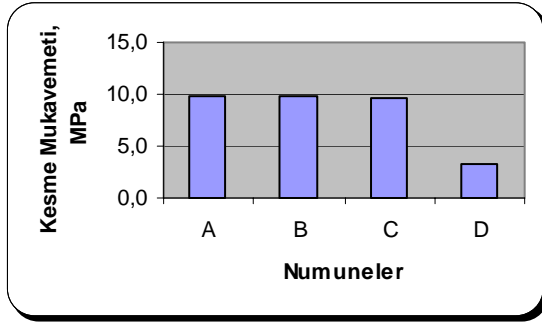
### 3.4. Kesme Testi (Shear Strength)

Difüzyon kaynağıyla birleştirilen seramik-paslanmaz çelik malzeme çiftine kesme testi uygulandığında oluşan kırılma yüzeyi Şekil 5'de görülmektedir. Burada genel olarak kırılmaların arayüzeyden olmayıp, seramik kısmında olduğu açıktır. Bu da arayüzeyde yeterli bir seramik-metal bağlanmasının oluştuğunu kanıtlamaktadır. Burada kırılmanın birleşme mukavemeti düşük olan seramik kısmında oluşması normaldir. Kırılma yüzeyinde dikkati çeken seramik tabaka kalarak kırılmış olmasıdır. Bu da difüzyon ve infiltrasyonla yeterli bir birleşme sağlandığının göstergesidir. Şekil 5'de Ag aratabakalı 0.2 MPa yük, 875°C sıcaklık ve 45 dakika sürede yapılan seramik-paslanmaz çelik arayüzeyinin kesme testi sonrası kırılma yüzeyi görülmektedir. Şekil 6'da ise kesme testiyle elde edilen kesme mukavemeti değerleri verilmiştir. Şekil 6'da grafikte görüldüğü gibi Ag-Cu-Ti ötektik alaşım aratabakalı kaynaklı birleştirme seramik ana malzemenin kesme mukavemeti ile aynı kesme mukavemeti değerini vermiştir. En düşük kesme mukavemeti değerini ise Cu aratabaka kullanılarak yapılan kaynaklı birleştirme vermiştir. Bu sonuçlarda elektron mikroskobu görüntüleri ile desteklenmektedir.



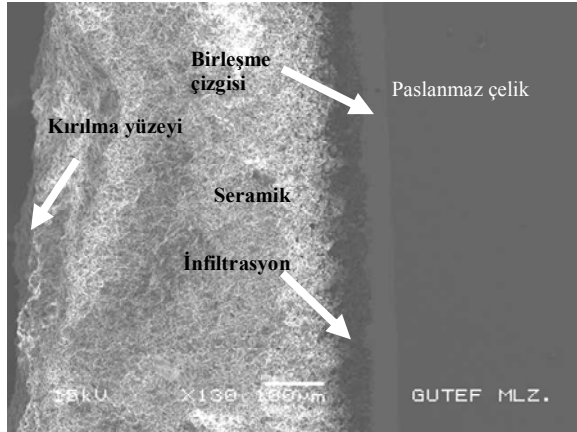
**Şekil 5.** Ag aratabakalı 0.2 MPa yük, 875°C sıcaklık ve 45 dakika sürede yapılan seramik-paslanmaz çelik arayüzeyinin kesme testi sonrası kırılma yüzeyi





**Şekil 6.** Difüzyon kaynağıyla birleştirilen Seramik-paslanmaz çelik numunelerin kesme testi değerleri, A:orijinal seramik malzeme, B: Ag-Cu-Ti Ag, C: Ag, D: Cu aratabakaları

kısımdan gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 7). SEM fotoğrafında infiltrasyonun ve difüzyonun gerçekleştiği görülebilmektedir. Kırılma yüzeyi birleşme yüzeyinden oldukça uzaktır. Bu bölgeden kırılmış olması difüzyon kaynağı birleşiminin başarılı olduğunu göstermektedir.



**Şekil 7.** Kesme testi sonrası oluşan kırılma yüzeyinin SEM görünümü.

#### 4. SONUÇ (CONCLUSION)

Gözenekli seramik ile paslanmaz çelik malzeme difüzyon kaynak yöntemiyle başarılı bir şekilde birleştirilmiştir. Kaynak işlemi esnasında 850°C ve altındaki sıcaklıklarda yeterli birleşme olmazken, 900°C ve üzeri sıcaklıklar da ve 0.2 MPa yükün üzerindeki basınç değerlerinde seramik malzemede uygulanan kaynak basıncının yüksek olması sebebiyle deformasyon ve kırılmalar meydana gelmiştir. Ag ve Ag alaşımları kullanıldığında seramik ile metal arasında iyi bir ıslatma, kısmi ergime gerçekleştirilerek, yeterli ıslatma sağlanmış ve mükemmel bir arayüzey bağı oluşmuştur. Kesme testi esnasında kırılmalar birleşme arayüzeyinden uzakta ve seramik malzemede oluşmuş, buda

birleşmenin başarılı olduğunu göstermiştir. En yüksek arayüzey birleşme mukavemetini Ag ve alaşımı Ag-Cu-Ti (9.6 ve 9,8 MPa) vermiştir.

#### TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından 106M147 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Zhang, Y., Feng, D., Zhi-yong, H., Xi-chun, C., "Progress in Joining Ceramics to Metals", **Journal of Iron and Steel Research**, 13 (2), 01-05, 2006.
2. Kliauga, A.M., Travessa, D., Ferrante, M., "Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti Interlayer/AISI 304 Diffusion Bonded Joint Microstructure Characterization of the Two Interfaces", **Materials Characterization**, 46, 65-74, 2001.
3. Feng, J., Zhang, L., "Interface Structure and Mechanical Properties of the Brazed Joint of TiC Cermet and Steel", **ECERS**, 26, 1287-1292, 2006.
4. Zhang, L., Feng, J., Zhang, B., Jing, X., "Ag-Cu-Zn Alloy for Brazing TiC Cermet/Steel", **Materials Letters**, 59, 110-113, 2005.
5. Zhang, L.X., Feng, J.C., He, P., "Brazing Temperature and Time Effects on the Mechanical Properties of TiC Cermet/Ag-Cu-Zn/Steel Joints", **Materials Science and Engineering, A**, 428, 1-2, 24-33, 2006.
6. Zhou, J.Z., Zhong, Z.H., Ge, C.C., "Silicon Doped Carbon/Cu Joints Based on Amorphous Alloy Brazing for First Wall Application", **Fusion Engineering and Design**, 82, 1, 35-40, 2007.
7. Mei, J., Xiao, P., "Joining Metals to Zirconia for High Temperature Applications", **Scripta Materialia**, Vol 40, 5, 587-594, 1999.
8. Fang, F., Zheng, C., Lou, H., Sui, R., "Bonding of Silicon Nitride Ceramics Using Fe-Ni/Cu/Ni/Cu/Fe-Ni Interlayers", **Materials Letters**, 47, 178-181, 2001.
9. Ozturk, K., Basu, B.S., Randall, C.A., and Mayo, M.J., "Diffusion Bonding of Rigid Zirconia Pieces Using Electroretically Deposited Particulate Interlayers", **Scripta Materialia**, Vol.41, 11, 1191-1195, 1991.
10. Jadoon, A.K., Ralph, B., Hornsby, P.R., "Metal to Ceramic Joining via a Metallic Interlayer Bonding Technique", **Journal of Materials Processing Technology**, 152 257-265, 2004.
11. Arik, H., Aydın, M., Kurt, A., Turker, M., "Weldability of Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>-Al Composites via Diffusion Welding Technique", **Materials and Design**, 26, 555-560, 2005.