

## **SÜREKLİ ALÜMİNA FİBERLERLE TAKVİYELİ ÇOK TABAKALI SERAMİK KOMPOZİTLERDE FİBER-MATRİKS ARA YÜZEYİNİN HASAR MEKANİZMALARINI VE MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİ**

**Cengiz KAYA<sup>a</sup>, Figen KAYA<sup>b</sup>, Ted BUTLER<sup>c</sup> ve Krishan K. CHAWLA<sup>d</sup>**

<sup>a</sup> Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Davutpaşa Kampüsü, Esenler, İstanbul, Türkiye

<sup>b</sup> Zonguldak Karaelmas Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji Mühendisliği Bölümü, Zonguldak, Türkiye

<sup>c</sup> The University of Birmingham, IRC in Materials Processing, Edgbaston, Birmingham, UK.

<sup>d</sup> University of Alabama, School of Engineering, Department of Materials, Birmingham, Alabama, USA.

### **ÖZET**

Bu çalışmada, hasır şeklindeki (woven) iki boyutlu alümina fiberlerle takviye edilmiş çok katlı alümina matris seramik kompozitlerde, fiberle matris arasında kullanılan değişik ara yüzey malzemelerinin hasar mekanizmalarını ve kırılma davranışını nasıl etkilediği araştırılmıştır. Bu amaçla hacimce % 40 oranında fiber içeren ara yüzeysiz, NdPO<sub>4</sub> ve ZrO<sub>2</sub> gibi iki değişik ara yüzey içeren çok katmanlı kompozit numuneleri oda ve 1300 °C’te eğme ve çekme deneylerine tabi tutulmuştur. Deneyler sırasında ara yüzey malzemesinin çatlağın yön değiştirmesi, fiberlerin matristen sıyrılması ve çatlağın durdurulması gibi tokluk artırıcı faktörlere etkileri mikroyapı analizleri ile belirlenmiştir. Çekme ve basma deneyleri sırasında kompozit içerisinde meydana gelen değişik hasar mekanizmaları ayrıca akustik emisyon tekniği kullanılarak ta analiz edilmiştir. Ara yüzey içermeyen numunelerde hasara karşı tolerans belirlenemezken NdPO<sub>4</sub> veya ZrO<sub>2</sub> ara yüzey malzemelerini içeren kompozitler hasara karşı tolerans davranışı sergilemiştir. Oda ve 1300 °C’te elde edilen mekanik özellikler bir birine çok yakın olup yüksek sıcaklıklarda yapılan deneylerden elde edilen mukavemet değerlerinde ciddi bir azalma görülmemiştir. Akustik emisyon analizlerinde, eğme ve çekme deneyleri sırasında kompozitlerde gevrek yapısı nedeniyle ilk olarak matriste mikro çatlakların oluştuğu, daha sonra fiber sıyrılmalarının ve delaminasyonun gerçekleştiği ve son olarak yüksek Elastik Modül ve mukavemetlerinden dolayı da fiberlerde kırılmanın meydana geldiği belirlenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Ara Yüzey, Fiber, Hasar, Mikroyapı, Seramik Kompozit

## THE EFFECTS OF MATRIX-FIBRE INTERFACE ON THE DAMAGE MECHANISMS AND MECHANICAL PROPERTIES OF CONTINUOUS ALUMINA FIBRE-REINFORCED MULTILAYER CERAMIC MATRIX COMPOSITES

### ABSTRACT

In the present work, the effects of the interface materials between fibre and matrix on damage mechanisms and mechanical properties of woven 2-D alumina fibre-reinforced multilayer alumina ceramic matrix composites were investigated. Multilayered composite specimens containing 40 vol.% fibre and two different interface materials,  $\text{NdPO}_4$  and  $\text{ZrO}_2$  were subjected to tensile and flexural tests at room and high temperature (1300 °C). The effect of the interface materials on toughening mechanisms, such as crack deflection, fibre-matrix debonding and crack arrest was evaluated by microstructural observations. Damage mechanisms that took place within the composites during tensile and flexural tests were also analysed using acoustic emission monitoring. Samples with no interface showed catastrophic failure whilst samples with either  $\text{NdPO}_4$  or  $\text{ZrO}_2$  interface indicated damage-tolerant behaviour. Similar mechanical properties were obtained from the samples tested at room and high temperature and no significant loss in strength was recorded for the sample tested at 1300 °C. During the acoustic emission tests on the samples subjected to flexural/tensile tests, it was found that due to brittle nature of the matrix, first matrix cracks formed then debonding/delamination and fibre pull-out took place before the fibres with high E fractured.

**Keywords:** Interface, Fibre, Damage, Microstructure, Ceramic Composites

### 1. GİRİŞ

Çevre kirliliğine ve küresel ısınmaya neden olan ve ‘sera gazlarının’ en önemli nedenlerinden biri olan  $\text{NO}_x$  gazlarının kaynağı, son yıllarda artan hava trafiğine paralel olarak gelişen hava taşımacılığı neden olmaktadır [1]. Uçak motorlarının yanma odalarındaki sıcaklığı yükseltebilmek ve böylece çok daha yüksek verimle çalışmasını sağlayacak süper alaşımları da içeren en son geliştirilen ileri teknoloji alaşımlarının kullanım sıcaklığı uzun ve güvenli kullanım sürelerinde 900-950 °C’ı geçmemektedir [2]. Bu nedenle uçaklardan atmosfere salınan zararlı gazların oranları düşürülememektedir. Bu tür yüksek sıcaklıklarda ve oksitleyici ortamlarda uzun süre hasar görmeden kullanılacak malzemelerin başında yüksek ergime sıcaklıkları deneniyle sürekli fiberlerle takviye edilmiş seramik kompozitler gelmektedir [3-5]. Bununla birlikte bu tür uygulamalar için geliştirilen kompozitlerde hasara karşı toleransın sağlanabilmesi için uygun fiber, ara yüzey ve matris malzemesinin çok iyi seçilmesi gerekir [6-8]. Özellikle arayüzey malzemesi olarak seçilen bileşiklerin fiber veya matrisle reaksiyona girmemesi arzulanan hasara karşı tolerans veya yüksek tokluk değerlerinin eldesi için kritik önem taşımaktadır. Bu çalışmada, yüksek sıcaklık uygulamaları için geliştirilen iki-boyutlu alümina fiberlerle takviye edilmiş çok katlı alümina matris seramik kompozitlerde, değişik fiber-matris arayüzey malzemelerinin kompozit malzemenin mekanik özelliklerine, kırılma davranışına ve hasar mekanizmalarına olan etkileri mekanik deneyler ve akustik emisyon incelemeleriyle araştırılmıştır.

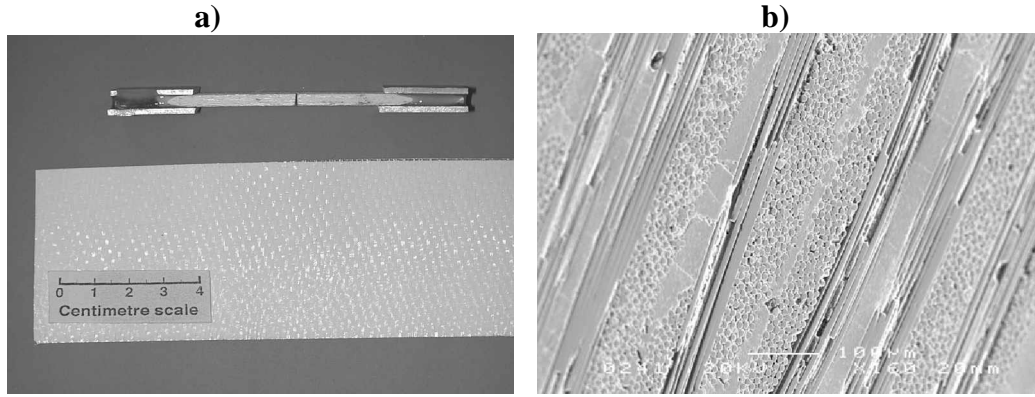
### 2. DENEYSEL ÇALIŞMA

Deneyleerde kullanılan kompozit numunelerinin fiber kaplama tekniğini de içeren üretim yöntemine ait detaylı bilgiler daha önce yayınlanan kaynaklarda açıklanmıştır [1-5]. Bu çalışmada seçilen kompozitler % 15 oranında porozite ve hacimce % 40 fiber içermekte (hasır

şeklinde örülmüş ve Nextel 720<sup>TM</sup> serisi olarak Amerika'daki 3M firması tarafından ticari olarak satılmaktadır), deney numunelerinin kalınlıkları 3 mm olup toplam tabaka sayısı 12'dir. Test edilen kompozitlerin genel ve mikroyapısını gösteren fotoğraflar Şekil 1'de verilmiştir. Çekme deneylerinde kullanılan numuneler deney sırasında numunenin çenelerden kaymasını önlemek için baş kısımlarından ince alüminyum levhalar içerisine polimerik esaslı özel bir bağlayıcı ile yapıştırılmıştır. Mekanik deneyler sırasında kompozit numune bünyesinde meydana gelen olaylar (çatlak oluşumu, fiber sıyrılması ve fiber kırılması gibi) yayılan dalgalar numune üzerine yerleştirilen iki sensör yardımıyla algılanarak, süre, enerji ve amplitud gibi parametrelerin kaydedilip akustik emisyon yardımıyla analiz edilmiştir. Akustik emisyon düzeneğinin genel şekli ve sensörlerin numune üzerinde yerleştirilmeleri Şekil 2'de verilmiştir. Verilen mekanik özelliklerin belirlenmesinde, her veri için 5 numune test edilmiş olup en düşük ve en yüksek değerler ihmal edilerek geri kalan 3 değerlerin ortalaması verilmiştir. Yüksek sıcaklık deneyleri cihaza monte edilen bir fırın içerisinde kontrolsüz atmosferde yapılmış olup akustik emisyon tekniğiyle hasar analizleri oda sıcaklığında çekme ve eğme numuneleri üzerine yerleştirilen sensörler vasıtasıyla yayılan dalgaların analiziyle gerçekleştirilmiştir (Şekil 2).

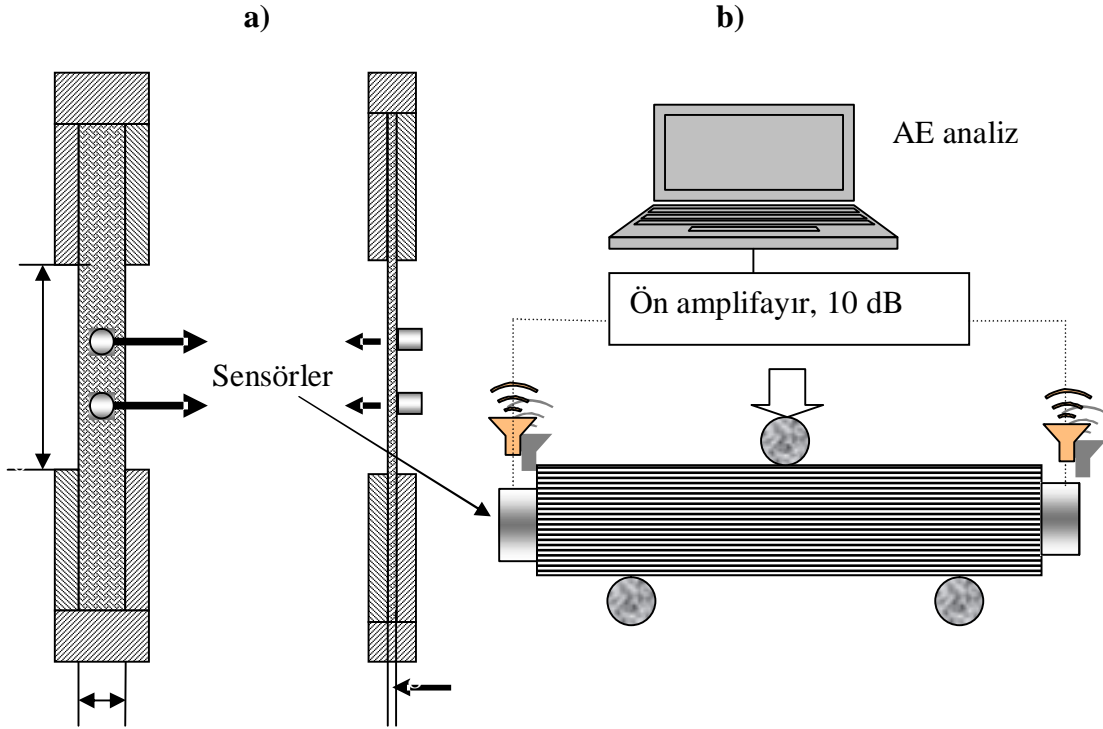
### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Şekil 1a'da kompozit paneli ve bundan kesilen çentik açılmış çekme test numunesi gösterilmekte olup b'de ise test numunelerinin taramalı elektron mikroskobunda çekilmiş mikroyapıları verilmektedir. Şekil 1b'de görüldüğü gibi kompozit numuneler mekanik özellikleri büyük oranda düşürebilecek boşluk ve makro çatlak gibi hatalar içermemektedir.



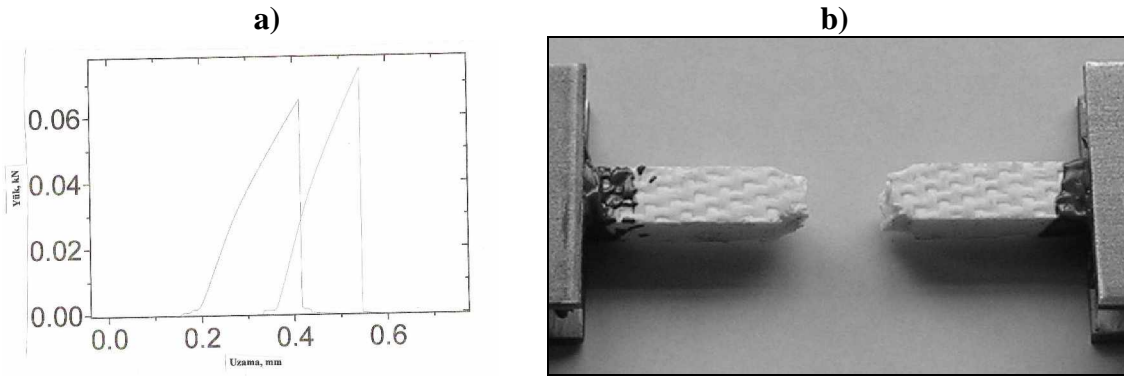
**Şekil 1.** Deneylerde kullanılan iki boyutlu hasır şeklindeki alümina fiberlerle takviye edilmiş alümina seramik matris kompozit panelinin görüntüsü (a) ve kompozitin parlatılmış yüzeydeki mikroyapısı (b).

Çekme ve eğme deneyleri sırasında kompozit numunelerde meydana gelen iç hasar mekanizmalarını (mikro çatlak oluşumu, fiber sıyrılmaları, fiber kırılmaları gibi) akustik emisyon tekniğiyle belirleyebilmek amacıyla, Şekil 2'de gösterildiği gibi sensörler deney numuneleri üzerinde uygun yerlere yerleştirilmiştir.



**Şekil 2.** Çekme (a) ve eğme (b) deneyleri sırasında sensörlerin numune üzerindeki konumları.

Mekanik özelliklerin belirlenmesi amacıyla öncelikle fiberle matris arasında herhangi bir arayüzey malzemesi içermeyen kompozitler oda sıcaklığında çekme ve basma deneylerine tabi tutularak yük-uzama diyagramları analiz edilmiştir.

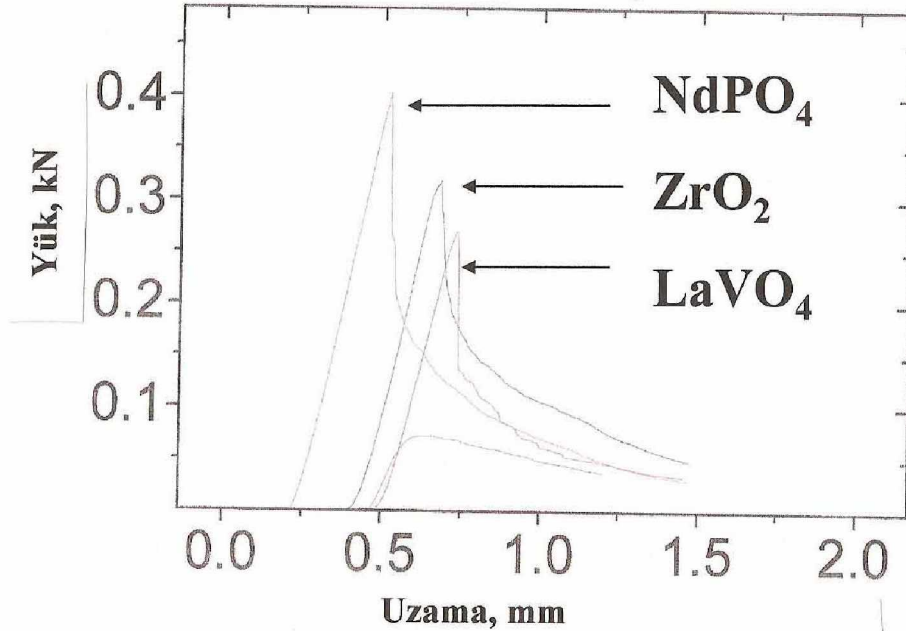


**Şekil 3.** Fiber-matris arayüzey malzemesi içermeyen kompozit numunelerin yük-uzama diyagramı (a) ve çekme deneyi sonucunda görülen kırılma davranışı (b).

Şekil 3a'da gösterildiği gibi arayüzey malzemesi içermeyen kompozit numuneler oda ve yüksek sıcaklıkta (1300 °C) hasara karşı herhangi bir tolerans göstermeyerek deney numuneleri çekme deneyi sırasında monolitik malzemelerde veya takviyesiz gevrek yapıli seramiklerde görülen davranışı sergileyerek herhangi bir enerji absorplama mekanizması göstermeksizin ani bir kırılma göstermişlerdir. Şekil3b'de çekme deneyi sonrası kompozit

numunenin kırılma davranışı çok daha açık biçimde görülmekte olup kırılma yüzeyinde sıyrılmış fiberlere rastlanmamıştır. Bunun nedeni, kompozit numunelerinin sinterlenmesi sırasında fiber yüzeyini saran herhangi bir arayüzey olmaması nedeniyle fiberle matris arasında difüzyon nedeniyle çok kuvvetli reaksiyonların meydana gelmesi ve buna bağlı olarak çekme deneyleri sırasında kompozit bünyesinde oluşan mikroçatlakların durdurulmasını veya yön değiştirmesini sağlayacak bir arayüzeyin olmayışıdır.

Şekil 4'te üç değişik arayüzey içeren numunelere ait yük-uzama grafiklerinden görüleceği gibi fiber-matris arasında arayüzey içeren kompozit numunelerde kırılma davranışı arayüzey içermeyen ve Şekil 3a'de gösterilen sonuçlardan çok farklıdır. Şekil 4'te gösterildiği gibi üç değişik arayüzey malzemesi kullanılarak elde edilen kompozit numunelerin (fiber hacim oranı tüm örneklerde %40 olarak sabit tutulmuştur) tamamı eğme deneyleri sırasında hasara karşı tolerans göstererek daha uzun sürelerde kırılma gerçekleşmiştir.

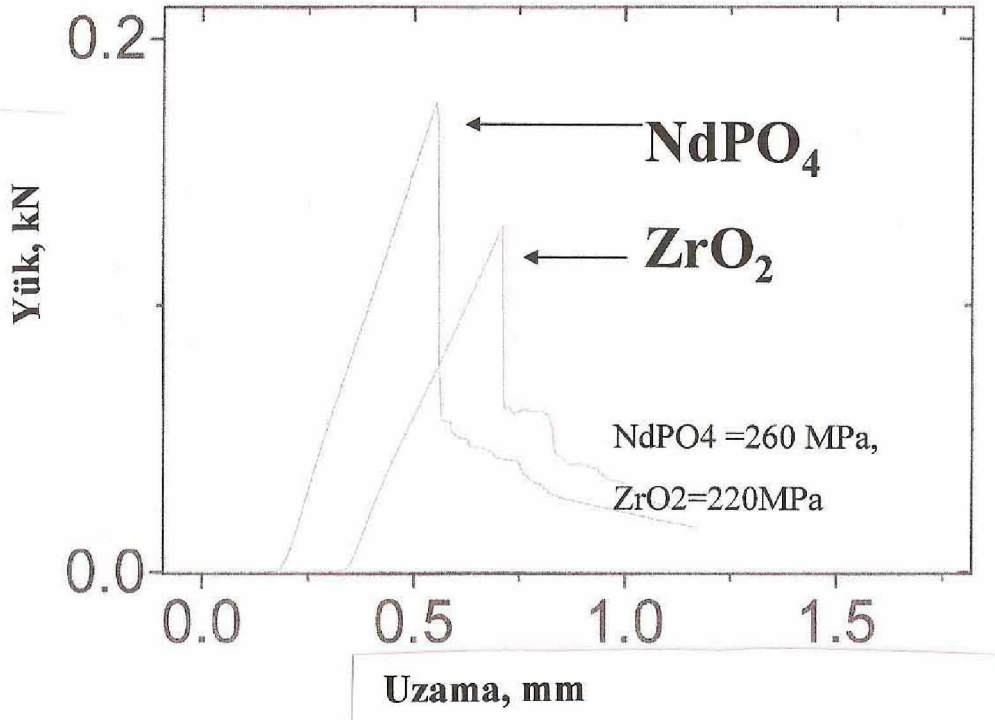


**Şekil 4.** Değişik arayüzey malzemelerinin kompozit numunelerde oda sıcaklığındaki eğme deneyi sırasındaki yük-uzama davranışı.

Sürekli fiberlerle takviye edilmiş seramik kompozitlerde tokluğu artırıcı pek çok mekanizmanın (çatlağın yön değiştirmesi, fiber matris sıyrılmaması ve yük transferi) arzulanan hasara karşı toleransın elde edilebilmesi için gerekli olduğu çok açıktır. Burada üzerinde çalışılan kompozit sisteminde bu mekanizmaların var olduğu Şekil 4'te verilen grafikte görülmektedir. Eğme deneyi sırasında matrisin gevrek olması nedeniyle ilk çatlakların hemen oluşacağı beklenmektedir fakat oluşan mikro ve makro çatlakların yapı içerisinde kırılmayla sonuçlanabilecek şekilde ilerlemeleri hem fiber matris arayüzey malzemesi tarafından çatlağın yön değiştirilmesi ve ayrıca fiberler tarafından da durdurulması ile engellendiği görülmektedir (Şekil 4).

Daha iyi hasara karşı tolerans gösteren iki arayüzey malzemesinin kullanılmasıyla elde edilen kompozitlerin 1300 °C'ta ve oksitli ortamda eğme deneyine tabi tutulmasıyla elde edilen yük-

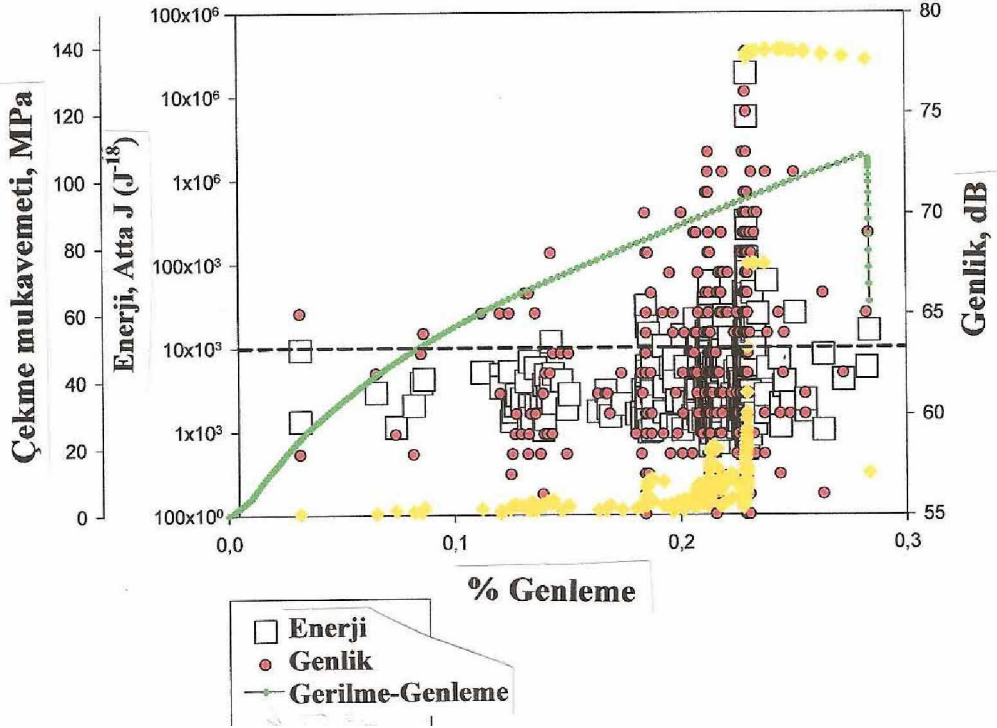
uzama grafiğinden görüleceği gibi (Şekil 5) oda sıcaklığında elde edilen davranışın benzeri elde edilmiştir. Bununla birlikte mukavemet değerlerinde bir miktar azalmanın olduğu da gözlenmiştir (NdPO<sub>4</sub> arayüzey içeren kompozitlerde oda sıcaklığındaki eğme mukavemeti 275 MPa ve 1300 °C'taki mukavemet ise 260 MPa olarak hesaplanmıştır). Seramik kompozitlerde yüksek sıcaklıklarda mukavemet kaybına neden olan en önemli etken seramik fiberlerde sıcaklığa bağlı olarak oluşan tane büyümesidir. Arayüzey malzemelerinin özellikle yüksek sıcaklıklarda fiberleri homojen olarak sarması nedeniyle zaten oksit esaslı olan fiberleri aşırı oksidasyondan koruduğu öngörülmüştür. Oda sıcaklığında görülen hasara karşı tolerans mekanizmalarının yüksek sıcaklıklarda da etkili olduğu Şekil 5'den görülmektedir.



**Şekil 5.** İki değişik arayüzey malzemesinin 1300 oC'ta yapılan eğme deneyi sırasında yük-uzama grafiğine etkisi.

Özellikle kritik yüksek sıcaklık uygulamaları için tasarlanan seramik kompozitlerde hasara uğrama mekanizmalarını ve bunların oluşum sıralarını belirleyebilmek kritik bir öneme sahiptir. Bunun için son yıllarda en yaygın olarak kullanılan yöntem olarak akustik emisyon tekniği öne çıkmaktadır. Şekil 2'de gösterilen düzeneğin oda sıcaklığında çekme deneyi sırasında kullanılmasıyla elde edilen akustik emisyon dataları Şekil 6'da verilmektedir. Değişik arayüzey malzemelerinin kullanılmasıyla elde edilen diyagramlarda belirgin farklılıklar gözlenmemiş olup NdPO<sub>4</sub> arayüzey malzemesini içeren kompozit numunelerine ait akustik emisyon dataları Şekil 6'ta sunulmuştur. Grafiğin birinci bölümündeki düşük enerjili ve daha düşük genlikli bölgeler eğme deneyi sırasında ilk olarak meydana gelen matris çatlaklarını karakterize ederken ikinci kısımda biraz daha yüksek enerjili bölgeler fiberlerin matristen sıyrılmalarını göstermektedir. Yüksek enerjili ve yüksek genlikli bölgeler ise yüksek mukavemetli seramik fiberlerin kırılmasını ve bunu takiben de kompozitte nihai kırılmanın gerçekleştiği görülmektedir. Grafiğin orta kısmında görülen yoğun faaliyetler

yapıda yoğun olarak bulunan fiberlerin demet veya tek olarak çatlağın ilerlemesine bağlı olarak matristen sıyrılmalarını karakterize etmektedir.



Şekil 6. Çekme deneyi sırasında kompozitin hasara uğrama mekanizmalarını açıklayan akustik emisyon tekniğiyle elde edilen diyagram.

Üzerinde çalışılan kompozit sisteminde takviye elemanı olarak kullanılan hasır şeklindeki fiberlerde her denet içerisinde 10 mikron çapında 1200 tane fiber bulunmaktadır. Bu nedenle tek tek sıyrılan veya kırılan fiberler veya demet halinde kırılan fiberler için harcanan enerjiler grafikte yüksek ve düşük enerjili bölgeler olarak görülmektedir.

#### 4. SONUÇLAR

Hasır şeklindeki iki boyutlu alümina fiberlerle takviye edilmiş çok katlı alümina matris seramik kompozitlerde, fiberle matris arasında kullanılan değişik ara yüzey malzemelerinin kırılma davranışına ve hasar mekanizmalarına olan etkileri incelenmiştir. Hacimce % 40 oranında fiber içeren ara yüzeyli, NdPO<sub>4</sub> ve ZrO<sub>2</sub> gibi değişik ara yüzey malzemeleri içeren çok katmanlı kompozit numuneleri oda ve 1300 °C'ta eğme ve çekme deneylerine tabi tutularak yapı-özellik ilişkileri irdelenmiştir. Ara yüzey içermeyen numunelerde hasara karşı tolerans belirlenemezken NdPO<sub>4</sub> veya ZrO<sub>2</sub> ara yüzey malzemelerini içeren kompozitler hasara karşı tolerans davranışı sergilemiştir. Oda ve 1300 °C'ta elde edilen mekanik özellikler bir birine çok yakın olup yüksek sıcaklıklarda yapılan deneylerden elde edilen mukavemet değerlerinde ciddi bir azalma görülmemiştir. Akustik emisyon analizlerinde, çekme deneyleri sırasında kompozitlerde gevrek yapısı nedeniyle ilk olarak matriste mikro çatlakların oluştuğu, daha sonra fiber sıyrılmalarının ve delaminasyonun gerçekleştiği ve son olarak yüksek Elastik

Modül ve mukavemetlerinden dolayı da fiberlerde kırılmanın meydana geldiği belirlenmiştir. Ara yüzey malzemesinin çatlağın yön değiştirmesi, fiberlerin matristen sıyrılması ve çatlağın durdurulması gibi tokluk artırıcı mekanizmaları sağlayarak hasara karşı tolerans sağladığı görülmüştür.

## KAYNAKLAR

1. Chawla, K.K., *Int. Mater. Rew.* 47, 19-21, 1995.
2. Kaya, C., Kaya, F., Su, B., Thomas, B., Boccaccini, A.R., *Surface and Coatings Technology*, 191 (2-3), 303-310, 2005.
3. Boccaccini, A.R., Kaya, C., Chawla, K.K., *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(8),997-1006,2001.
4. Boccaccini, A.R., Kaya, C., Kru ger, H.-G., *Chemie-Ingenieur-Technik*, 73 (5), 443-452, 2001.
5. Kaya, C., Kaya, F., Boccaccini, A.R., Chawla, K.K., *Acta Materialia*, 49 (7), 1189-1197, 2001.
6. Kaya, C., Boccaccini, A.R., Chawla, K.K., *Journal of the American Ceramic Society*, 83 (8), 1885-1888, 2000.
7. Evans, A.G., Marshall, D.B., *Progress in Materials Science*, 33, 85-90, 1989.
8. Chawla, K.K., Coffin, C., Xu, Z.R., *Int. Mater. Rew.*, 45, 165-189, 2000.