

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Fe-Nb-B ESASLI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tek. Öğr. Yasin YILMAZ

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Şaduman ŞEN

Haziran 2009

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Fe-Nb-B ESASLI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tek. Öğr. Yasin YILMAZ

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Bu tez 19 / 06 /2009 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Doç. Dr.
Ali Osman KURT
Jüri Başkanı

Doç. Dr.
Hüseyin ÜNAL
Üye

Doç. Dr.
Şaduman ŞEN
Üye

ÖNSÖZ

Toz metalurjisi bir çok endüstriyel alanda uygulama imkanı bulan yöntemlerden biridir. Bu çalışmada toz metalurjisi ve mekanik alaşımlama yöntemleri kullanılarak Fe-Nb-B esaslı malzemelerin üretilmesi hedeflenmiştir.

Çalışmaların yürütülmesi sırasında her aşamada büyük desteğini gördüğüm, tez danışmanım Doç.Dr. Şaduman ŞEN'e teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım sırasında tecrübe ve bilgilerinden faydalandığım Doç. Dr. Uğur ŞEN, Yrd. Doç. Dr. Şükran DEMİRKIRAN ve Yrd. Doç. Dr. Özkan ÖZDEMİR'e teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Ediz ERCENK'e ve Metal Eğitimi Bölümü'ndeki hocalarıma teşekkür ederim.

Bu tez Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu Başkanlığı (BAPK) tarafından 2008-50-01-030 kodlu proje ile desteklenmiştir.

Bu çalışma Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü (BOREN), 2008-Ç0145 numaralı projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir.

Ayrıca, yetişmemde büyük emeği olan ve elde ettiğim başarılarında her zaman büyük pay sahibi olan aileme sonsuz teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Haziran 2009
Yasin YILMAZ

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xiv
ÖZET.....	xv
SUMMARY.....	xvi
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
TOZ ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİ.....	3
2.1. Giriş.....	3
2.2. Toz Üretim Teknikleri.....	4
2.2.1. Mekanik üretim yöntemleri.....	5
2.2.1.1. Talaşlı imalat.....	6
2.2.1.2. Öğütme.....	6
2.2.1.3. Aşındırarak öğütme ve mekanik alaşımlama.....	9
2.2.1.4. Diğer darbeli teknikler.....	10
2.2.2. Atomizasyon.....	11
2.2.2.1. Döner disk atomizasyon yöntemi.....	11
2.2.2.2. Döner elektrod atomizasyon yöntemi.....	12
2.2.2.3. Vakum atomizasyon yöntemi.....	13
2.2.2.4. Su atomizasyon yöntemi.....	14
2.2.2.5. Gaz atomizasyon yöntemi.....	15

2.2.3. Fiziko-kimyasal yöntemle toz eldesi.....	16
2.2.4. Kimyasal tepkimelerle toz üretimi.....	17
2.2.4.1. Gaz altında katının ayrışması (doğrudan indirgeme)...	17
2.2.4.2. Termal ayrışma (karbonil).....	18
2.2.4.3. Sıvı fazdan çöktürme.....	18
2.2.4.4. Gazdan çöktürme.....	18
2.2.5. Elektrolitik yöntemle toz üretimi.....	19
2.3. Harmanlama ve Karıştırma.....	20
2.3.1. Kuru toz karıştırma.....	21
2.3.2. Sıvı bağlayıcılarla karıştırma.....	24
2.3.3. Karışım homojenliği.....	27
2.4. Toz Özellikleri.....	29

BÖLÜM 3.

MEKANİK ALAŞIMLAMA.....	39
3.1. Giriş.....	39
3.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması.....	41
3.2.1. Mikroyapı.....	44
3.2.2. Mekanik alaşımlama teknikleri.....	45
3.3. Mekanik alaşımlamada reaksiyon oranları.....	48
3.4. Mekanik alaşımlamanın parametreleri.....	49
3.4.1. Sıcaklık artışı.....	49
3.5. Mekanik Alaşımlamanın Kinetikleri.....	50
3.5.1. Difüzyon süreci.....	50
3.5.2. Kontak alanları boyutu.....	50
3.5.3. Reaksiyon ve kimyasal kinetikler.....	51
3.6. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları.....	51

BÖLÜM 4.

TOZ ŞEKİLLENDİRME VE SİNTERLEME.....	54
4.1. Giriş.....	54
4.2. Tek Eksenli Presleme.....	57
4.3. İzostatik Presleme.....	58

4.3.1. Soğuk izostatik presleme (CIP).....	58
4.3.2. Sıcak izostatik presleme (HIP).....	59
4.4. Sinterleme.....	61
4.5. Sinter Sonrası İşlemler.....	65
4.5.1. Gözeneklerin doldurulması.....	65
4.5.2. Yağ emdirme.....	65
4.5.3. Son ölçüye getirme ve baskı.....	65
4.5.4. Buharla işlem.....	66
4.5.5. Tekrar presleme.....	66
4.5.6. Talaş kaldırma işlemleri.....	66
4.5.7. Çapak alma.....	67
4.5.8. Birleştirme ve montaj.....	67
4.5.9. Isıl işlem.....	67
4.5.10. Yüzey kaplama işlemi.....	67

BÖLÜM 5.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	68
5.1. Giriş.....	68
5.2. Kullanılan Tozlar ve Çalışma Programı.....	68
5.3. Toz Karakterizasyonu.....	69
5.3.1. Tozların yoğunluk ölçümleri.....	70
5.3.2. Tozların mikroyapı incelemeleri.....	70
5.3.3. Tozların faz analizleri.....	71
5.4. Kompozit Tozların Üretimi.....	71
5.5. Kompozit Tozların Karakterizasyonu.....	72
5.5.1. Kompozit tozların yoğunluk ölçümleri.....	72
5.5.2. Kompozit tozların faz analizi.....	72
5.5.3. Kompozit tozların mikroyapı incelemeleri.....	72
5.6. Şekillendirme ve Sinterleme.....	73
5.7. Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu.....	74
5.7.1. Kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri.....	74
5.7.2. Kompozit malzemelerin faz analizleri.....	74
5.7.3. Kompozit malzemelerin yoğunluk ölçümleri.....	75

5.7.4. Kompozit malzemelerin sertlik ölçümleri.....	76
BÖLÜM 6.	
DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME.....	77
6.1. Giriş.....	77
6.2. Toz Karakterizasyonu.....	77
6.2.1. Tozların yoğunlukları.....	77
6.2.2. Tozların mikroyapıları.....	78
6.2.3. Tozların faz analizleri.....	78
6.3. Kompozit Tozların Karakterizasyonu.....	83
6.3.1. Kompozit tozların yoğunlukları.....	83
6.3.2. Kompozit tozların faz analizi.....	83
6.3.3. Kompozit tozların mikroyapıları.....	86
6.4. Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu.....	86
6.4.1. Kompozit malzemelerin mikroyapıları.....	87
6.4.2. Kompozit malzemelerin faz analizleri.....	123
6.4.3. Kompozit malzemelerin yoğunlukları.....	125
6.4.4. Kompozit malzemelerin sertlikleri.....	130
BÖLÜM 7.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	134
7.1. Sonuçlar.....	134
7.2. Öneriler.....	137
KAYNAKLAR.....	138
ÖZGEÇMİŞ.....	140

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

T/M	: Toz Metalurjisi
MA	: Mekanik Alaşımrama
XRD	: X Işını Kırınımı Analizi
EDS	: Enerji Saçınımlı X Işını Analizi
ODS	: Oksit Dağılımla Güçlendirilmiş
BOREN	: Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü
BET	: Brunauer-Emmet-Teller Analizi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
HIP	: Sıcak İzostatik Pres
CIP	: Soğuk İzostatik Pres
HV	: Vickers Sertlik
MPa	: Megapaskal

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Mekanik yöntemlerle üretilmiş tozların taramalı elektron mikroskop görüntüsü: a) öğütülmüş demir borür; b) talaşlı imalat ile elde edilmiş alüminyum tozları.....	5
Şekil 2.2.	Silindirik değirmende hareketin gösterilmesi.....	6
Şekil 2.3.	50 µm boyuta öğütülmüş niyobyum tozlarının taramalı elektron mikroskop görüntüsü.....	8
Şekil 2.4.	Döner disk atomizasyon yöntemi.....	12
Şekil 2.5.	Döner elektrod atomizasyon yöntemi.....	13
Şekil 2.6.	Vakum atomizasyon yöntemi.....	14
Şekil 2.7.	Su atomizasyon yöntemi.....	15
Şekil 2.8.	Gaz atomizasyon yöntemi.....	16
Şekil 2.9.	Elektrolitik toz üretimi.....	19
Şekil 2.10.	Titreşime bağlı boyut ayrışması.....	20
Şekil 2.11.	Üç farklı toz karıştırma yöntemi.....	22
Şekil 2.12.	İkili konik karıştırıcı.....	23
Şekil 2.13.	İşlem şartlarının karıştırma hızına etkisi.....	23
Şekil 2.14.	Toz bağlayıcı karışımları.....	25
Şekil 2.15.	İki uydu ve sigma bıçaklı karıştırıcılar.....	26
Şekil 2.16.	İkiz vidalı sürekli karıştırıcı.....	26
Şekil 2.17.	Karışımların artan homojenliğinin şematik gösterimi.....	28
Şekil 2.18.	Hall akışmetresi.....	31
Şekil 2.19.	Kullanılan tozların şeklinin ve spesifik yüzey alanının görünür yoğunluğa etkisi.....	32
Şekil 2.20.	Titreşimli yoğunluk ölçüm düzeneği.....	34
Şekil 2.21.	Darbe sayısının titreşimli yoğunluğa etkisi.....	35
Şekil 2.22.	ISO 3252 standardına göre partikül şekilleri.....	36

Şekil 3.1.	Yüksek enerjili atritörün şematik görünümü.....	42
Şekil 3.2.	Mekanik alaşımlamanın şematik gösterimi.....	42
Şekil 3.3.	Başlangıç tozları ve alaşımlama sonrasında deformasyon tavrılarının şematik gösterilişi.....	44
Şekil 3.4.	Alaşımlama zamanına bağlı olarak metal tozların homojenliği.....	45
Şekil 3.5.	Oksit dağılımla güçlendirilmiş demir alaşımlarının işleme tablosu.....	47
Şekil 3.6.	Mekanik alaşımlama sırasında kaynaklaşmanın şematik gösterilişi.....	49
Şekil 4.1.	Çeşitli metallerin sıkıştırma ile basınç – yoğunlaşma davranışları.....	55
Şekil 4.2.	Tozların sıkıştırılma esnasında kalıp içindeki davranışı.....	56
Şekil 4.3.	Birkaç kez preslenmiş küresel tanelerin presleme sonrası deforme olmuş halinin SEM görüntüsü.....	56
Şekil 4.4.	Tek eksenli toz sıkıştırma için tasarlanmış yuvarlak kesitli bir kalıp.....	57
Şekil 4.5.	İzostatik presin kesit görünüşü.....	59
Şekil 4.6.	Klasik sıcak izostatik presleme işleminin şematik gösterimi.....	60
Şekil 4.7.	Katı ve sıvı faz sinterleme sıcaklık bölgeleri.....	62
Şekil 4.8.	Sinterleme de itici güç $\Delta(\gamma A)$ altında sinterlemenin basit kurgusu.....	63
Şekil 4.9.	Sinterleme mekanizmaları.....	63
Şekil 4.10.	Sinter sıcaklığının bazı mikroyapısal ve mekanik özelliklere etkisi.....	64
Şekil 5.1	Deneysel çalışma programı.....	69
Şekil 5.2.	Atritör cihazı.....	72
Şekil 5.3.	Deneysel çalışmada kullanılan a) çelik kalıp ve b) üretilen numunelerin şematik gösterimi.....	73
Şekil 5.4.	Sinterleme işleminin şematik gösterimi.....	74
Şekil 6.1.	Ferro-bor tozlarının (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizi.....	79
Şekil 6.2.	Ferro-niyobyum tozlarının (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizi.....	80
Şekil 6.3.	Ferro-bor tozlarının x ışınları paterni.....	81

Şekil 6.4.	Ferro-niyobyum tozunun x ışınları paterni.....	82
Şekil 6.5.	K2 bileşiminin x ışınları paterni.....	84
Şekil 6.6.	Karşılaştırmalı x ışınları paterni.....	85
Şekil 6.7.	K2 bileşimindeki kompozit tozun (a), (b) SEM mikrografı ve (c) EDS analizi.....	87
Şekil 6.8.	K1 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C'de 30 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	90
Şekil 6.9.	K2 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c)1350°C'de 30 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	91
Şekil 6.10.	K3 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C'de 30 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	92
Şekil 6.11.	K1 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C'de 60 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	93
Şekil 6.12.	K2 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C'de 60 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	94
Şekil 6.13.	K3 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C'de 60 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	95
Şekil 6.14.	K1 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300, (c) 1350 ve (d) 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	96
Şekil 6.15.	K2 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300, (c) 1350 ve (d) 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	97
Şekil 6.16.	K3 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300, (c) 1350 ve (d) 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterleme sonrası dađlanmamış ve dađlanmış numunelerin optik mikrografları.....	98

Şekil 6.17.	1250°C’de 30 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	99
Şekil 6.18.	1300°C’de 30 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	99
Şekil 6.19.	1350°C’de 30 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	100
Şekil 6.20.	1250°C’de 60 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	100
Şekil 6.21.	1300°C’de 60 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	101
Şekil 6.22.	1350°C’de 60 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	101
Şekil 6.23.	1250°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	102
Şekil 6.24.	1300°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	102
Şekil 6.25.	1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	103
Şekil 6.26.	1400°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dađlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları.....	103

Şekil 6.27.	K1 bileşiminde iki yönlü basınç altında (a)1000°C'de 120 dakika ve (b) 1050°C'de 60 dakika süreyle sinterlenen numunelerin optik mikrografları.....	104
Şekil 6.28.	K1 bileşiminde 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a), (b) SEM görüntüsü ve (c-h) EDS analizleri.....	106
Şekil 6.29.	K2 bileşiminde 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a),(b) SEM görüntüsü ve (c-g) EDS analizleri.....	110
Şekil 6.30.	K3 bileşiminde 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a), (b) SEM görüntüsü ve (c-g)EDS analizleri.....	114
Şekil 6.31.	K2 bileşiminde iki yönlü basınç altında 1050°C'de 60 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a), (b) SEM görüntüsü ve(c-e) EDS analiz sonuçları.....	118
Şekil 6.32.	1350 °C'de 120 dakika süreyle sinterlenen K1 numunesinin noktasal analiz yapılan bölgede elementlerin dağılımını gösteren x- ışını haritası.....	121
Şekil 6.33.	K2 numunesinin iki yönlü basınç altında 1050°C'de 60 dakika süreyle sinterlene numunenin noktasal analiz yapılan bölgede elementlerin dağılımını gösteren x- ışını mikroyapıları.....	122
Şekil 6.34.	K2 bileşimindeki numunenin (a) 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen (b) 1050°C' de 60 dakika süreyle iki yönlü basınçla sinterleme sonrası XRD paternleri.....	124
Şekil 6.35.	K1 bileşimine sahip numunenin farklı sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	127
Şekil 6.36.	K2 bileşimine sahip numunenin farklı sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	127
Şekil 6.37.	K3 bileşimine sahip numunenin farklı sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	128
Şekil 6.38.	1250°C'de sinterlenen numunelerin bileşime ve sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	128
Şekil 6.39.	1300°C'de sinterlenen numunelerin bileşime ve sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	129

Şekil 6.40.	1350°C’de sinterlenen numunelerin bileşime ve sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	129
Şekil 6.41.	1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş K1 bileşimine sahip numunenin mikrosertlik ölçümü.....	132
Şekil 6.42.	1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş K2 bileşimine sahip numunenin mikrosertlik ölçümü.....	132
Şekil 6.43.	1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş K3 bileşimine sahip numunenin mikrosertlik ölçümü.....	133
Şekil 6.44.	1000°C’de 120 dakika süreyle iki yönlü basınç altında sinterlenen K2 bileşimindeki numunenin mikrosertlik ölçümü.....	133

TABLÖLAR LİSTESİ

Tablo 5.1.	Kullanılan tozların bileşimleri.....	69
Tablo 5.2.	Hazırlanan kompozit tozların bileşim oranları.....	71
Tablo 6.1.	Tozların yoğunlukları.....	77
Tablo 6.2.	Kompozit tozların yoğunlukları.....	83
Tablo 6.3.	Kompozit malzemelerin yoğunlukları.....	126
Tablo 6.4.	Kompozit malzemelerde NbFeB fazlarının sertlik değerleri.....	131

ÖZET

Anahtar Kelimeler: Toz metalurjisi, Mekanik alaşımlama, Fe-Nb-B

Toz metalurjisi, metal işleme teknolojileri arasında çok büyük farklılık gösteren bir üretim tekniğidir. Literatürde borür esaslı kompozit malzemelerin ferro alaşımlardan üretimi son derece sınırlıdır. Ti, Nb, Cr, V ve W elementlerinin karbürleri ile sınırlıda olsa çalışmalar mevcuttur. Fe-Ti-TiC esaslı kompozit malzemenin kesici takım uygulamaları ve aşınma uygulamalarında kullanılabileceği belirtilmektedir. Bunun yanında niyobyum borürler, yüksek ergime sıcaklığı, yüksek sertlik, yüksek elektrik iletkenliği ve süper iletkenlik özelliğine sahiptirler. Bu amaçla çalışmada aşınma ve korozyona dirençli Fe-B-Nb esaslı kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Çalışmalar, Bor Araştırma Enstitüsü projesi kapsamında yürütülerek projenin ilk aşaması olan malzeme üretimini kapsamaktadır. Bu amaçla ilk aşamada karakterizasyonları yapılan ferro-bor, ferro-niyobyum ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak atritörde 20 saat süreyle mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Farklı bileşimlerde hazırlanan kompozit toz karışımları Ø6x9mm boyutlarda 60MPa basınç altında preslenerek şekillendirilmişlerdir. Numuneler 1250, 1300, 1350 ve 1400°C’de 30, 60 ve 120 dakikayla kontrollü atmosferde sinterlenmek suretiyle kompozit karakterdeki Fe-B-Nb esaslı malzemeler üretilmiştir. Kompozit malzemelerin karakterizasyonları, mikroyapı (optik ve elektron mikroskobu (SEM-EDS), faz analizi (XRD), yoğunluk (Archimed) ve sertlik (vickers mikrosertlik) gibi özellikleri incelenerek gerçekleştirilmiştir. 1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenen malzemelerde tüm analiz ve testler açısından oldukça iyi özelliklere ulaşılmıştır.

PRODUCTION OF Fe-Nb-B BASED COMPOSITES AND INVESTIGATIONS OF THEIR PROPERTIES

SUMMARY

Keywords: Powder metallurgy, Mechanical alloying, Fe-Nb-B

Powder metallurgy is a production technique differs from the other production techniques. In the literature, there are a few studies about boride base composite coatings from the ferrous alloys. Furthermore, there is some limited study about Ti, Nb, Cr, V and W carbides. It is explained that the Fe-Ti-TiC based composites can be used for cutting tools and some abrasive applications. In addition, Niobium borides have got high melting points, high hardness, good electrical conductivity and super conductivity properties. For this reason, in the present study, it was aimed that the production of the Fe-B-Nb based composites with high wear and corrosion resistance. Present study is a production step of the project supported by National Boron Research Institute of Turkey. In the present study, Ferrous-Niobium, Ferrous-Boron and Iron powders were mixed in some defined percentages and grinded in an attritor for 20 h. Composite powders prepared different compositions were green shaped pressed in a mold at the dimensions of $\text{Ø}6 \times 9$ mm under the pressure of 60MPa. Pressed samples were sintered at 1250, 1300, 1350 and 1400°C for 30, 60 and 120 min in the controlled atmosphere (Ar). So, Fe-Nb-B based composite materials were prepared. Prepared composite materials were investigated metallographically (Optical and SEM study), phase analysis were realized by X-ray diffraction analysis, densities was measured with a four digit balance using Archimed formulas and hardness of the composites was measured with Vickers micro-hardness tester. Best results for the composite materials produced at 1350°C for 120 min sintering conditions are defined.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Borür esaslı kompozit malzemelerin ferro alaşımlardan üretimi son derece sınırlıdır. Bununla birlikte, Fe, Ti, Nb, Cr, V ve W elementlerinin karbürleri ile sınırlıda olsa çalışmalar mevcuttur. Roberta Licheri ve arkadaşları, Fe-TiC kompozitler konusunda çalışmalar yapmıştır [1]. L. Contreras ve arkadaşları Fe-Ti-TiC esaslı kompozit seramik malzemeler üzerine çalışmıştır. Bu çalışmada elde edilen kompozit malzemenin kesici takım uygulamaları ve aşınma uygulamalarında kullanılabileceğini açıklamışlardır [2]. Benzer olarak demirin TiB_2 ile olan kompozitlerinde de son derece yüksek aşınma direnci ve sertlik değerlerine ulaşıldığı görülmektedir [3]. Bu konuda yapılan çalışmalar sınırlıdır.

Ülkemiz bor madeni bakımından dünya rezervlerinin yaklaşık %72'si gibi önemli bir orana sahip olmakla birlikte dünya borat üretiminin ancak %18'ini gerçekleştirebilmektedir [4].

Ferro-bor ağırlık bakımından %10-20 arasında bor ihtiva eden bir demir-bor alaşımıdır. Ferro-bor parlak gümüş rengindedir. Ancak uzun süre rutubetli havada kalırsa, parlak gümüş rengi kaybolur ve yüzeyin rengi kırmızı lekeler içeren mat griye dönüşür.

Ferro bor ilk olarak 1893 yılında Henri Moissan tarafından karbon astarlı ve tek fazlı bir elektrik ark fırınında elde edildi. Günümüzde ticari boyutlu ferro bor üretimi iki ana metodla yapılmaktadır. Bu metodlar; karbotermik reaksiyon ve alüminotermik reaksiyon metodlarıdır [5].

Ferro bor ; çelik, dökme demir, sürekli manyetik malzemeler ve amorf metallerin üretiminde kullanılır. Dünyada üretilen ferro borun yarısından daha fazlası çelik üretiminde kullanılır. Çeliğin kompozisyonuna bor katılması, fırından potaya alınan

sıvı çeliğin içine ferro bor ilave etmekle sağlanır. Çok düşük oranlarda katılan bor ; çeliğin su alma derinliğini artırır ve ayrıca çökelme sertleşmesi sağlar.

FeB ortorombik kristal yapısına, Fe₂B ise tetragonal kristal yapısına haizdir. Fe₂B'nin bileşiminde %9, FeB'nin bileşiminde ise %16 bor bulunur. İkili denge diyagramına göre, yüzde 9-16 arasında bor içeren alaşımın faz yapısı Fe₂B ve FeB kristallerinden ibarettir. Yüzde 16'dan fazla bor içeren alaşım ise FeB ve B kristallerinden oluşur [5].

Niyobyum diboridler hekzagonal kafes yapısına sahip olmakla birlikte yüksek ergime sıcaklığı, yüksek sertlik, yüksek elektrik iletkenliği ve süper iletkenlik özelliğine sahiptirler. Yapılan araştırmalar sonucunda 6 tip niyobyum borür tespit edilmiştir. Bunlar; Nb₃B₂, NbB, Nb₅B₆, Nb₃B₄, NbB₂ ve Nb₂B₃' olarak belirlenmiştir [6,7]. NbB₂ fazının ergime derecesinin 2900 °C, yoğunluğunun ise 7,6 gr/cm³ olduğu bilinmektedir [8]. Çok yakın bir tarihte; 39 K sıcaklıkta MgB₂' den süper iletkenlik özelliğinin keşfedilmesi ile değişik metal-B₂ (diborat) bileşikleri hakkında yeni uygulamaların yapılması gerekli hale gelmiştir. (M=Be, Al, Nb, Mo, Ta, Ti, Hf, V ve Cr). Bu diboratlar arasında, 8K sıcaklıkta farklı NbxB' lerin kimyasal bileşimlerinin yanma sentezlemesi neticesinde süper iletken fazlar elde edilmiştir. İlerleyen zaman ve enerji birikimleri ile saf ve yüksek saflıkta üretilen yüksek sıcaklıklarda meydana gelen yanmalar neticesinde üretilen, çekici alternatif geleneksel metotlarla üretilen gelişmiş materyaller içeren borürler, karbürler, nitrürler, hidrürler, silikatlar, karbonitrürler ve intermetalik yapıya sahip malzemeler üretilmektedir [9].

Bu çalışma BOREN 2008-Ç0145 nolu proje kapsamında gerçekleştirilmiş olup, çalışmada Fe-B-Nb esaslı kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Bu amaçla kullanılan ferro-bor, ferro-niyobyum ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulup şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde kontrollü atmosferde sinterlenmek suretiyle kompozit karakterdeki Fe-B-Nb esaslı malzemeler üretilmiştir. Malzemelerin karakterizasyonları, mikroyapı, faz analizi, yoğunluk ve sertlik gibi özellikleri incelenerek gerçekleştirilmiştir.

BÖLÜM 2. TOZ ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİ

2.1. Giriş

Toz metalurjisi (T/M), çeşitli metal işleme teknolojileri arasında en farklı üretim tekniğidir. Yüksek kaliteli ve karmaşık parçaların ekonomik olarak üretilebilmesi, toz metalurjisini cazip kılmaktadır [10]. Toz metalurjisi (T/M) en basit tanımıyla, ortalama tane boyutu 150 mikrondan daha küçük, katı ve toz formundaki metal, alaşım veya seramiğin, şekli ve özellikleri önceden belirlenmiş bir parçaya dönüştürülmesi işlemidir. Geleneksel T/M işlemleri genel olarak toz üretimi, tozların tutulabilir bir “preform” halinde şekillendirilmesi ve partiküller arasında difüzyonun gerçekleşmesini sağlamak amacıyla ergime derecesi altındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılmak suretiyle sinterlenmesi basamaklarından oluşur.

Altın, bakır, bronz gibi metal tozları ve birçok oksit tozu bilinen tarihin en başından beri pigment olarak dekoratif seramiklerde, boya ve mürekkep üretiminde kullanılmıştır. Altın tozuna en eski el yazmalarında rastlanabilmektedir. Bu tozların nasıl üretildiğine dair bir kanıt olmamasına rağmen metalin ergitilmesinden sonra granüle edilmesiyle üretildiği tahmin edilmektedir. İnsanoğlu tozların üretimini başardıktan ve bunları çeşitli amaçlarla kullandıktan sonra çekiçleme ile bu tozların katı bir yapı oluşturacak şekilde bir araya geldiğini keşfetmiştir. Arkeolojik kanıtlara göre T/M yöntemi ilk defa M.Ö.2500 yılı civarında Persler tarafından kullanılmıştır [11].

Toz metalurjisi modern çağlardaki ilk önemli ticari kullanım alanlarından birini 1910 yılında üretilen lambalarda tungsten flamanların bu yöntemle üretilmesiyle yakalamıştır. Bu teknoloji 1920'lerde büyük miktarda gözenekli bronz mil yatağı kovanlarının üretilmesi ile büyük aşama kaydetmiştir. İkinci dünya savaşı sırasında çok çeşitli alanlarda demir esaslı ve demir dışı malzemeler ve kompozitlerin T/M

yöntemiyle üretiminde büyük gelişmeler yaşanmış ancak savaş sonrası 1960'lara kadar durağan bir gelişme göstermiştir. O zamandan bugüne T/M teknolojisi hızlı şekilde gelişmektedir. Toz metalurjisi, toz malzemelerden hızlı, ekonomik ve büyük miktarlarda ve istenilen hassasiyette parça üretimini sağlayan bir yöntemdir. Üretilen parçalara ikincil işlemler uygulanabilir, örneğin, haddelenerek sac haline getirilebilir, ekstrüzyon ile çubuk haline getirilebilir veya izostatik presleme ile daha kompleks geometride parçalar üretilebilir. Toz metalurjisi işlemi üretim sonrası işlem gereksiniminin minimum düzeyde olması, birim maliyetin düşük olması, parçanın kimyasal kompozisyonunun dolayısıyla mekanik ve fiziksel özelliklerinin homojen olması, istenilen kompozisyonlarda üretim yapılabilmesi gibi avantajları nedeniyle günümüzde en çok rağbet gören imal yöntemlerinden biridir [11].

2.2. Toz Üretim Teknikleri

Toz üretim yöntemi üretilen tozun boyutu, şekli, saflığı, mikro yapısı, maliyeti ve diğer özelliklerini belirler. Uzun zamandan beri kullanılan toz üretim yöntemleri ve çok küçük, hatta nano-ölçekli toz üretimi amacıyla geliştirilmiş yeni üretim tekniklerinden bahsedilmektedir.

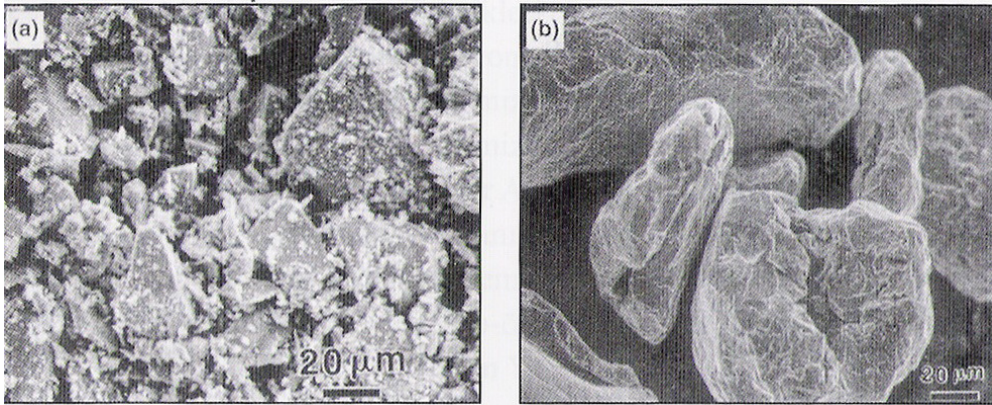
Bir tozun nasıl üretildiğinin bilinmesi o tozun boyutu ve şekli gibi özelliklerinin başlangıçta tahmin edilmesini sağlar. Hemen her malzeme toz haline getirilebilir, fakat belirli bir malzemeyi toz haline getirmek için seçilen yöntem; maliyet, tepkimeler ve istenen özellikler gibi faktörlerin karışımına bağlıdır. Toz üretiminde kullanılan ana yöntemler, mekanik öğütme, kimyasal tepkime, elektrolitik biriktirme, sıvı atomizasyonu ve buharı yoğunlaştırma.

Bütün toz üretim yöntemlerinde, yeni yüzey alanı oluşturmak amacıyla enerji harcanmaktadır. Maalesef bütün yöntemlerin verimi düşüktür, bu sebeple, toz oluşturmak için gereken enerji yeni oluşturulan yüzey enerjisinden birkaç kat büyüktür. Bir toz üretim yönteminin diğerlerine göre seçilmesi yöntemin anlaşılmasına, ekonomikliğine, elde edilen tozların özelliklerine ve bu özelliklerin kullanım yeri ihtiyaçlarını ne ölçüde karşılayabildiğine bağlıdır [12].

2.2.1. Mekanik üretim yöntemleri

Dört ana mekanik öğütme yöntemi vardır: darbe, aşındırarak öğütme, kesme ve basma. Darbe, malzemeye çekiçle vurma gibi çok hızlı ve anlık uygulamaları içerir ve malzeme küçük parçalara ayrılır. Aşındırarak öğütme, aşındırıcıların bir biri üzerinde sürtünme hareketi sayesinde parçacıkların boyutunun küçülmesidir. Kesme, talaşlı imalatta olduğu gibi kesme işlemi ile malzemenin parçalanmasıdır. Diş dolgu malzemesi amalgamlarda kullanılan gümüş gibi pek çok metal tozu önceden tormalama ile elde ediliyordu. Kesme ile oluşturulan tozların büyük olma eğilimi vardır. Sonucu olarak, basma kuvvetleri ile bir malzeme kırılma noktasına kadar deformasyona uğratıldığında toz haline gelir.

Darbe, aşındırarak öğütme, kesme ve basma mekanizmaları mekanik toz üretim yöntemlerinde birlikte oluşur. Milimetre ebatlarında toz boyutu için çekiçli kırıcılar uygundur, fakat 1 – 100 µm boyut aralığında toz üretmek için karıştırılmalı bilyeli öğütücüler ve diğer yoğun öğütme cihazları daha uygundur. Şekil 2.1’de öğütülmüş demir borür ve talaşlı imalat ile üretilmiş alüminyumda görüldüğü gibi mekanik yöntemler ile üretilen tozlar düzensiz şekillidir [12].



Şekil 2.1. Mekanik yöntemlerle üretilmiş tozların taramalı elektron mikroskop görüntüsü: a) öğütülmüş demir borür; b) talaşlı imalat ile elde edilmiş alüminyum tozları [12]

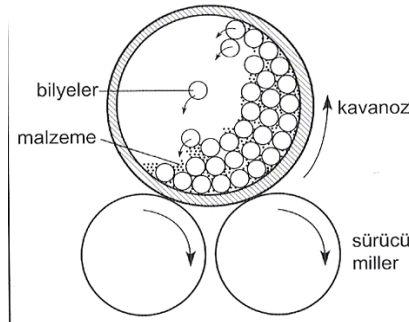
2.2.1.1. Talaşlı imalat

Haddelenmiş malzemelerin talaşlı imalatında kesme ile düzensiz şekilli iri tozlar elde edilir. Metal işleme tekniklerinde ortaya çıkan çok miktarda talaş hurdası metal tozu için büyük bir kaynaktır. Bu hurdalar kimyasal tekniklerle temizlenir ve boyut küçültmek için öğütülürler. Aslında, öğütme ile parçacık boyutunu veya şeklini değiştirmek yaygındır.

Talaşlı imalat, kütüklerin parçalanmasında kolay bir tekniktir. Bu sebeple küçük ölçekli toz üretimi için kullanışlıdır. Hava ve işleme sıvılarından kaynaklanan kimyasal kirlilikleri de içeren toz özelliklerinin kontrolünün zayıflığı bu yöntemin olumsuz tarafıdır. Talaşlı imalat, toz üretimi için birinci seçenek değildir. Diğer taraftan verimsiz ve yavaştır. Bununla birlikte, başka işlemlerden elde edilen hurdaların değerlendirilmesinde uygundur. Talaşlı imalatla üretilen tozların kullanım alanı bazı polimerler ve sert metallerdir.

2.2.1.2. Öğütme

Öğütme, sert bilyeler, çubuklar veya çekiçler kullanılarak yapılan mekanik darbe işlemini kapsar ve gevrek malzemelerden toz üretmede kullanılan klasik bir yöntemdir. En basit cihaz Şekil 2.2.'de görüldüğü gibi, içerisine bilyeler ve öğütülecek malzeme doldurulan kavanoz öğütücü değirmendir [12].



Şekil 2.2. Silindirik değirmende hareketin gösterilmesi [12]

Kavanoz döndükçe bilyeler toz malzemeye sürekli olarak çarpar ve daha küçük parçacıklara ayrılır. Öğütme ile gevrek malzemelerin kırılması için gerekli darbe gerilmesi malzemenin kusur yapısına ve çatlak ilerleme davranışına bağlıdır:

$$\sigma = \left(\frac{2 E r}{D} \right)^{1/2} \quad (2.1)$$

burada E elastik modül, r kusur boyutu veya toz içindeki çatlak ucu boyutu ve D parçacık boyutudur. İri parçacıkları kırmak için daha az darbe gerilmesi gerekir. Öğütme sırasında boyut küçüldükçe gerekli olan gerilme değeri artar. Sonuçta, belirli bir işletme şartında öğütücü asimtotik en az bir boyuta ulaşır ve daha uzun süre çalışması boyutu değiştirmez. Parçacık boyutu küçüldükçe daha yavaş öğütme davranışı çok küçük tozların üretiminde değirmenlerin tercih edilmesini önler.

Bir tozun öğütülmesi için gerekli bağıl enerjinin belirlenmesinde kullanılan basit bir bağıntı vardır. İlk parçacık boyutu (D_I) ile başlayıp son parçacık boyutuna (D_F) ulaşmak için gerekli enerji (W) deneye dayalı bir denklem ile tahmin edilebilir;

$$W = g \left(\frac{1}{D_F^a} - \frac{1}{D_I^a} \right) \quad (2.2)$$

burada g malzeme, bilyeler, öğütücü tasarımı ve öğütme şartlarına bağlı bir katsayıdır. Üs değer olan a genellikle 1 ve 2 arasındadır. Bir tozun öğütülmesinde gerekli enerji, başlangıç tozu ve istenen boyut değişimini de kapsayan birçok değişkene bağlıdır.

Öğütme bir çok sünek malzeme için kullanışlı değildir, çünkü bu tür malzemeler kırılarak ufalma yerine şekil değiştirir veya topaklanır. Ayrıca sistemin verimi de düşük olup, çoğunlukla %1 – 3 arasındadır. Gevrek malzemeler daha kolay öğütüldüklerinden, malzemeleri gevrekleştirilmiş olarak öğütme daha uygundur. Örneğin, titanyum hidrojene maruz kaldığında gevrekleşir ve öğütme sonrası hidrojen malzemedan uzaklaştırılabilir. Birçok malzeme bu şekilde gevrek tersinir hidrürler oluştururlar [12].



Şekil 2.3. 50 µm boyuta öğütülmüş niyobyum tozlarının taramalı elektron mikroskop görüntüsü [12]

Şekil 2.3.'te gösterilen köşeli niyobyum tozları böyle bir hidrür tekniği ile öğütülmüş ve sünek metalden gevrek malzemelere özgü köşeli parçacıklar elde edilmiştir.

Bilyeli öğütme ve kavanoz içinde öğütmede kavanozun dönme hızı en fazla darbe hızını sağlayacak şekilde ayarlanır. Bu hız bilyeleri kavanozun en üst noktasına taşıyarak öğütülen malzemelerin üzerine düşecek şekilde olmalıdır. Çok yavaş dönme hızında bilyeler kavanozun çeperinden geri yuvarlanır, çok hızlı dönme hızında ise merkezkaç kuvvetinin etkisiyle bilyeler aşağıya düşmeden kavanoz ile birlikte döner. Enerjinin büyük bir kısmının ses ve ısıya dönüşmesinden dolayı bilyeli öğütme verimsizdir. En uygun dönme hızı değirmen çapının karekökünün tersine göre değişir. En uygun öğütme için;

- Bilye çapı toz çapının 30 katı kadar olmalıdır.
- Bilyeler kavanoz hacminin yaklaşık yarısını doldurmalıdır.
- Öğütülecek malzeme kavanoz hacminin yaklaşık %25'ini doldurmalıdır.

Öğütülecek tozlar bilyeler arasındaki boşlukları doldurur. Bu doldurma oranları bilye kütlesi ve bilye temas sayısı veya öğütmeyi sağlayan çarpışma sayısı arasında iyi bir denge değerini verir [12].

Akışkanlar veya koruyucu ortamlar oksitlenmeyi azaltmak ve öğütmeye yardımcı olmak amacıyla kullanılır. Öğütme ile elde edilen tozlar sert, düzensiz şekilli ve zayıf akma ve paketlenme özelliğine sahip olduğundan öğütme sonrası tavlama işlemi gerekebilir. Diğer bir problem ise kavanoz ve bilyelerden kaynaklanan kirliliktir. Bilyeler ve değirmen öğütülecek malzemeden seçilerek kirlenme azaltılabilir. Öğütme, tavlama sonrası toz topraklarının dağıtılması amacıyla yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu işlem genellikle borürler, karbürler, nitrürler, oksitler ve intermetalikleri kapsayan gevrek malzemelere uygulanır.

2.2.1.3. Aşındırarak öğütme ve mekanik alaşımlama

Oksit dağılımı ile güçlendirilmiş malzemeler gibi parçacık takviyeli kompozitler yüksek sıcaklık sürünme dayanımı nedeniyle uzun zamandır kullanılmaktadır. Bu kompozitlerin üretiminde ana yapının her yerinde sert parçacıkların homojen dağılımını elde etmek zordur. Öğütme teknikleri bu kompozitleri üretmek amacıyla geliştirilmiştir. Hareketli bilyeler arasındaki aşındırma ile alaşımlı kompozit parçacıkları üreten mekanik alaşımlama, bu amaçla başarılı bir tekniktir. İşlem, karıştırmalı bir değirmene konulmuş bilye ve element tozlarının karışımı ile başlar. Mikroskobik ölçekte tekrarlanan çarpışma, soğuk kaynak ve kırılma olayları istenilen kompozit tozları üretir [12].

Başlangıçta karışım halinde olan parçacıklar fazların dağılımı ile kaplanmış parçacık haline gelirler. Diğer öğütme tekniklerinden farklı olarak, soğuk kaynak ve kırılma arasındaki denge, parçacık boyutunu oldukça sabit tutar. Homojen ürün elde etmek için gerekli öğütme zamanı t , tahrik milinin dönme hızına (N), aşağıdaki şekilde bağlıdır;

$$t = C \frac{d^2}{N^{1/2}} \quad (2.3)$$

Burada d öğütücü bilye çapını ve C ise işlem detayları ile değişen deneysel bir sabiti ifade eder. Bilye çapı küçüldükçe öğütme zamanı azalır. Bu teknik, enerji açısından verimli değildir, ancak ürün özel bir kompozit olabilmektedir. Belirli şartlar altında;

yarı kararlı, nano ölçekli (tane boyutu 100 nm altında) veya amorf (kristal yapısı olmayan) tozlar mekanik alaşımlama ile elde edilebilmektedir.

Diğer mekanik toz üretim tekniklerinde olduğu gibi mekanik alaşımlamada da kirlilik sorun olabilir. Bilyeler, karıştırma mili, kolları ve tank, öğütücü toz ile aynı malzemeden yapılarak kirlilik en aza indirilebilir. Organik bir akışkanın (heptan veya alkol gibi) ortam olarak seçilmesi, mekanik alaşımlamada öğütme ve kaynaklanma arasındaki dengeyi sağlamak için önemlidir. Muma benzer basit polimerler ve strearik asit gibi yağ asitleri ortamı dengelemede başarılı olmaktadır. Tozların aşırı iş-sertleşmiş ve köşeli olmasına rağmen, sıcak yoğunlaştırma teknikleri ile yoğunlaştırılmaları mümkündür.

2.2.1.4. Diğer darbeli teknikler

Gevrek malzemeler için yüksek hızlı gerinme darbesi uygulayan toz üretim teknikleri kullanışlıdır. Zayıf malzemeler 1 mm parçacık boyutuna indirmek için çeneli kırıcıları kullanmak iyi bir uygulamadır. Parçacık boyutunu daha da küçültmek amacıyla sert kanatçıklı yüksek hızlı darbeli öğütücüler kullanılır, ancak üretim hızları düşüktür. Soğuk akış yaklaşımında, parçacıklar süpersonik hızlarda soğuk ve sert bir hedefe çarptırılır. Yüklenen tozlar yaklaşık 7 MPa basınçlı gaz beslemesi ile ivmelenir. Ürün genellikle boyut olarak 10 µm üzerindedir ve yuvarlak fakat düzensiz şekillidir. Soğuk işlem sıcaklığı malzemeyi daha gevrek yapma eğilimindedir ve darbeli öğütmeye katkıda bulunur. Bu teknik alevle püskürtme tozlarının (koruyucu kaplama tozları) ve filtreler için paslanmaz çelik tozlarının üretiminde kullanılır.

Darbeli tekniklerin değişik bir uygulaması kendinden-darbeli öğütme veya jet öğütme olarak bilinir. İki farklı toz akışı karşılıklı olarak birbiri üzerine yönlendirilir. Momentum, parçacıkları yüksek hızlı çarpışmaya taşır. Bu yöntemin amacı hedef malzemeden kaynaklanan kirlenmeyi önlemektir. Bu yaklaşımı gevrek malzemelerden 50 µm boyut aralığında tozlar üretilir [12].

2.2.2. Atomizasyon

Bu yöntemde sıvı metalin başka bir katı yüzeye çarpmadan önce küçük damlacıkların hızlı bir şekilde katılması ile elde edilir. Bu ise sıvı metalin, bir gaz veya sıvı akışkan jeti ile parçalanmasını sağlamak suretiyle gerçekleştirilir. Kullanılan gaz çeşitleri genellikle argon, azot veya hava, sıvı olarak ise su kullanılır. Püskürtme açısı ve konisi, akışkan hızı, debisi, akan metalin kalınlığı gibi bir çok parametrenin kontrolü ile çok farklı boyutlarda toz üretimi mümkündür. Katılma hızına bağlı olarak parçacığın şekli küresel halden, su veya düşük ısı kapasiteli gaz kullanılması halinde ise daha düzensiz parçacığa kadar farklılık gösterebilir.

Pratikte bu yöntem ergitilebilen bütün metallere uygulanabilir, ticari olarak üretilen tozlar arasında, demir, takım çelikleri, alaşım çelikler, bakır, pirinç, bronz ve alüminyum, kurşun, kalay çinko ve kadmiyum gibi diğer düşük ergime dereceli metal tozları sayılabilir. Krom gibi kolay oksitlenebilen metaller içeren alaşımlar, argon gibi asal gaz altında gittikçe artan oranda üretilmektedir.

Atomizasyon yönteminin avantajlarından biri de alaşım tozlarının ergitilmesinde rahatlıkla kullanılabilmesidir, bu yöntemle üretilen tozların bileşimleri her bir toz tanesinde aynı kalmaktadır [13].

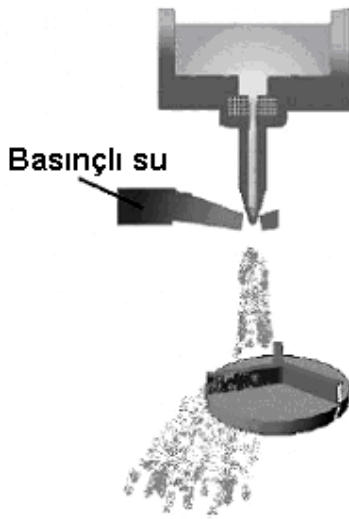
2.2.2.1. Döner disk atomizasyon yöntemi

Atomizasyon için değişik yöntemler kullanılabilir, bunların içinde önemli bir yer tutan yöntem olarak merkezkaç kuvvetinin etkisiyle toz metal üretimini sağlayan döner disk yöntemini görmekteyiz. Bu yöntem içinde de iki ayrı üretim tekniği vardır, bunlardan biri belli bir miktarda sıvı metal toz oluşturacak kadar merkezkaç kuvvete tabi tutulur, diğer yöntemde ise ergimiş metal sürekli olarak dönen bir disk veya koni üzerine akıtılır, buradan saçılan metalin toz haline gelmesi sağlanır (Şekil 2.4).

Bir potadan tandişe aktarılan sıvı metal, tandiş altındaki memeden dönen bir disk üzerine akıtılır. Disk üzerindeki set ve yarıklara çarpan sıvı metal parçalanarak

şekildeki gibi saçılır. Saçılan metal parçacıklar nozülünden çıkışta bazen su ile soğutulurak birbirine yapışmadan katılaşmaları sağlanır. Sıvı metali mekanik olarak parçalamakta uygulanan basit bir yol da katılma sırasında karıştırmaktır.

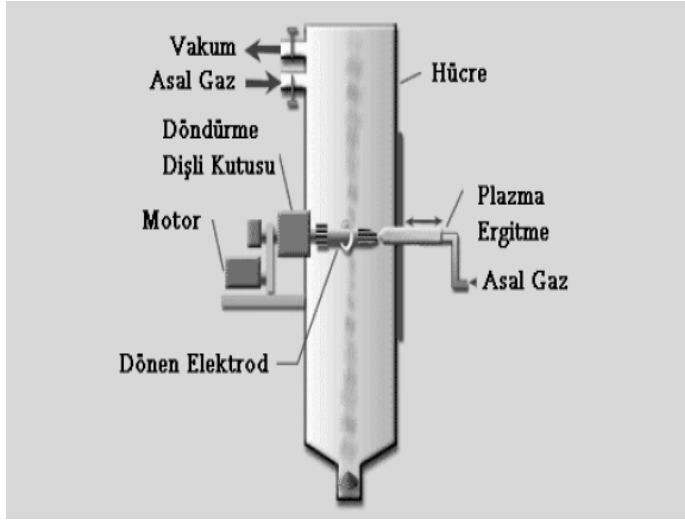
Örneğin alüminyum katılırken karıştırılırsa toz haline gelir. Eğer bir alaşım söz konusu ise karıştırma katılma aralığında yapılır. Alüminyum, çinko, kalay gibi metallerin bu yolla çok şekilli tozları elde edilebilir [13].



Şekil 2.4. Döner disk atomizasyon yöntemi [13]

2.2.2.2. Döner elektrod atomizasyon yöntemi

Bu yöntemde tozu elde edilecek metalden yapılmış bir elektrod ile ergimeyen tungsten elektrod arasında ark oluşturulur (Şekil 2.5). Ergiyen elektrodun döndürülmesiyle, elektrik arkı altında bunun ucunda oluşan metal damlaları savrulur ve tankta toplanır. Oksidasyonu önlemek için toz toplama tankı genellikle helyum, argon gibi bir asal gazla doldurulur. Bu yöntemle küresel ve oldukça eşit tane iriliğinde metal tozu üretmek mümkün olmaktadır [13].

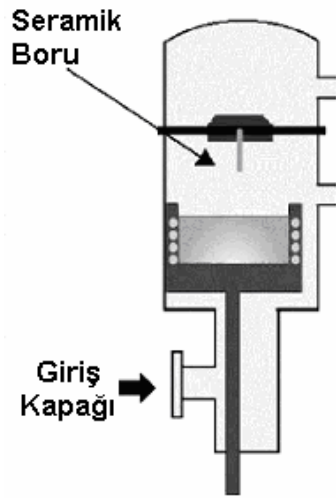


Şekil 2.5. Döner elektrod atomizasyon yöntemi [13]

2.2.2.3. Vakum atomizasyon yöntemi

Bu yöntemde Şekil 2.6'da görüldüğü gibi silindirik bir tankın alt kısmında sıvı metal potası, üst kısmında da vakum atomizasyon odası bulunmaktadır. Her iki bölüm sıvının geçeceği memeyi taşıyan bir plaka tarafından bölünmüştür. Memenin alt kısmında ona bağlı bir seramik boru bulunmaktadır.

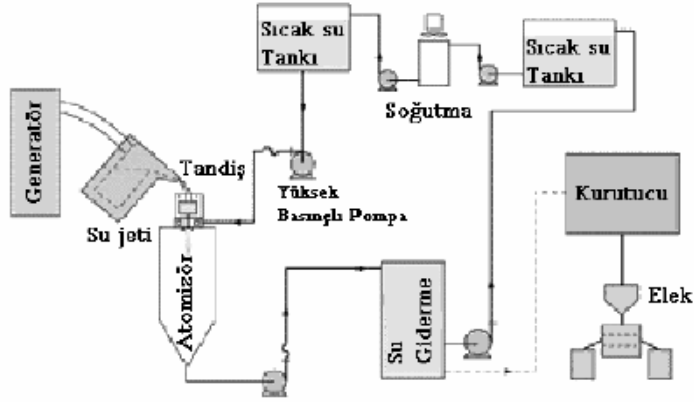
Vakum altındaki sıvı metal önce belirli bir sıcaklığa kadar indüksiyon akımı ile ısıtılır, bundan sonra bu bölüme hidrojen gazı doldurulur. Potadaki sıvı metalde bu hidrojen gazı çözüldükten sonra potayı yukarı taşıyan mil potayı yukarı iterek seramik boruyu potaya daldırır. Üst kısımda vakum olduğu için ergimiş sıvı metal memeden geçerek parçalanarak pulverize olur ve soğur. Böylece metal ve alaşımlarından ince küresel tozlar üretilebilmektedir [13].



Şekil 2.6. Vakum atomizasyon yöntemi [13]

2.2.2.4. Su atomizasyon yöntemi

Sıvı metali pulverize etmek için bu yöntemde basınçlı su kullanılır. Şekil 2.7'de yöntemin temel prensibi şematik olarak gösterilmektedir. Ergitme ocağından tandiçe, buradan da bir nozülünden geçerek akan sıvı metal demetine belirli açıda basınçlı su püskürtülerek pulverize olması sağlanır. Kimyasal ve fiziksel özellikleri değiştirebilmek için suya bazı katkıları yapılabilir. Özel memelerden püskürtülen suyun basıncı 5,5-20 MPa, hızı 70-230m/s, debisi ise 110-380 litre/dakika değerleri arasında değişir. Kullanılan su filtre edilip soğutulduktan sonra tekrar kullanılabilir. Atomize edilen sıvı metal paslanmaz çelikten yapılan bir tankta toplanır. Metal tozunu oksidasyondan korumak için tanka azot gazı doldurulabilir. Sıvı metalin aktığı memenin şekli ve suyu püskürten üfleçlerin tipi elde edilecek metal tozunun boyutlarını, boyut dağılımını ve şeklini etkilemektedir [13].



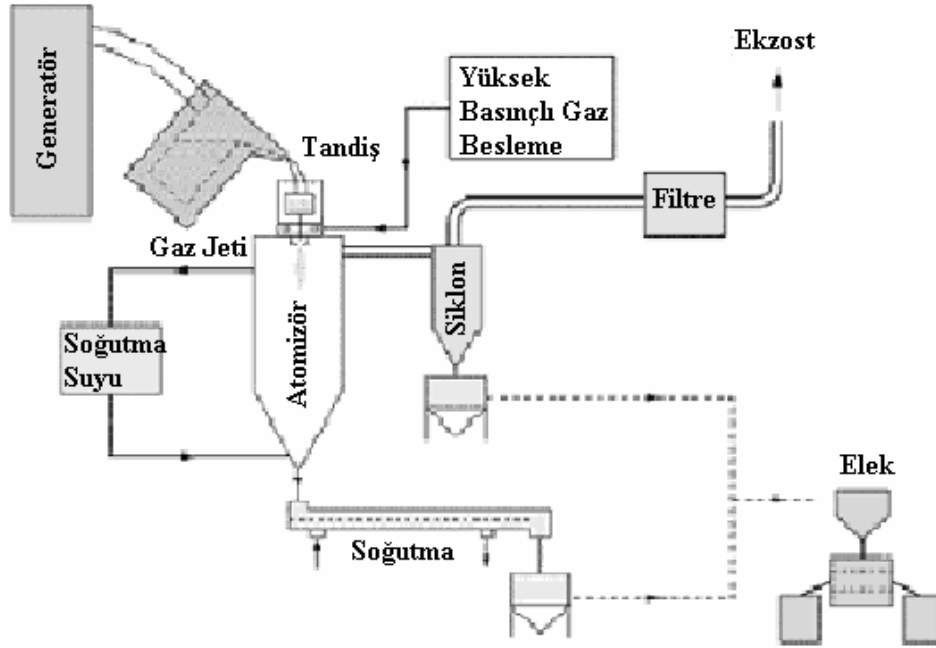
Şekil 2.7. Su atomizasyon yöntemi [13]

2.2.2.5. Gaz atomizasyon yöntemi

Basıncılı gaz ile atomizasyon da prensip olarak su atomizasyon yöntemine benzer, ancak burada akışkan olarak su yerine gaz kullanılır. Gaz yerine, su buharı veya hava da kullanılabilir. Basıncılı gaz ile atomizasyonu Şekil 2.8'deki gibi şematik olarak gösterilmiştir.

Sistemin birbirine püskürtme memesi ile irtibatlı düşey olarak üst üste bulunan iki odası vardır. Üstteki odada sıvı metal potası bulunmakta, alttaki odada ise atomizasyon işlemi yapılmaktadır. Her iki oda da vakum pompasına bağlantılı olup oksidasyonu engellemek için işlem vakum altında yapılmaktadır. Sıvı metal potası ve atomizasyon memesi yüksek frekanslı indüksiyon bobinleri ile sıcak tutulmaktadır. Atomizasyon odasında oluşan fazla buharı ve yüksek basıncı atmak için emniyet ventilinden yararlanılmaktadır. Bu ventilin bulunduğu borunun diğer ucu siklon ve filtre üzerinden atmosfere veya bir emişe bağlıdır [13].

Basıncılı gaz tüpünden boru ile memeye ulaşan gaz potadaki sıvı metali beraberinde sürükleyerek atomizasyon odasına pulverize ederek dağıtır. Soğuyan metal tozu bu odanın tabanındaki bir hazne içinde toplanır. Pulverize edilen metal tozlarının birbirine yapışmaması şekillerinin bozulmaması için atomizasyon odasının boyutları dikkatli seçilmelidir. Süper alaşımlar için kapalı devre argon gazı kullanılır.



Şekil 2.8. Gaz atomizasyon yöntemi [13]

Takım çelikleri ve paslanmaz çelikler için ise daha ucuz olması bakımından argon veya argon gazı karışımı kullanılır. Sıvı metal atomizasyon gazının bir kısmını absorplayabilir, bu gaz daha sonra vakum altında uzaklaştırılabilir.

Su atomizasyon yönteminde olduğu gibi gaz atomizasyon yönteminde de üfleçlerin özellikleri elde edilecek tozun şeklini yakından etkilemektedir. Genellikle istenen tane boyutu olabildiğince ince toz üretmektir, bunun için ise süpersonik üfleçler geliştirilmiştir. Bu sayede çok ince boyutlu toz elde edilir [13].

2.2.3. Fiziko-kimyasal yöntemle toz eldesi

Bu yöntemde bileşenler organik bir bağlayıcı ile fiziksel olarak bir bağ oluşturacak şekilde karıştırılır, sistemdeki solvent uçurularak kalan malzeme elekten geçirilir. Üfleme sırasında bağlayıcının yanması sağlanır. Bu yöntem daha çok NiAl ve AlSi-polyester tozlarının eldesinde kullanılır. Püskürtme ile kurutma yöntemi tozların toprak haline getirilmesinde yaygın olarak kullanılmaya başlamıştır. Bulamaç haline getirilen karışım döner bir püskürtücüden geçirilir, oluşan bulut karşıdan verilen

sıcak hava ile tozların ayrılması ve hava akımı ile taşınmaları sağlanır. Bu yöntem zirkonya gibi seramik malzemelerde ve WC Kobalt gibi sert metallerde kullanılır. Toz genellikle küreseldir, fakat püskürtme ile kurutma yapıldığından gözenekli ve kolayca ufalanabilir durumdadır. Malzeme genellikle sinterleme ile yoğunlaştırılır ve kararlı hale getirilir.

Kimyasal olarak toprak haline getirmekten başka bir de mekanik topaklaştırma (Hosakawa Yöntemi) vardır. Bu yöntemde daha sert olan bileşenlerden biri daha yumuşak olan matris içine mekanik olarak girmesi ve böylece kompozit bir toz haline gelmesi sağlanır.

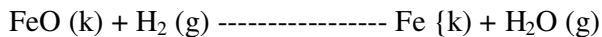
Aslında basit öğütme işlemi ile kompozit malzeme eldesi mümkündür. Sinterleme, toz metalurjisinin adımlarından biri olmasına rağmen kendi başına da toz metal üretiminde de kullanılan bir yöntemdir. Tekrarlı sinterleme işlemi ile reaksiyona girmiş bir veya çok bileşenli toz malzeme elde etmek mümkündür [13].

2.2.4. Kimyasal tepkimelerle toz üretimi

Genelde tüm metal tozları kimyasal tekniklerle üretilebilir. Kimyasal yöntemle üretimde; katı, sıvı veya buhar fazı tepkimeleri ile toz üretimi gerçekleştirilebilir. Bu yöntemle üretilen tozların ebatları 5-10 µm ile 100-500 µm arasında ve değişik şekilli olabilmektedir. Bu üretim yöntemi; gaz altında katının ayrışması, temel ayrışma, sıvıdan çöktürme ve gazdan çöktürme olmak üzere dörde ayırmak mümkündür [14].

2.2.4.1. Gaz altında katının ayrışması (doğrudan indirgeme)

Bu yöntemde, saf metal oksit tozları gerek karbon monoksit gerek de hidrojen gazı ile tepkimeye sokularak yüksek sıcaklıklarda metal oksit indirgenmesi gerçekleşir. Bu yöntemle, demir, bakır, tungsten, molibden, nikel ve kobaltın oksitleri indirgenerek bunların tozları üretilir. Gaz altında metal oksit indirgenmesine en iyi örnek demir oksit'in (FeO) indirgenmesi için geçerli olan tepkimedir.

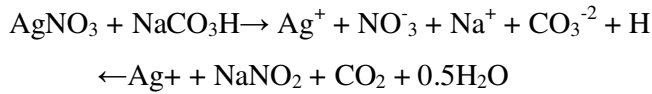


2.2.4.2. Termal ayrışma (karbonil)

Buhar fazında ayrışma ve yoğunlaşma süreçlerinin birleşimi ile metal tozlarını üretmek mümkündür. Bu süreçlerin birleşimdeki en temel örnekleri demir karbonil $\text{Fe}(\text{CO})_5$ veya nikel karbonil $\text{Ni}(\text{CO})_4$ tepkimelerini içeren üretim yöntemidir. Üretilen bu tozlar 2^{-4} μm veya 2^{-10} μm arasında ve yaklaşık % 99.6 saflıktadır. Diğer metallere; bakır, krom, platin, radyum, altın ve kobalt karbonil üretimi için gereken yüksek enerji ihtiyacı 11 ile karbondioksit sirkülasyonunun beraberinde getireceği potansiyel tehlikelerden ötürü dünyada sadece nikel ve demir karbonil üretimi tam olarak benimsenmiştir [14].

2.2.4.3. Sıvı fazdan çöktürme

Sıvı çözeltilerde, nitrat, klorür ve sülfatlar olarak bulunan tuzlar çökeltilir. Çökeltilen bu tuzlar ısıtılarak parçalanır. Tuz suda eritilir ve ikinci birleşik yardımı ile çökeltilir. Örnek olarak aşağıda gümüş nitratin potasyum karbonhidrat ile tepkimesini ele alalım;



Son ürün olan katı gümüş çözeltilisi öğütülerek toz ürün haline gelir. Kimyasal yöntemlerle çökelti fazında elde edilen tozların tipik boyutları 1 μm dolayında olup yüksek derecede safiyete sahiptirler. Bu yöntemle, kobalt, nikel veya demir ile kaplanmış torya (ThO_2), titanya (TiO_2) ve volfram karbür (WC) ve süper alarım malzemeleri üretilir.

2.2.4.4. Gazdan çöktürme

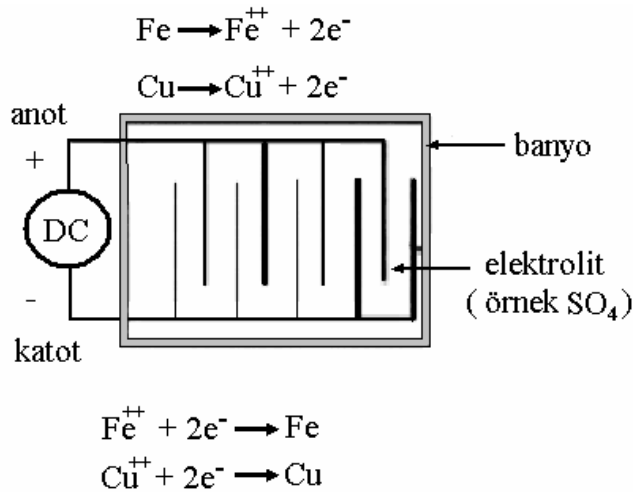
Gaz bileşiklerin oluşturduğu kimyasal tepkimeler sonucu reaktif metallere ve nano ölçekli partiküllerden tozlar üretilir. Gaz esaslı tepkimelerin en büyük avantajı, tepkime sırasında toz üretiminde ergitmenin ortadan kalkması sonucu potansiyel kirlenmemesi ve yeniden kullanılabilir olmasıdır. Bu tür üretim sürecine en iyi örnek

molibden trioksit'in saf hidrojen ile tepkimeye girerek metalik molibden tozunun üretimidir. Bu yöntemle, vanadyum, niyobyum, volfram, hafniyum, gümüş, nikel ve zirkonyum metallerinin klorürleri, florürleri ve hatta oksitleri işleme sokularak çok küçük tane boyutlarında %99.6 saflığındadır.

2.2.5. Elektrolitik yöntemle toz üretimi

Yüksek iletkenliğe sahip metal tozlarını üretmenin bir başka yöntemi de elektroliz bir hücrenin katot çubuğunda metal tozlarını çöktürmektir. Bu yöntemi kullanarak % 94'e varan saflıkta Cu, Fe, Zn ve Ag tozlarını üretmek mümkündür.

Şekil 2.9.'da şematik olarak gösterilen bir elektroliz hücresinde uygulanan direkt voltaj altında Fe ve Cu anot-katot tepkimeleri gerçekleşir ve sülfat esaslı bir elektrolit içerisinde anot malzemesi çözülerek eksilir ve katotta artma veya depolanma gerçekleşir.



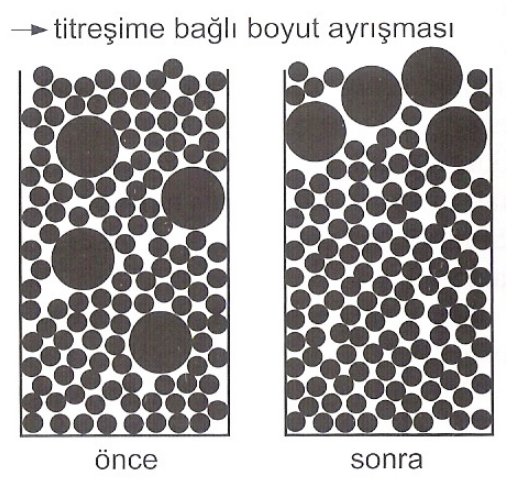
Şekil 2.9 Elektrolitik toz üretimi [14]

Üretilen tozun ham maddesi anoda çözünerek katoda birikir. Hücreye verilen DC voltajı ise elektroliz biriktirmenin doğru yönde ilerlemesini sağlar. Elektrolizle üretilen tozlar, yıkanarak elektrolitten ve tuzlardan iyice temizlenmeli ve kurutma inert gaz altında yapılarak oksitlenme önlenmelidir. Tozlar, kurutulduktan sonra ince taneli toz haline gelinceye kadar öğütülür. Elektroliz hücresinde üretilen tozlar

genellikle süngerimsi biçimlerde ve dentiritik yapılara sahiptirler. Ancak maliyetinin yüksekliği nedeni ile üretimi sınırlıdır [14].

2.3. Harmanlama ve Karıştırma

Harmanlama ve karıştırma işlemleri; özel parçacık boyut dağılımı hazırlanması, sinterleme esnasında yeni alaşımların oluşturulması amacıyla tozların birleştirilmesi, sıkıştırma için yağlayıcıların eklenmesi ve şekillendirme için toz-bağlayıcı karışımının hazırlanması için gereklidir. Tozların harmanlanmasının ana sebebi genel olarak taşıma esnasında titreşimler ile oluşan ayrışmanın engellenmesidir. Şekil 2.10'da gösterildiği gibi, titreşim sonrasında tozlar boyutsal olarak ayrılır. Parçacık boyutunda olan bu tür ayrışma, sıkıştırma ve sinterlemede düzensizlikler yaratır. Ayrışmanın üç nedeni olmasına rağmen (parçacık boyutu, yoğunluk ve şekildeki farklılıklar), boyut farkından ileri gelen ayrışma en baskın olanıdır. Örneğin, küçük parçacıklar büyük parçacıklar arasındaki boşluktan geçerse, toz kolayca ayrışacaktır. Boyut ayrışmasının bir sonucu, yoğunluk değişimi nedeni ile, genel görünür yoğunluğun noktadan noktaya azalmasıdır [12].



Şekil 2.10. Titreşime bağlı boyut ayrışması [12]

Ayrışmanın derecesi, ayrışma katsayısının Cs hesaplanmasıyla değerlendirilebilir:

$$C_S = \frac{X_T - X_B}{X_T + X_B} \quad (2.4)$$

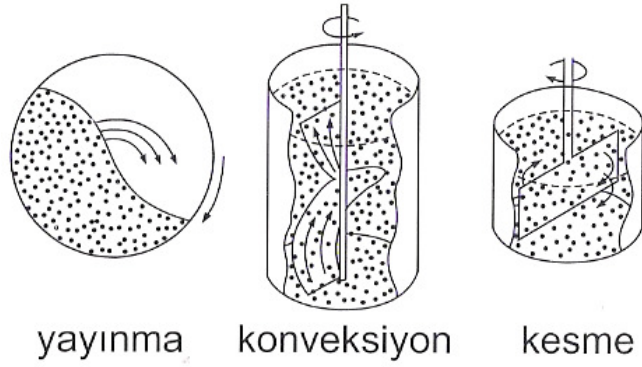
burada X_T kabın üst yarısındaki büyük parçacıkların oranı ve X_B ise kabın alt yarısındaki büyük parçacıkların oranıdır. Düzensiz parçacık şekli boyuta bağlı ayrışmayı engelleyecektir. Aynı şekilde parçacık boyutunun yaklaşık olarak 100 μm 'nin altında olduğu tozlarda, parçacıklar arası sürtünmenin daha fazla olması nedeni ile boyuta bağlı ayrışma daha az olur. Taşımaya bağlı boyut ayrışmasının giderilmesinde harmanlama işlemi kullanılır.

Karıştırma işlemleri parçaların üretiminde yaygın bir sorun kaynağıdır. Harmanlama veya karıştırmadaki değişkenler: malzeme, parçacık boyutları, karıştırıcı tipi, karıştırıcı boyutu, karıştırıcı içerisindeki tozun göreceli hacmi, karıştırma hızı, kesme ve karıştırma zamanıdır. Bunlara ek olarak nemlik gibi çevresel faktörlerde karıştırmayı etkiler. Bazı basit kurallar sorunları azaltır:

1. taşıma sonrası tozların yeniden harmanlanması
2. kuru tozun titreştirilmemesi
3. boyut ayrışmasının gerçekleşeceği durumlarda kuru tozun serbest düşüşle beslenmemesi
4. toz-bağlayıcı karışımı için gereksiz kesmenin giderilmesi

2.3.1. Kuru toz karıştırma

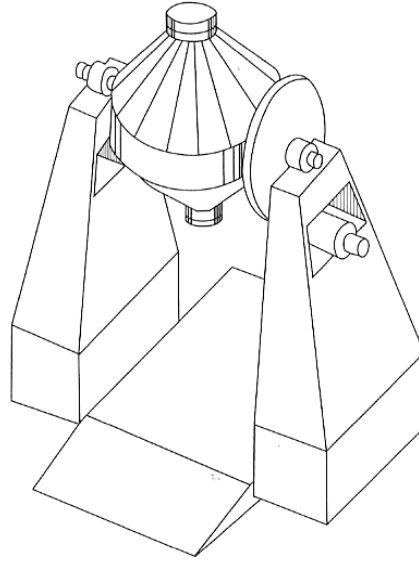
Toz karıştırma mekanizmaları Şekil 2.11'de gösterildiği gibi; yayınma, konveksiyon ve kesmedir. Yayınma ile karışım dönen silindir içerisinde, konveksiyon ile karışım vidalı karıştırıcıda ve kesme ile karışım ise bıçaklı karıştırıcıda yapılmaktadır [12].



Şekil 2.11. Üç farklı toz karıştırma yöntemi [12]

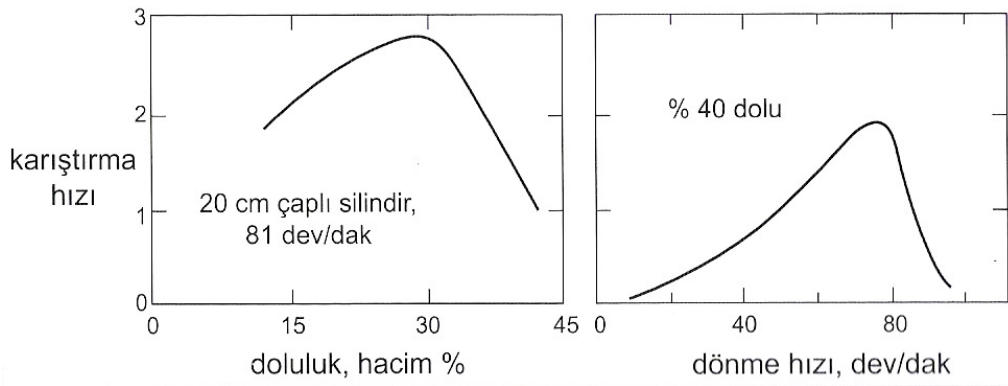
Yayınma ile karışım her parçacığın toz kütle içerisinde hareketi ile oluşur. Toz yatak düzlemi dış kenarda kırılarak yüzeyden akışın gerçekleşmesini sağlar. Sürekli dönen silindir taze tozları ve kesme düzlemlerini ortaya çıkarır ve bu durum parçacıkların bir biri içerisinde karışmalarını teşvik eder. Konveksiyonla karışım toz gruplarının bir yerden diğer bir yere taşınımı ile karıştırılmalarını içerir. Vida küçük toz grubunu alt yüzeyden keserek harman içerisinde üstlerde bir yere taşır. Kesme ile karıştırma sürekli ayrışma ve tozların kayma düzlemleri üzerinde akmaları ile oluşur.

Şekil 2.12’de verilen ikili konik karıştırıcı genellikle fiyat, verimlilik ve kısa karıştırma süreleri açısından en etkilidir. Karıştırıcının iç tasarımı verimliliği belirler. Paletler ve yüksek hızda dönmeyen bıçaklara sisteme ilave edilerek karıştırma işlemi daha da iyileştirilir [12].



Şekil 2.12. İkili konik karıştırıcı [12]

Karıştırıcı içindeki tozun hacmi de verimliliği etkiler. Karıştırıcının içi tozla dolduruldukça tozların göreceli hareketliliği engellenir. Şekil 2.13’de gösterildiği gibi karıştırıcı tankının toz hacmi olarak %20’si veya %40’nın kullanımı genelde en uygun olarak kabul edilir. Şekilde karıştırma hızına karşı toz doldurma miktarı ve silindirik karıştırıcının dakikadaki dönme hızı değişimi verilmiştir. Dönme hızı da karıştırma verimliliğine büyük oranda etki eder [12].



Şekil 2.13 İşlem şartlarının karıştırma hızına etkisi [12]

Yavaş dönme hızları yeterli karışımın elde edilmesi için gerekli süreyi uzatacak, fazla miktarlarda serbest düşüş yapan tozlar karıştırıcı içerisinde tercihli boyut yerleşmesine neden olacak ve aşınmaya etki edecektir. Ancak çok hızlı dönme işlemi de toza merkezkaç kuvveti vererek toz akışını engelleyecektir.

En iyi karıştırma merkezkaç kuvvetlerinin küçük olduğu, ancak türbülans oluşturmayacak kadar küçük olmayan durumlarda gerçekleşir. İstenilen bir dönme hızı yer çekimi ile merkezkaç kuvvetlerini dengeleyen bir hızdır. Bir karıştırıcı için en uygun dönme hızı N_0 (dakikadaki dönme sayısı) aşağıdaki şekilde hesaplanır:

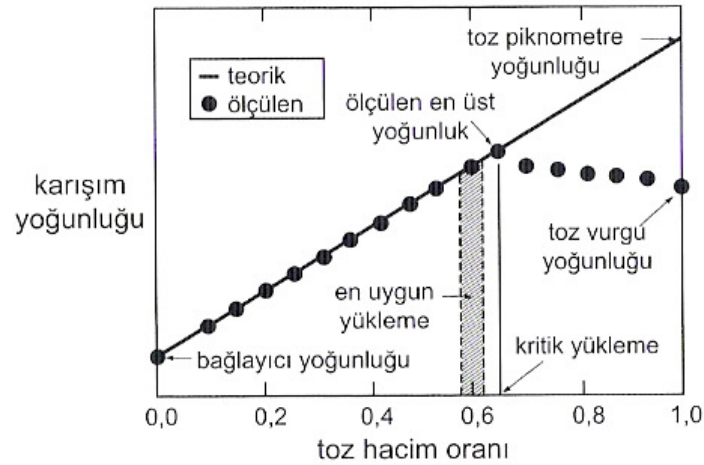
$$N_0 = \frac{32}{\sqrt{d}} \quad (2.5)$$

D haznenin metre olarak dış yay çapıdır. Bu eşitliğe göre 1 m çapında bir silindirin en uygun dönme hızı 32 dev/dk olacaktır. Daha küçük çaplar, eşit optimizasyon için daha yüksek hızlar gerektirir. Karıştırma hızı, tozun heterojenliği ile değişir. Başlangıçta hızlı karışım gözlenir, ancak karıştırma hızı boyut ayrışma hızına ulaştıkça zamana bağlı olarak asimtotik bir şekilde azalır. Böylece; eğer toz ayrışması oluyor ise, uzun süreli karışımlarda daha iyi karışım sağlanmaz.

Tozların harmanlanmasında ve karıştırılmasında bazı olumsuz durumlar söz konusudur. Metal parçacıkların iç sertleşmesi ile sertliği arttığından daha zor preslenir, seramik parçacıklar ise daha küçük parçacıklara bölünür. Karıştırma özellikle sert parçacıklarda kirlenmeyi de artırır. Yanlış tasarlanmış karıştırma süreci parçacık ayrışmasına neden olacağından, iki tozun arasındaki boyut, şekil ve yoğunluk farkı arttıkça sorun yaratır.

2.3.2. Sıvı bağlayıcılarla karıştırma

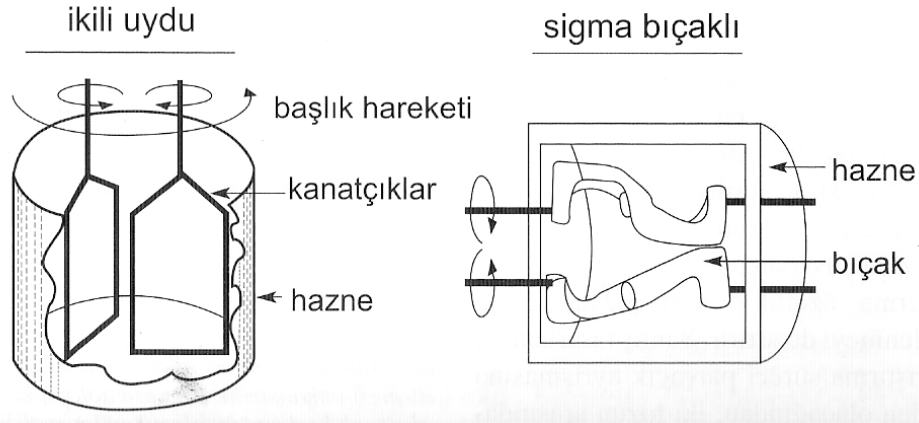
Karıştırma, şekillendirme işlemleri için, toz-bağlayıcı besleme stoğunun hazırlanmasındaki ilk aşamadır. Parçacıklar arasındaki tüm boşlukları doldurmak için yeterli miktarda bağlayıcı ilavesi yapılır [12].



Şekil 2.14. Toz bağlayıcı karışımları [12]

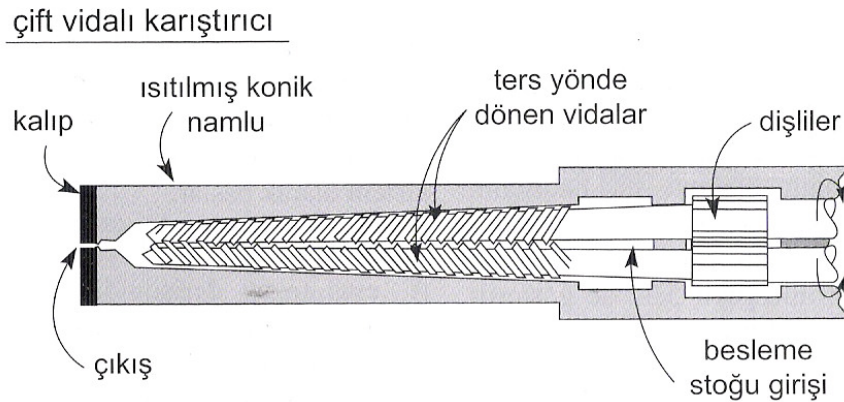
Şekil 2.14’de gösterildiği gibi, toz-bağlayıcı karışımlarının yoğunluğu kritik katkı yükleme değerinde en üst noktaya ulaşır. Bu noktanın üzerinde parçacığı yağlayacak kadar bağlayıcı bulunmadığından besleme stoğu akmayacaktır. Karışım kalitesi oldukça önemlidir, çünkü karışımdan kaynaklı kusurlar daha sonraki işlemler ile düzeltilemez. Karışımın her kısmında parçacık ve bağlayıcı miktarları aynı olmalıdır. Numune boyutu küçüldükçe farklılık belirginleşir. Homojen bir karışım oluşturmak için, özellikle de mikroskobik düzeyde, bir çok zorluklar vardır.

Kuru tozlar için yaygın olarak kullanılan karıştırıcılar toz-bağlayıcı karışımlarının hazırlanmasında uygun değildir. Viskoz sıvı bağlayıcılar parçacıklar arasında moleküler ölçekte dağılım için yüksek kesme kuvvetlerine ihtiyaç gösterir. Ergiyik bağlayıcıların tozlarla karıştırılması için kullanılan bileşik hazırlayıcıları parti tipi veya sürekli dirler. Parti karıştırıcı, tozu ve polimeri ısıtırken yüksek darbeli kesme hareketleri uygular [12].



Şekil 2.15. İki uydu ve sigma bıçaklı karıştırıcılar [12]

Şekil 2.15’de gösterildiği gibi, parti karıştırıcının bıçakları genellikle pedal veya Z şekilli kanatçıklardan oluşur. Tipik bir parti 50kg kadar olabilir. Sürekli karıştırıcı toz ve polimeri ısıtılmış namlu içerisinde besler. Burada polimer kesilirken ergime sıcaklığına çıkartılmaktadır [12].



Şekil 2.16 İkiz vidalı sürekli karıştırıcı [12]

En etkili karıştırıcılar Şekil 2.16’da gösterilen çift vidalı türlerdir. Bunlar birbiri içerisine geçmiş 8 şeklinde namlu içerisinde dönen iki vidadan oluşurlar. Bu vidalar besleme stoğunu, sürekli olarak sıkıştırır, keser, ayrıştırır ve sıvar. Namlular farklı çaplarda üretildiklerinden, sürekli karıştırıcılar 1 kg/saat ile birkaç ton/saat arasında üretim hızına sahiptir [12].

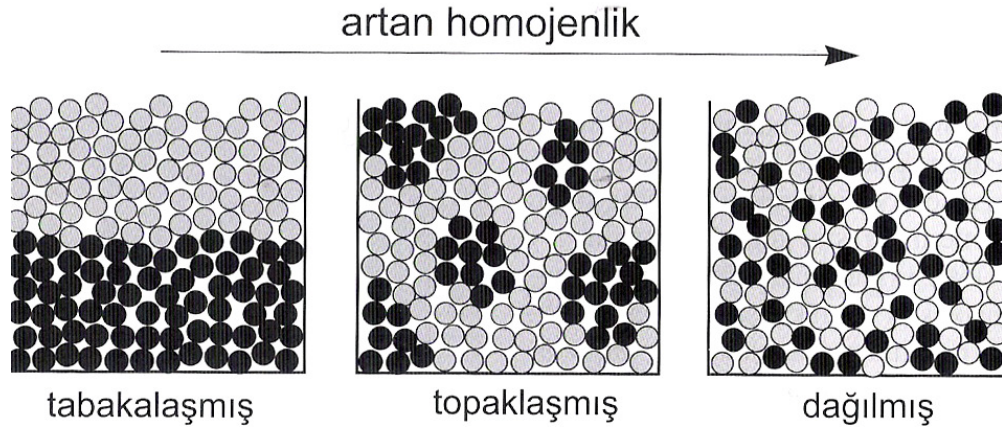
Karışım içerisindeki düzensizlikler iki ana şekilde oluşur: bağlayıcının tozdan veya bağlayıcı içerisindeki farklı boyutlardaki tozların birbirinden ayrışması. Parçacıkların boyuta (veya şekle veya yoğunluğa) göre ayrılması düzensiz paketleme yoğunluklarına ve son üründe şekil bozukluklarına neden olur. Küçük veya düzensiz şekilli parçacıklar homojen yapı elde etmek için daha uzun karıştırma sürelerine ihtiyaç duyar ve karıştırma açısından özel sorunlar oluşturur. Küçük parçacıklar topaklaşarak homojen karışım için gerekli zamanın uzamasına neden olur. Bazı durumlarda topaklanma hızı dağılımın karışım hızını dengeler ve karışım süresi ne olursa olsun karışım homojen olmaz. Parçacıklar üzerindeki polar molekül kaplamalar itici kuvvetler oluşturur ve böylelikle topaklanmayı ve parçacıklar arası sürtünmeyi azaltarak paketlemede iyileşme sağlar. Bu mikron altı parçacıklar açısından çok önemlidir.

Termoplastik bağlayıcılarda karıştırma, kesmenin baskın olduğu ara bir sıcaklıkta yapılır. Çok yüksek sıcaklıklarda yapılan karıştırma bağlayıcıyı bozar veya düşük bağlayıcı viskozitesi nedeni ile tozun ayrışmasına neden olur. İşlemin tekrarlanabilirliği için bilelim ve sıcaklık son derece iyi kontrol edilmelidir. Karıştırıcıdan çıkan granül bir sonraki şekillendirme aşaması için hazırlanır.

Karıştırma esnasında oluşan homojensizlikler sonraki aşamalarda zorluklara neden olur. Karışımın her bir bölümü aynı toz miktarına sahip olmalı ve tozun parçacık boyut dağılımı da her bir bölümde aynı olmalıdır. Karışımın iyi olmadığı bir sistemin viskozitesi daha yüksek olur. Bu nedenle viskozite muhtemelen homojenliğin doğrudan en iyi ölçüsüdür.

2.3.3. Karışım homojenliği

Karışımın homojenliği, belirli noktalardan alınan yoğunluk, ısı kapasitesi, elektrik iletkenliği, viskozite ve hatta renk testleri kullanılarak bileşim farklılıklarının ölçümü ile belirlenir. Karışımın kalitesi geniş aralıkta alınmış numunelerin karşılaştırılması ile değerlendirilir [12].



Şekil 2.17. Karışımların artan homojenliğinin şematik gösterimi [12]

Şekil 2.17’de gösterildiği gibi 3 farklı düzeyde homojenlik vardır. Bunlar büyük ölçekli ayrışarak tabakalaşmış yapılar kısmi homojenlik içeren topaklanmış yapılar ve iyi dağılmış ideal homojen yapılardır. Karışım homojenlik indeksi, numuneler arasındaki toz derişimindeki sapma S^2 , mükemmel karışmış ancak rasgele numuneler S_r^2 , arasındaki beklenen sağma ve başlangıçta ayrışmış karışımdaki sapma S_0^2 baz alınarak üretilir:

$$M = \frac{S_0^2 - S^2}{S_0^2 - S_r^2} \quad (2.6)$$

Homojenlik indeksi M, 0’dan 1’e kadar değişir ve ideal karışımı ifade eder. Tekrarlanan numunelerle standart istatistik teknikler kullanılarak karışım varyansı belirlenir. Hassasiyet, varyansın hesaplanması için kullanılan numunelerin sayısının kare kökü ile değişir. Toz-bağlayıcı karışımı ilk varyansın aşağıda verilen tamamı ayrışmış bir sistem olarak başlar [12].

$$S_0^2 = X_p (1-X_p) \quad (2.7)$$

X_p esas tozun derişimidir. Tamamen karışmış ve rasgele numulendirilmiş bir sistem için son varyans sifıra yaklaşmalı veya $S_r^2 = 0$ olmalıdır. Burada 2.7 eşitliği genel durum için

$$M = 1 - S^2 / S_0^2 \quad (2.8)$$

verecek şekilde basitleştirilir.

Karıştırmada ilk hareket büyük parçacık kümelerinin kesme ile kırılmasıdır. Başlangıçta homojenlik artışı hızlıdır. Karıştırmanın devam etmesi ile bağlayıcı dağılır ve toz kümeleri küçülür. Karıştırma kinetiğini ifade eden aşağıdaki deneysel eşitlik, homojenliği, M, zamana, t, bağlı olarak verir.

$$M = M_0 + \exp(K t + C) \quad (2.9)$$

M_0 başlangıçtaki karışımın homojenliğini ve C ile K ise verilen durum için sabitleri ifade eder. Karıştırma esnasındaki eş zamanlı ayrışma ideal durumdan düşük kararlı-hal homojenliğine götürür. En yüksek homojenlik karışım oranının ayrışma oranına eşit olduğu durumlarda gerçekleşir [12].

2.4. Toz Özellikleri

Toz metalurjisi yönteminde imal edilen ürünün özellikleri üzerinde, kullanılan tozlar büyük etkiye sahiptir. Tozların özellikleri iki alt ana bölümde incelenebilir.

Teknolojik özellikler; Toz akıcılığı, tozların ham ve titreşimli yoğunlukları, tozların sıkıştırılabilirliği.

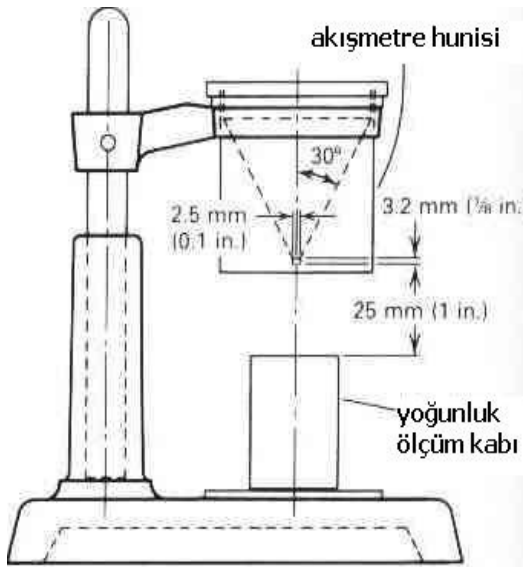
Fiziksel özellikler; Tozların şekli, toz boyut dağılımı, spesifik yüzey alanı, tozların içinde bulunan safsızlıklar.

Toz akıcılığı tozların akma yetenekleri ile ilgili bir kavramdır. ISO 4490 standardına göre 50 gr tozun atmosfer şartlarında standart bir huni içerisinden geçiş zamanı ile tespit edilir. Toz akış hızının bilinmesi, büyük miktarlarda üretim yapılırken kalıp boşluğuna dolması gereken toz miktarının zamana göre belirlenmesinden dolayı önemlidir [11].

Seri üretim sistemlerinde, kalıbın içine tozların dolması için gereken zaman toz akış hızına göre belirlenir. Sistemde tozların hızlı akması halinde kalıba dolması için gereken zaman kısa olacak, toz akıcılığının düşük olması durumunda ise tozlar kalıba daha yavaş dolacak ve dolayısıyla kalıba gerekli miktarda toz dolması için gereken zaman artacaktır. Sistemde kalıba istenen miktarda toz dolması için gereken zaman optimize edildikten sonra toz akıcılığı daha az veya daha fazla olan tozların sisteme girmesi halinde kalıba hedeflenenden farklı miktarda toz girecek dolayısıyla üretimi hedeflenen ürünün elde edilmesi mümkün olmayacaktır. Toz içindeki üniform olmayan topaklaşmalar, inklüzyonlar ve nem akış hızını etkileyeceği için T/M ile üretimde istenmeyen etkenlerdir.

Toz akıcılığını etkileyen en önemli faktörlerden biri taneler arası sürtünmedir. Taneler arası sürtünmeyi belirleyen etkenlerden en önemlileri tane yüzey alanı ve tane yüzey pürüzlülüğüdür. Yüzey alanı ve yüzey pürüzlülüğünün artmasıyla taneler arasındaki sürtünme de artar ve akıcılık düşer. Şekilsiz tanelerin akıcılığı da aynı şekilde daha zayıftır. Tane boyut dağılımı aralığı büyüdükçe, büyük taneler arasındaki boşlukların küçük taneler tarafından doldurulması ve böylece temas yüzeyi ve sürtünmenin artması ile akıcılıkta düşme görülecektir. Tüm bu bilgiler ışığında akıcılığı en iyi olan tozların aynı boyutta olan, yüzeyi kaba olmayan, küresel veya küresele yakın tozlar olduğu söylenebilir.

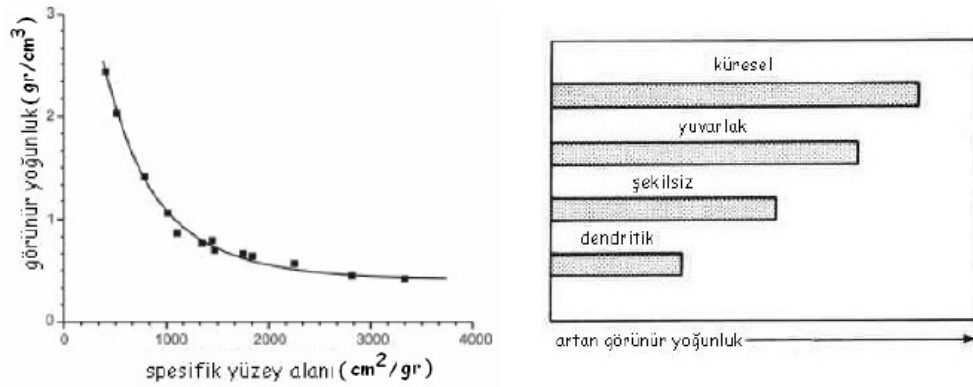
ISO 4490 standardına göre yapılan ölçümlerde kullanılan düzenek “Hall Akışmetresi” olarak adlandırılır. Hall Akışmetresi düzeneği 2.5 mm çapında deliği olan 6061-T6 alaşımı, yüzeyi duvar sürtünmesini en aza indirmek amacıyla işlenmiş bir huni ve tutucudan oluşur (Şekil 2.18). Daha önceden hazırlanmış 50 gr toz huniye boşaltılır ve huni ağzı açılır. İlk toz tanesinin düşmesi ile son tanenin düşmesi arasında kalan zaman kronometre ile ölçülür. Bulunan zaman değeri saniye cinsinden hesaplanır böylelikle kullanılan tozun akıcılığı gr/s cinsinden tespit edilmiş olur [11].



Şekil 2.18. Hall akışmetresi [11]

ASTM B213 standardına göre Hall Akışmetresi'ndeki huninin toz geçişi için tasarlanan 2.5 mm çapındaki açıklığından herhangi bir sarsıntı vasıtasıyla veya sarsıntı olmaksızın geçemeyen tozlar serbest olarak akmayan tozlar olarak adlandırılır. Toz akıcılığını etkileyen faktörler olarak toz taneleri arasındaki sürtünme, toz boyutu ve şekli, malzeme tipi, çevresel faktörler sayılabilir [11].

Bir partikül malzemenin görünür yoğunluğu o malzemenin birim miktarının birim hacmine oranıdır. Toz malzemenin kapladığı hacim partikül paketlenme faktörüne, partikül paketlenme faktörü ise doldurma şekli, kabın şekli ve doldurma sırasındaki titreşim gibi etkenlere bağlıdır. Kıyaslama yapılabilmesi için malzemelerin görünür yoğunluğunun bulunmasında da Hall partikül paketlenme faktörü ise doldurma şekli, kabın şekli ve doldurma sırasındaki titreşim gibi etkenlere bağlıdır. Kıyaslama yapılabilmesi için malzemelerin görünür yoğunluğunun bulunmasında da Hall Akışmetresi kullanılır. Hall Akışmetresi altına konulan 25 cm^3 hacmindeki bir kaba tozların serbest bir şekilde akması sağlanır ve kap içine dolan tozlar tartılarak kütlesi bulunur. Bulunan kütlenin sabit olan hacme bölünmesiyle tozların görünür yoğunluğu tespit edilir. Görünür yoğunluk, kalıp ölçüleri ve pres hareketlerinin belirlenmesinde, tozların naklinde kullanılacak ekipmanların belirlenmesinde, tozların sinter davranışının belirlenmesinde büyük önem taşır. Bir partikül malzemenin görünür yoğunluğu ayrıca toz boyutuna, toz şekline, tozların spesifik yüzey alanına, yüzey pürüzlülüğüne ve toz boyut dağılımına bağlıdır. Spesifik yüzey alanı ve toz morfolojinin görünür yoğunluğa etkisi Şekil 2.19'da görülmektedir [11].

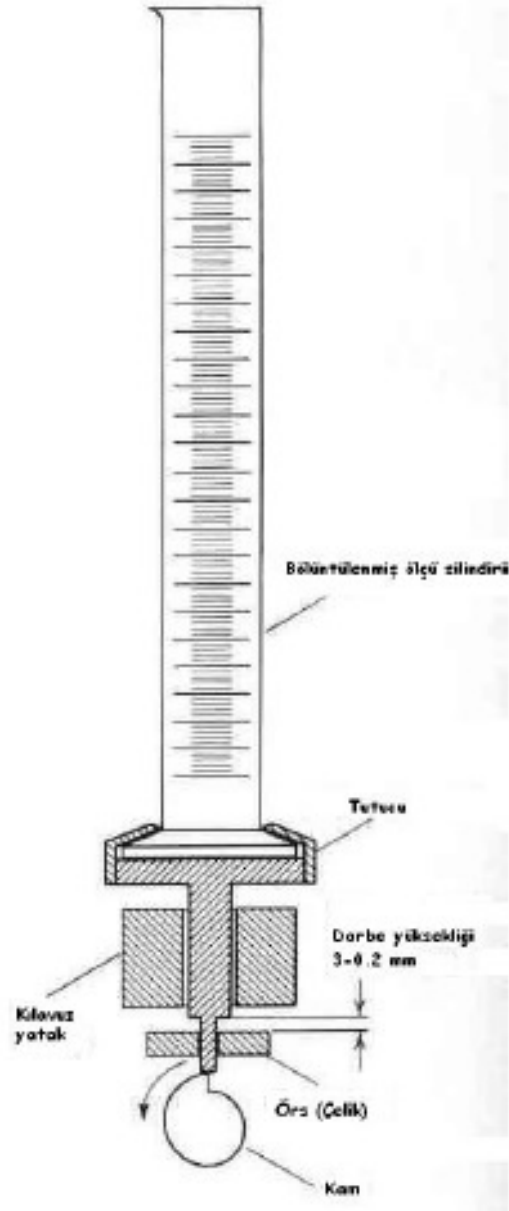


Şekil 2.19. Kullanılan tozların şeklinin ve spesifik yüzey alanının görünür yoğunluğa etkisi [11]

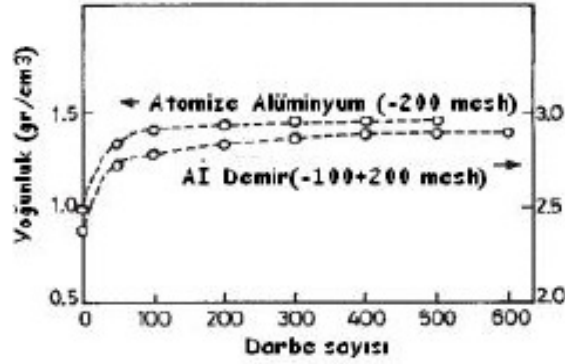
Titreşimli yoğunluk, görünür yoğunluktan farklı olarak tozların bir kaba konmasından sonra kaba uzun süreli titreşim uygulanmasıyla elde edilen hacmin bulunması ve tozların ağırlığının bu hacme oranlanmasıyla bulunur. Hacimdeki en büyük azalma titreşim uygulanmasının ilk safhalarında görülür ve sonunda hacim daha fazla azalmaz ve bir değerde sabitlenir. Elde edilen bu değer tozların titreşimli

hacmidir. Tozların titreşim kullanılarak yoğunlaştırma işleminde kaba yüzeyli, küçük taneli, belli geometrik şekli olmayan tozların titreşimle daha yoğun hale getirilme imkânı diğer tozlara göre daha fazladır. Bunun sebebi bu tozlar arasındaki sürtünme kuvvetlerinin diğer tozlara göre daha az olmasıdır.

Toz malzemelerin titreşimli yoğunluğunu ölçmek için kullanılan düzenek 3 parça olarak incelenebilir. Birinci parça 100 gr ağırlığa kadar ölçme kapasiteli ve 0.1 gram hassasiyetli terazi, ikinci parça 100 ml hacminde ve 0.2 ml hassasiyetinde ölçülendirilmiş silindirik şeffaf kap, ve son olarak üçüncü parça dakikada 100-250 titreşim arasında darbe üretebilecek bir mekanik sistem veya $100 \times 100 \times 50 \text{ mm}^3$ ölçülerinde sert kauçuk bir tabakadır. Titreşimli yoğunluk ölçümü de kullanılan darbe üretici mekanizma ve ölçülü silindir kap Şekil 2.20’de, darbe sayısıyla bağlantılı olarak yoğunluk değişimini gösteren grafik Şekil 2.21’de gösterilmiştir [11].



Şekil 2.20. Titreşimli yoğunluk ölçüm düzeneği [11]



Şekil 2.21. Darbe sayısının titreşimli yoğunluğa etkisi [11]

Tam küresel partiküller ile teorik olarak ulaşılabilecek maksimum titreşimli yoğunluk % 74'tür.

Partikül malzemelerin titreşimli yoğunluğunun bulunması ile ilgili bilgiler ASTM B 527, MPIF 46, ISO 3953 standartlarında ayrıntılı olarak açıklanmıştır [11].

Partikül malzemelerin sıkıştırılabilirliği, bir dış basınç altında sıkışmaları ve daha yoğun bir yapı oluşturmalarının ölçülmesi ile ilgili bir kavramdır. Sıkışabilirlik belli bir sıkıştırma basıncında bulunan yoğunluk olarak veya belli bir yoğunluğa ulaşmak için gereken basınç değeri olarak tanımlanır. Tozların sıkışabilirliğini ilgili metal veya alaşımın sertliği, toz şekli, parça içindeki poroziteler, toz boyut dağılımı, metal dışı parçacıkların varlığı, alaşım elementleri veya yağlayıcıların katkısı büyük oranda etkilemektedir. Sıkıştırılabilirlik, yoğunlaşma parametresi cinsinden incelenecek olursa;

$$YP = \frac{SÖY - GY}{TY - GY} \quad (2.10)$$

Burada;

YP = Yoğunlaşma parametresi

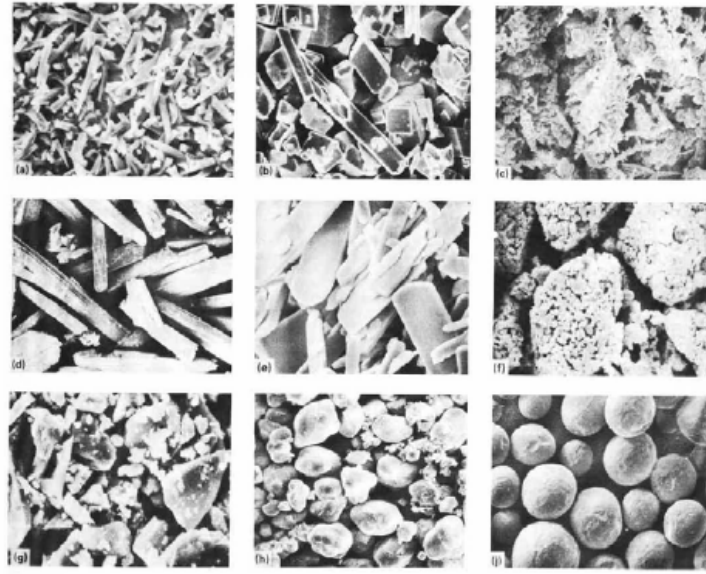
SÖY = Sinter öncesi yoğunluk

GY = Görünür yoğunluk

TY = Teorik yoğunluk

formülüyle açıklanır. Kullanılacak tozların sıkışabilirliği kullanılacak kalıbın dizaynı için önemlidir. Kalıp dizayn edilirken sıkışabilirliği fazla olan tozlar için kalıp boşluğu, sıkışma oranı iyi olmayan tozlar için dizayn edilen kalıp boşluğuna göre daha büyük yapılır. Metal tozlarının sıkışabilirliği deneyiyle ilgili deney prosedürü ASTM B331, MPIF 45 ve ISO 3927 standartlarında açıklanmıştır.

Tozların şekli; toz akıcılığı, görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik ve sinterlenebilirlik gibi özelliklerini doğrudan etkilediği için en önemli toz karakteristiklerinden biridir. Toz şeklini tarif etmek için uluslararası standartlara göre belirlenmiş nodüler, dendritik, asiküler, fiberimsi, pulsü, küresel, düzensiz, taneli gibi terimler kullanılır. Şekil 2.22'de çeşitli karakteristik toz tipleri görülmektedir [11].



Şekil 2.22. ISO 3252 standardına göre partikül şekilleri a) asiküler toz partikülleri b) köşeli toz partikülleri c) dendritik toz partikülleri d) fiberimsi toz partikülleri e) pulsü toz partikülleri f) taneli (granüler) toz partikülleri g) şekilsiz toz partikülleri h) nodüler toz partikülleri j) küresel toz partikülleri [11]

Teorik olarak en yüksek paketleme yoğunluğunun belli boyut dağılımı aralığına sahip küresel tanelerde olduğu söylenebilir. Partikül yüzey alanı, partikül yüzey pürüzlülüğünün ve partikül şekilsizliğinin artmasıyla birlikte paketleme yoğunluğu ve toz akıcılığı da düşmektedir. Tozların şeklinin eşksenli olması, yuvarlağımsı ve düzgün formlara yaklaşması durumunda paketleme yoğunluğu da artar.

Toz metalurjisinde kullanılan toz malzemelerin özelliklerinden bahsederken “boyut” kavramından çok “boyut dağılımı” kavramının kullanılması daha doğru olacaktır. Toz boyut dağılımının T/M işleminin bütün adımlarında göz önünde bulundurulması ve parametreler belirlenirken dikkate alınması gerekir. Üretim yöntemi aynı olsa bile üretilen tozların hepsinin boyutu aynı olmayacaktır. Partikül boyutunu ölçerken partikül boyu, hacmi veya yüzey alanı kullanılır. Partikül boyut dağılımı analizi için ölçme yöntemleri sayma metotları, sedimentasyon metotları, tasnif metotları, ışık dağıtma ve kırılma metotları kullanılabilir. Sayma metotları partiküllerin kendilerinin ölçülmesi veya partiküllerin görüntülerinin ölçülmesine bağlı olarak doğrudan ve dolaylı olarak ikiye ayrılabilir. Sedimentasyon metodunda yerçekimi ortamında veya santrifüj kuvveti altında tozların serbest düşme hızı toz boyutlarını bulma yöntemi kullanılır. Tozların sınıflandırılması metodunda tozların elekten geçirilmesi veya sıvı ile sınıflandırılmasına dayanır. Işık dağıtma ve kırılma metodunda partiküllerin kırılma patenleri incelenir. Işık dağıtma ve kırılma yöntemleri, geçen yıllarla beraber ölçülebilir boyut aralığı ile ilgili çok yönlülüğü ve hızlı olması açısından gün geçtikçe daha çok önem kazanmaktadır.

Spesifik yüzey alanı bir partikül malzemenin yüzey alanının ağırlığına bölünmesi ile bulunur. Toz partiküllerinin birbiri arasında olan ve buldukları atmosferle olan her türlü reaksiyonu yüzeyden başlar. Biçimsiz bir toz parçacığının aynı zamanda yüzeyi de kaba ise bu partikülün spesifik yüzey alanı yüksek olacaktır. Spesifik yüzey alanı m^2/gr veya cm^2/gr sinsinden ifade edilir. Spesifik yüzey alanının tespitinde gaz soğurma metodu veya geçirgenlik metoduyla tespit edilir. Gaz soğurma metoduyla yüzey alanı tespiti tozun vakum ortamında ısıtılmasıyla başlar, daha sonra toz gaz atmosferine alınır, tozlar tarafından soğrulan gaz miktarından yola çıkarak tozların yüzey alanı tespit edilir. Gaz soğurma metodu genel olarak The Brunauer-Emmet-Teller (BET) analizi olarak bilinir. Geçirgenlik yönteminde ise kompakt haline getirilmiş tozların akışkan akışına gösterdikleri direnci esas alarak partiküllerin yüzey alanını hesaplar. Spesifik yüzey alanı partiküllerin özellikle sinterleme davranışları üzerinde büyük etkiye sahiptir [11].

Kimyasal safsızlıklar bütün endüstriyel malzemeler için ortak problemdir. Tozların yüksek spesifik yüzey alanlarından dolayı toz üretilmeleri ve parçaya dönüştürülmesi

süreçlerinde başka bileşimlerle ortamlarla ve maddelerle etkileşim durumundadır. Etrafta gaz halinde bulunan safsızlıklar ortamdan soğrulma veya kemisorpsiyon (kimyasal yüzerme) ile uzaklaştırılabilirler. Tozlarda bulunan safsızlıklar genelde diğer katı malzemelerde bulunan safsızlıklardan daha fazladır. Tozlarda bulunan bu safsızlıklar küçük miktarda bile olsa sinter sonrasında oluşan nihai ürünün özelliklerini büyük oranda ve genellikle olumsuz yönde etkiler. Oksijen metal tozlarında ve oksit olmayan seramik tozlarında en önemli inklüzyondur. Safsızlıklardan kaynaklanan segregasyonların sebep olduğu problemlerden dolayı Auger Elektron Spektroskopisi (AES) ve Elektron Enerji Kaybı Spektrometresi (EELS) gibi mikro-analitik sistemler kullanılmakla beraber bu yöntemler henüz standart hale getirilmemiştir [11].

BÖLÜM 3. MEKANİK ALAŞIMLAMA

3.1. Giriş

Son derece homojen mikroyapılar üretmek için toz malzemelerin genellikle asal bir ortamda yoğun öğütme işlemi ile sürekli olarak kırılma, soğuk kaynaklaşma ve yeniden kırılma ile yeniden kaynamaya maruz bırakıldığı bir düşük sıcaklık alaşım sentezleme yöntemine mekanik alaşımlama denilmektedir.

Mekanik alaşımlama esas olarak uzay sektörünün gelişmesiyle aranılan özellikte malzeme üretimi için geliştirilmiştir. Uzay sektöründe başarı ile kullanılan ilk M.A. alaşımı INCONEL alaşımı olan MA 754 dur. Bu alaşım askeri jetlerin motorlarında sıcak bölgelerde kullanılmaktadır. Metallerin yüksek sıcaklık ortamında mukavemetlerini geliştirmek için alaşıma takviye malzeme ilavesi ilk olarak 1910 yılında tungsten ile toryum ilavesi yapılarak sağlanmıştır.

Mekanik alaşımlama ile üretilen malzemelerde matris içerisindeki parçacıklar arası mesafenin azalması sonucu malzemenin mukavemetinin arttığı gözlenmektedir.

Mekanik alaşımlama işleminin doğası, sabit tutulan tüm diğer işlem şartları ile değişen zaman aralıkları içinde öğütülen toz parçacıklarının mikroyapısı incelenerek, zaman süreci içerisinde olumlu sonuç alınabilir. Mekanik alaşımlama, difüzyon, katılaştırma yada ergitme yoluyla alaşım haline getirilemeyen elementlerin homojen bir biçimde alaşımlanmasında kullanılır. Bu teknikte kendilerine has özellikleri olan "sentetik" alaşımların yapılması ve geliştirilmesi de mümkündür [15].

Mekanik alaşımlama (MA) metodu ile üretilen ferritik ODS alaşımlarının yüksek sıcaklıklarda sürünme, oksitlenme ve nitrürlenmeye karşı dayanımları oldukça iyidir.

Dolayısıyla ferritik ODS alařımları gaz trbinleri gibi yksek sıcaklık ortamlarında kullanılmaktadır.

Bu alařımların yksek sıcaklıkta mekanik mukavemetlerinin iyi olmasının nedeni, matris ierisinde homojen olarak dađılmış, ince oksit partikllerinden kaynaklanmaktadır. Yaklařık 20 nm byklğnde ve birbirine mesafesi 100 nm olan bu partikller, γ keleklerinden ve karbrlerden daha dengeli olup dislokasyonlar iin birer bariyer grevi yaparlar. Ayrıca ikinci yeniden kristalleřme sırasında iri uzun taneler ve dzgn olmayan tane sınırları oluřturarak, yksek sıcaklıkta tane sınır kaymasını nlemektedir.

Ferritik ODS alařımlarının yksek sıcaklıkta oksitlenme dayanımını arttıran en nemli sebep M.A. iřleminden sonra oluřan dengeli, alttaki metalle iyi bir bađ oluřturan $01\text{-Al}_2\text{O}_3$ filmidir. Bu oksit bir film řeklinde yzeyde bulunur. Fakat ferritik ODS alařımları zerinde oluřan oksit filminin sık sık ısınma ve sođumaya maruz kalan dngl ortamlarda kırıldıđı ve atladıđı bildirilmektedir.

Bilinen sper alařımların en nemli dezavantajı, yksek sıcaklıklarda uzun sre kullanılamamalarıdır. Halbuki mekanik alařımlama ile elde edilen sper alařımlar, alminyum ve titanyum gibi reaktif alařımlama elemanlarından ve ince dađılmış Al ve Ti oksit partikllerinin bulunduđu alařımlardır. Bu zelliđi ile mekanik alařımlama ile retilmiř sper alařımlar, yksek sıcaklıklarda kolay znmez ve uzun sre yapılarını muhafaza ederler [15].

Mekanik alařımlama metodunun gerek deđerı, ancak retilmesi zor alařımları veya bilinen metotlar ile retilmesi imkansız olan alařımlar gz nne alındıđı zaman grlr. Basit karıřtırma teknikleri yapıdaki oksitleri yeteri kadar homojen dađıtamamakta veya ok dzensiz bir yapı oluřmaktadır. Uzay sanayi, gaz trbn gibi ortamlarda kullanılan alařımların maksimum servis sıcaklıđında alıřması istenir. Servis sıcaklıđı arttıđında, malzemenin mekanik dayanım ve oksitlenme dayanımının arttırılması gerekir. Bu sebeple bu tr uygulamalar iin Mekanik alařımlama ile elde edilen alařım malzemeler istenir. Mekanik alařımlama iřlemi,

buna imkan vermekte ve bilinen diğ er metotlarla üretim sırasında karřımıza ıkan problemlerin bir çođ u oluřmamaktadır.

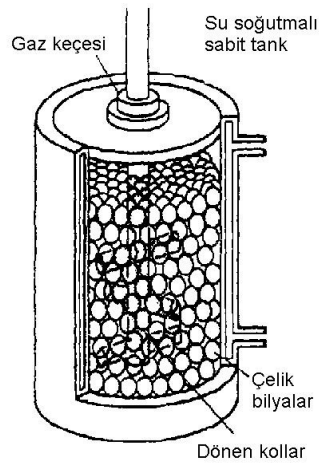
1000°C'nin üzerinde Ni bazlı malzemelerde γ fazı irileřerek ve özünerek dislokasyon hareketlerini engelleyecek bariyer özelliđ ini kaybetmektedir. Oysa daha dengeli ve kararlı refrakter oksit partikülleri ieren ferritik ODS alařımları, yumuřak matris ierisinde homojen bir řekilde dađ ıldıđ ında, malzemenin dayanımını ergime noktasına yakın bir sıcaklıđ a kadar muhafaza etmektedir. Bu partiküller genelde Y_2O_3 veya $Y_2O_3+Al_2O_3$ partikülleri olup, γ partikülleri ile karřılařtırıldıđ ında ok daha dengelidir, yüksek sıcaklıkta daha yavař büyümektedir [15].

3.2. Mekanik Alařımlama Mekanizması

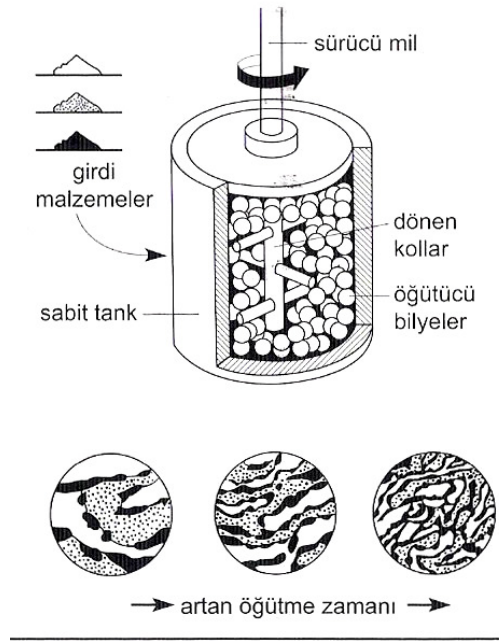
Oksit dađ ılımı ile güçlendirilmiř malzemeler gibi paracık takviyeli kompozitler yüksek sıcaklık sürünme dayanımı nedeniyle uzun zamandır kullanılmaktadır. Bu kompozitlerin üretiminde ana yapının her yerinde sert paracıkların homojen dađ ılımını elde etmek zordur. Öđ ütme teknikleri bu kompozitleri üretmek amacıyla geliřtirilmiřtir. Hareketli bilyeler arasındaki ařındırma ile alařımlı kompozit paracıkları üreten mekanik alařımlama, bu amala bařarılı bir tekniktir [12].

Mekanik alařımlama, yüksek enerjili deđ irmen kullanılarak homojen dađ ılımlı oksit ieren metal toz üretim metodudur. Üretilmek istenen alařıma ait metal tozlan řekil 3.1'de görülen yüksek enerjili atritör ierisine bilyelerle birlikte konur. řekil 3.2'de mekanik alařımlamanın řematik gösterimi verilmiřtir.

Bu tozlardan en az bir tanesi bađ layıcı olması bakımından yumuřak olmalı, diđ eri ise sert oksit paracıkları olmalıdır. Bunlar Fe ve Ni, bazlı malzemeler iin yumuřak matris ierisinde takviye elemanı olarak bulunmaktadır. Ayrıca alařımlama ortamına Al ve Ti gibi reaktif elementlerde ilave edilir. Bu reaktif elementler ya elementel olarak yada direkt oksitler řeklinde katılır. Bunlar genelde Y_2O_3 veya Al_2O_3 partikülleridir [15].



Şekil 3.1. Yüksek enerjili atritörün şematik görünümü [15]



Şekil 3.2. Mekanik alaşımlamanın şematik gösterimi [12]

Mekanik alaşımlama, temelinde mekanik olarak indirgenmiş, edilmiş tozlar arasındaki reaksiyonu sağlayan bir katı hal sürecidir. MA işlemi, tozların hem kompozisyonu hem de mikroyapılarının istenilen biçimde değiştirilebildiği veya oluşturulabildiği esnek bir işlemdir [15].

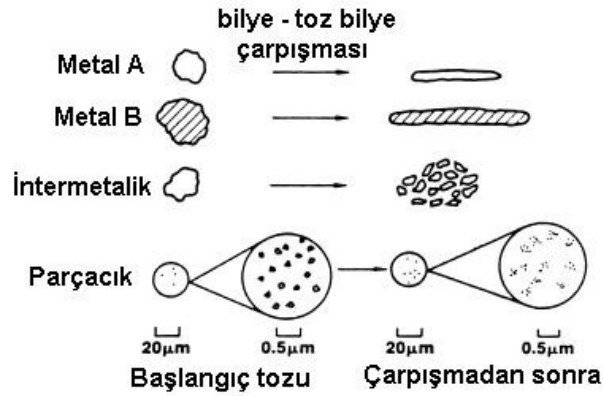
Bilyalı öğütme, bir ufalama işlemi olarak kullanıldığında, parçacık büyüklüğü, kırılma yoluyla düşer ama parçacık kimyası değişmez. Mekanik alaşımlamayı, diğer bilyalı öğütme işlemlerinden ayıran en önemli özellik, parçacık kırılmasının sürekli olarak sağlanması ve mekanik alaşımlama işlemi boyunca parçacıkların kaynaklaşmasıdır.

Sürekli olarak bilya - toz - bilya veya bilya - toz - kap çarpışmaları sırasında kırılan parçacıklar atomik olarak temiz yüzeyler yaratırlar. Mekanik alaşımlama soy bir ortamda yapıldığından kırılan bu yüzeyler oksitlenmezler ve böylece bu tür iki yüzey arasında çarpışmalar sırasında kaynaklaşma olur ve işlem sürecinde olmaya devam eder.

Daha sonra bu yeni yüzeyler ve parçacıkların kimyasal kompozisyonlarında reaksiyonlar ilerler ve bunlar öğütme sırasında sürekli olarak değişirler. Mekanik alaşımlamada kullanılan atritör genelde su soğutmalı olup, öğütme ortamında meydana gelebilecek oksitlenmeyi minimuma indirmek için Ar, He, H, N gazları kullanılır.

Atritör çalıştırıldığında yüksek enerji ile bilyalar birbirine çarpar ve çarpmanın etkisi ile arada kalan tozlar ezilir ve sert oksit partikülleri matris içine gömülür. Bu işlem devam ettikçe tozlarda pekleşme, kırılma ve kaynaklaşma devam eder. Çok kısa sürede dahi karışım elde edilir, ancak çok homojen değildir.

Mekanik alaşımlamada temel prensip, kuru yüksek enerjili bilyalı değirmen yükü içindeki toz parçacıklarının kaynaklaşması, kırılması ve tekrar kaynaklaşmasıdır. Bir kırıcı-öğütücü-tank içindeki merkez şaftı yüksek hızla döndürüldüğünde tozların çelik bilyalar arasında yüksek enerjili çarpışmalarına ve mekanik alaşımlamanın oluşmasına neden olur. Şekil 3.3'de herhangi bir işleme tabi tutulmayan tozlar ve alaşımlama sırasında kırılma, kaynaklaşması ve partikül dağılımı şematik olarak gösterilmektedir [15].



Şekil 3.3. Başlangıç tozları ve alaşımlama sonrasında deformasyon tavrılarının şematik gösterilişi [15]

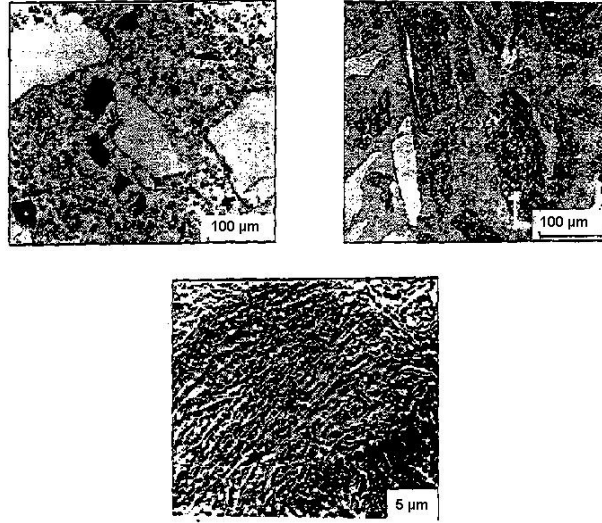
Diğer mekanik toz üretim tekniklerinde olduğu gibi mekanik alaşımlamada da kirlilik sorun olabilir. Bilyeler, karıştırma mili, kolları ve tank, öğütücü toz ile aynı malzemeden yapılarak kirlilik en aza indirilebilir. Organik bir akışkanın (heptan veya alkol gibi) ortam olarak seçilmesi, mekanik alaşımlamada öğütme ve kaynaklanma arasındaki dengeyi sağlamak için önemlidir. Muma benzer basit polimerler ve strearik asit gibi yağ asitleri ortamı dengelemede başarılı olmaktadır. Tozların aşırı iç-sertleşmiş ve köşeli olmasına rağmen, sıcak yoğunlaştırma teknikleri ile yoğunlaştırılmaları mümkündür [12].

3.2.1. Mikroyapı

Mekanik alaşımlama sırasında oluşan mikroyapı, katılan tozların özelliklerine, şekline, boyutlarına, sünekliğine ve benzeri birçok özelliklerine büyük ölçüde bağlıdır. Sünek toz parçacıkları kullanımı durumunda öğütmenin erken safhalarında kompozit tabakalı bir yapı oluşur. Bu tabakalar başlangıç öğelerinin çok çeşitli kombinasyonlarıdır. Bu istem aşamalı olarak tozların kompozit tabakaları arasındaki difüzyon yoluyla maruz kaldığı mekanik yoğrulma ile inceltir ve homojenleştirilir [15].

Günlerce devam eden bu karıştırma işlemi sonunda ise katmanlı yapı kaybolur ve homojen bir görünüm elde edilir. Çıplak gözle yapı homojen gözükürken, elektron mikroskobu altında lamelli yapıyı tespit etmek mümkündür, ancak kimyasal

homojensizliđi tespit etmek oldukça zordur. Son olarak alařımlanmıř tozun kompozisyonu bařlangıçtaki toz karıřımı kompozisyonunun aynısıdır ve gerçek alařım üretilmiřtir. Sekil 3.4'de alařımlama zamanına bađlı olarak tozların yapısı görölmektedir.



řekil 3.4. Alařımlama zamanına bađlı olarak metal tozların homojenliđi [15]

Alařımlama süresince tekrar eden kaynaklařtırma ve kırılma iřlemi, deđirmen hızı ile belirlenen oranda yapılır. Bilya çarpıřmalarının kinetik enerjisi, sıcaklık ve atmosferin de alařımlamada dođrudan etkisi vardır. Kısa bir süre sonra tozların, pek çok orjinal özellikleri halen belirlenebilir olmasına rađmen birleřme ve ayrıřma olduđuna dair bir belirti gösterirler (řekil 3.4).

3.2.2. Mekanik alařımlama teknikleri

Mekanik alařımlama katı hal alařımlamasının iyi neticeler verebilmesi için, deđiřik iřlem faktörleri dikkatli bir çalıřma ve optimizasyon gerektirir. Bunlar kısaca ařađıda verilmiřtir.

İlk katılan tozların özelliklerinin MA iřlemi üzerinde belirgin bir etkisi vardır. Katılan tozlardan biri çok yumuřak biri de çok sert olmalıdır. Sert tozlar matris içerisine homojen olarak dađılmalıdır [15].

Öğütücü tank iç kısımları, mil ve çelik bilya yüzeyleri, üretilen alaşımın tabakası ile kaplanacak bir özelliğe sahip olmamalıdır. MA işlemi bu tabaka üzerinde gerçekleştiğinden, bu tabakanın oluşturulması, birleşme - ayrışmanın dengelenmesinde ve bunun yanında toz yükünün bozulmasının engellenmesinde kritik bir öneme sahiptir.

Değirmen içindeki atmosfer ve sıcaklık, belli sıklıkta dikkatlice kontrol edilmelidir.

Mekanik alaşımlamanın klasik kullanımı, bir alaşımı onu oluşturan saf öğelerden üretmektir. Yani bakır ve çinko öğütüldüğünde prinç oluşur.

Mekanik alaşımlama süreci oksidasyon/indirgenme reaksiyonlarını başlatmak için kullanılabilir ve böylece atritör bilyalı aktif bir kimyasal reaktöre çevrilmiş olur. Örneğin Ca gibi bir indirgeyici ile CuO'nun mekanik alaşımlanması, Cu metalini oluşturmak için bakır oksidin indirgenmesi ile sonuçlanır.

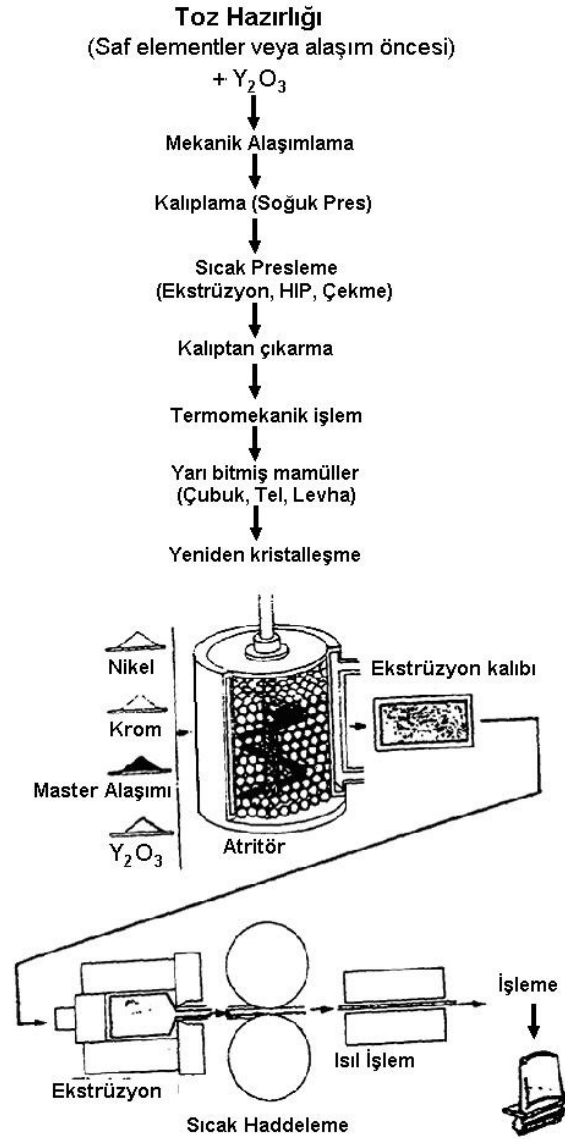
Aşırı alaşımlama işleminin veya yetersiz öğütme süresinin önlenmesi için optimum öğütme zamanı seçilmelidir. Aşırı alaşımlama işlemi, tozun çok ince parçalanmasından kaynaklanan aşırı sertleşme ve dolayısıyla toza uygulanacak termo mekanik işlem sırasında alınacak sonuçları aşırı derecede etkiler.

Tozların taşınmasında (şarj ve deşarjında) ham maddeden başlayarak, en son işlemde geçmiş toz kesinlikle temiz kaplar ve ekipmanlar ile taşınmalıdır, diğer yabancı maddelerle etkileşim olmamasına dikkat edilmelidir.

Laboratuvar şartları altında çok küçük miktarlarda mekanik alaşımlanmış tozların üretilmesi kolaydır. Ancak yapılması o kadar kolay olmayan işlem, ticari üretimde birkaç tonluk tozun ham maddesinin ve oluşan alaşım tozun kirletilmesinin engellenmesidir. Öğütme ürününün kalitesi için karmaşık olarak geliştirilmiş üretim ve kalite garanti prosedürleri tatbik etmek gereklidir [15].

Mekanik alaşımlanarak elde edilmiş tozların soğuk preslenmesi ile yoğunlaştırılması veya kalıplanması kolay değildir. Bu nedenle mekanik alaşımlanmış tozların

şekillenmesinde sıcak izostatik pres (HIP) ekstrüzyon veya sıcak presleme (Hotforging) gibi sıcak birleştirme yöntemleri kullanılır. Sadece sıcak izostatik pres ile teorik olarak tam yoğunluğa ulaşan tozlar daha sonra sıcak işlemlere tabi tutulmaz. ODS demir alaşımlarının üretimi ile ilgili akış şeması Şekil 3.5'te verilmiştir [15].



Şekil 3.5. ODS demir alaşımlarının işleme tablosu [15]

3.3. Mekanik Alaşımada Reaksiyon Oranları

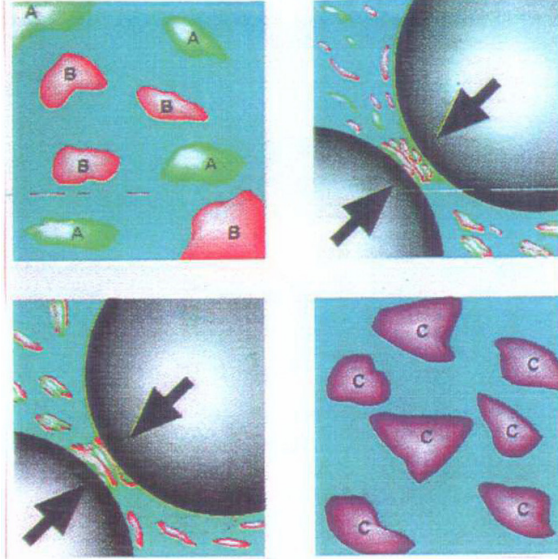
Mekanik alaşımlama sırasında ortaya çıkan kaynaklaşma ve kırılma-ayırışma olayları, toz parçacıklarının çarpışmaları ve parçacıklar için özel bir durum olan kaynaklaşma ve kırılma ihtimalleri zamana bağlı olan reaksiyon kinetikleridir.

Tozların öğütülmesi sırasında bilya / toz oranının uygun seçilmesi gereklidir. Bilya / toz oranı azaltıldığında parçacıkların kaynaklaşma ihtimali de azalmakta ve alaşımlama için gerekli olan öğütme zamanı uzamaktadır.

Mekanik alaşımlama farklı tozların yüksek enerji ile öğütülmesidir ve bazen reaksiyon öğütmesi olarak da adlandırılır. Öğütme tankı içinde parçacıkların kaynaklaşmasını ve ayrılmasını sağlayan etkenler öğütme ortamının genel karakteristikleridir. Bunlar atmosfer, ısı, işlem kontrol ünitesi, yük/bilya oranı, karıştırıcılar ve değirmen dönüş hızı gibi faktörlerdir ve alaşımlama sonuçları optimal bir duruma getirilebilir.

Mekanik alaşımlama sırasında gerçekleşen olaylar nitelik olarak bilinmektedir. Alaşımda kullanılan metal tozlarının sertlikleri karşılaştırıldığında, sertlikleri birbirine yakınsa katmanlı yapıya benzer bir yapı oluşur. Eğer alaşımlama çok farklı sertlikte tozlar ile yapılıyorsa, sertliği daha fazla olan tozlar parçalanır ve sert parçacıklar yumuşak parçacıklar arasına dağılır. Sert parçacıkların kırılması, mekanik alaşımlama işlemi devam ettikçe sürekli olur ve yapı gittikçe homojen bir durum alır. Eğer katmanlı yapı optik mikroskop ile daha fazla ayırt edilemiyorsa veya sertlik yüksek değerlere ulaşmışsa, alaşımlamanın tamamlandığı anlaşılır.

Mekanik alaşımlamanın nicel açıklamaları daha yavaş ortaya çıkmaktadır. C alaşım parçacıklarını oluşturmak için A ve B elementel tozlarının alaşımlanmaları sırasında meydana gelen birleşme olayının şematik görünüşü Şekil 3.6' da verilmektedir [15].



Şekil 3.6. Mekanik alaşımlama sırasında kaynaklaşmanın şematik gösterilişi [15]

($2A \rightarrow A$, $2B \rightarrow B$ ve $2C \rightarrow C$) aynı türlerin basit bir parçasını oluşturmak için birleşen iki benzer parçaya tekabül eder. ($A+B \rightarrow C$) tüm türlerin bir element parçasına ve bir alaşım parçası üretimine karşılık gelir. ($A+C \rightarrow C$) ve ($B+C \rightarrow C$) gibi iki ayrı alaşımlanmış parçacıkların sayısını sabit tutarken dağılımdan bir element çıkarır. Kırılma sırasında toz dağılımında meydana gelen gelişimi açıklamak çok kolaydır. Her hangi tür bir parçacık kırıldığında, bu parçacık aynı türden iki ayrı parçacığa ayrılır ($A \rightarrow 2A$, $B \rightarrow 2B$ ve $C \rightarrow 2C$).

3.4. Mekanik Alaşımlamanın Parametreleri

Mekanik alaşımlamada öğütme sırasındaki mikroyapı gelişimi iyi bir şekilde ortaya konulmasına rağmen, mekanik alaşımlamayı ilgilendiren temel mekanizmaları, öğütme geometrisinin ve diğer öğütme parametrelerinin işlem üzerindeki etkilerini anlamak için çok fazla bir çalışma yapılmamıştır [15].

3.4.1. Sıcaklık artışı

Mekanik alaşımlama sırasında özellikle üzerinde durulan konu, çarpışma olayları sırasında kaynaklaşma esnasında parçalarda ortaya çıkan sıcaklık artışıdır. Aşırı plastik deformasyonun lokal ergitmeye ve kaynaklaşmaya yol açtığını ileri

sürülmektedir. Toz parçacıklarının kırılmış yüzeyleri arasındaki çarpma sıcaklıklarının çarpma sırasında sadece 38°K'lık bir maksimum sıcaklık artışına sebep olduğunu hesaplamışlardır.

3.5. Mekanik Alaşımın Kinetikleri

Belirli bir mekanizmanın anlaşılmasında çok önemli olan bir diğer hususta mekanizmanın kinetikleridir. Mekanik alaşımlamanın istenilen özelliklerde gerçekleşmesi ve uygun oranlarda ilerleyebilmesi için genellikle yüksek sıcaklıklar gerektiren katı hal reaksiyonlarının, nasıl olup da oda sıcaklığında gerçekleştiği üzerinde durulması gereken bir konudur.

Tüm katı hal reaksiyonları, işleme giren elemanlar arasında bir veya daha fazla ürün safhasının oluşumunu gerektirir. İşlemede reaksiyon hacmi, reaksiyona girenler uzamsal olarak ayrıldıkça kademe kademe düşürülür.

3.5.1. Difüzyon süreci

Mekanik alaşımlamada reaksiyon oranları, ilk kontak bölgeleri ve üretim kademeleri süresince reaksiyona giren elemanların birbirleri içerisindeki difüzyonu ile değişir.

Pek çok katı hal reaksiyonları için parçacıkların ilk temas alanı sabittir ve difüzyon da sınırlıdır. Bundan dolayıdır ki; katı hal işlemleri sıcaklığa aşırı derecede bağlıdır ve reaksiyonlar ısıl olarak gerçekleşir.

Mekanik olarak geliştirilmiş reaksiyonlar için, reaksiyon oranı (belli şartlar altında) sıcaklıktaki düşme ile ve faz değişimiyle artar. Katı hal reaksiyonlarının oda sıcaklığında oluşmasını engelleyen olumsuzluklar çok sayıda şart bir arada elde edildiğinde; mekanik alaşımlama ile ortadan kaldırılabilir [15].

3.5.2. Kontak alanları boyutu

Reaksiyon ara yüzey alanı sadece ilk kontak alanlarına bağlı değildir. Aynı zamanda, öğütme işlemi sırasında parçacık büyüklüğü azaldıkça ara yüzey alanı da artar.

Böylece kimyasal reaktivite öğütme sırasında sürekli artar. Dahası bu arttırılmış reaksiyon ara yüzeyi, dinamik olarak kırılma olayları ve tekrar kaynaklaşma sırasında tozlar sürekli kırıldıkça sürekli oluşur.

Reaksiyon oranını arttırıcı üçüncü etki de, mekanik alaşımlanmış tozlar içinde mevcut bulunan artan difüzyon oranıdır. Bunun sebebi de difüzyonun oda sıcaklığında olmasını sağlayan plastik deformasyon yoluyla çok sayıda kristal bozulmasının ortaya çıkmasıdır. Aslında MA devamınca reaksiyon oranı o kadar artar ki öğütme sırasında kendini sürdüren yanma olayları bile olabilir.

3.5.3. Reaksiyon ve kimyasal kinetikler

Mekanik alaşımlama sırasındaki reaksiyon kinetikleri ve bunun sonucu ortaya çıkan kimyasal kinetikleri arasındaki ilişki, öğütme parametrelerinden yük oranı ile öğütme süresi arasında ters orantı olduğunu gösterilmiştir.

Ancak MA kinetikleri, hem bilya etkili çarpışmaların sayısal toplamına, hem de çarpışma enerjisine bağlıdır. Sonuç olarak mekanik alaşımlamanın kimyasal kinetiklerini etkileyen faktörlerin anlaşılması suretiyle, mekanik alaşımlama için relatif işleme süreleri optimum hale getirilebilecektir.

3.6. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

Uzay sanayi için geliştirilmiş mekanik alaşımlanmış malzemeler yüksek sıcaklık ortamlarında olağanüstü dayanım gösterirler. Dayanım birden fazla mekanizma ile gerçekleşir Bu metodun avantajları aşağıdaki şekilde sıralanabilir [15].

- Mekanik alaşımlama işlemi, gelişmiş malzemeler tasarlanmasını sağlayan birkaç yeni işleme tekniklerinden bir tanesidir.
- ODS malzemeler, türbin paletlerinin alaşım malzemelerini üretmek için geliştirilen bir tekniktir. Bu teknik şimdi, mekanik alaşımlama ile yeni malzeme üretiminde kullanılan özel bir metottur.

- Mekanik alaşımlama temelde katı malzemelerin, bilyalı bir değirmende asal bir ortamda işlendiği bir toz metalurjisi tekniğidir. İşlem içerisinde sıvılar bir kontrol elemanı veya reaktant olarak bulunabilir.
- Mekanik alaşımlama işleminin bir katı hal işlemi olmasından dolayı alaşımlar sıvı halde bulunmayan terkiplerden yapılabilir.
- Yeni mikroyapılar kullanarak aşırı kararlı alaşımlar ve malzemeler de üretilebilmektedir.
- Mekanik alaşımlamada dayanım için en önemli rolü, matris içerisinde homojen dağılmış oksit partikülleri üslenmektedir. Bu partiküller dislokasyon hareketleri için önemli bir bariyer teşkil etmektedir. Yeterli dayanım elde edebilmek için oksit partiküllerinin çok küçük (5-50nm) ve birbirine oldukça yakın (100-150nm) dağılmış olması gerekir. Mekanik alaşımlama ile bunu sağlamak mümkündür.
- Matris içerisine dağılmış oksit partiküllerinin yüksek sıcaklıkta kararlı olması gerekmektedir. MA metodu ile Y_2O_3 genellikle matrise partikül olarak katılmakta ve bu da yeterli dayanımı sağlamaktadır.
- Oksit partiküllerinin diğer bir avantajı da topaklanma ve yeniden kristalleşmeyi engellemesidir. Bu sayede oldukça iri, uzun ve birbirine geçmiş taneler elde etmek mümkündür. İri tane yapısı, ikinci yeniden kristallenme işleminden sonra ortaya çıkmakta ve malzemenin yüksek sıcaklıkta tane sınırı kaymasını engellemektedir.
- Mekanik alaşımlama metodu ile elde edilen tozların yapısında tamamen homojenlik elde edilebilir, böylece segragasyon problemi ortadan kaldırılmış olur [15].

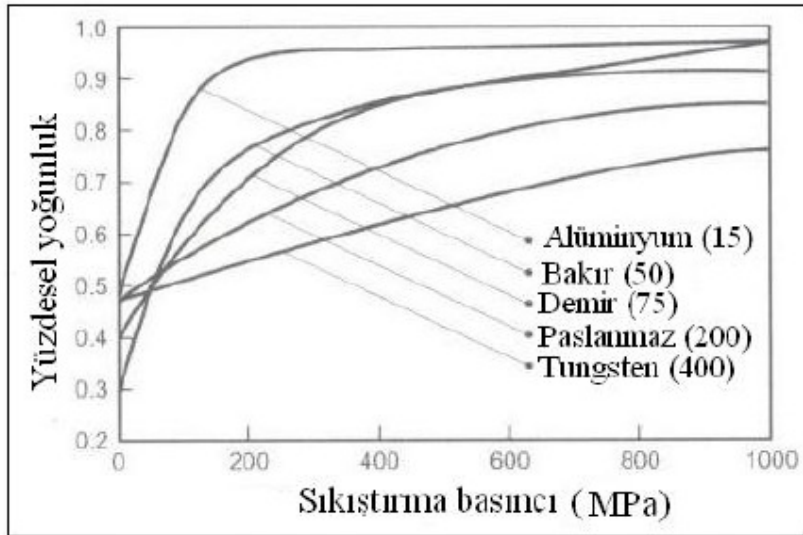
- Diğer üretim metotlarının aksine termodinamik olarak alaşımlamada kompozisyon sınırlaması yoktur. Böylece çok geniş ve alışılmıřın dıřında kombinasyonlarda malzeme üretilebilir.
- Dıř etkilere karřı dayanıklı malzeme üretmek mümkündür.
- Endüstriyel uygulamalar için karmařık řekilli ve hassas toleranslar dahilinde malzeme üretimi mümkündür. 0,1 mm et kalınlığında sac levha ve 0,4 mm kalınlığında boru malzeme üretilebilmektedir.
- Bir seferde oldukça fazla miktarda toz üretmek ve alařımlama mümkündür.
- Fabrikasyonu kolaydır.
- Malzemelerin ve alařımların, oksitlerden ve tuzlardan tüm üretim maliyetlerini azaltarak direkt olarak üretilmesini saęlar.
- Performans / birim fiyat dikkate alındığında ucuz malzeme üretimi mümkün olmaktadır [15].

BÖLÜM 4. TOZ ŞEKİLLENDİRME VE SİNERLEME

4.1. Giriş

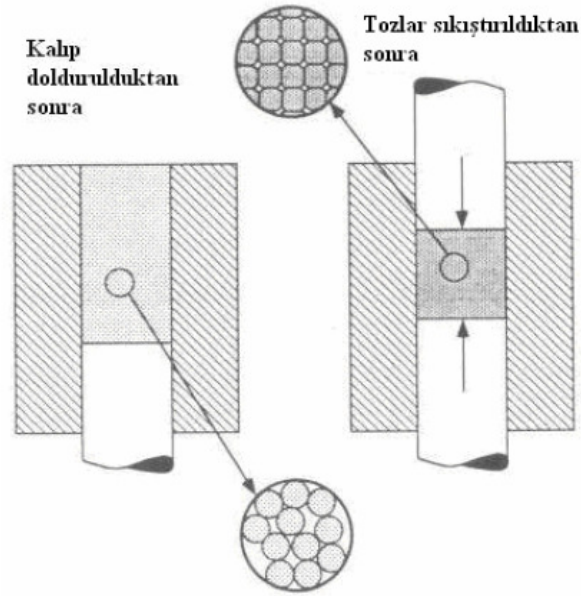
Karıştırma sonrasında tozlar, istenilen şekle getirilmek ve yoğunluğun artırılması için şekillendirme veya sıkıştırma işlemlerine tabi tutulur. Endüstriyel olarak en çok kullanılan sıkıştırma teknikleri tek eksenli çift veya tek taraftan etkili preslemedir. Bununla birlikte izostatik presleme, enjeksiyon kalıplama, haddeleme, dövme gibi çeşitli toz sıkıştırma yöntemleri de kullanılmaktadır. Sıkıştırma ile sinter öncesinde malzeme istenilen şekle getirilir ve sinter öncesi herhangi bir işleme tabi tutulacaksa bunun için gerekli dayanımı göstermesi sağlanır. Sıkıştırma işlemi için kalıp tasarımı yapılırken sıkıştırılacak tozların özelliği, tozların sıkıştırılması için gereken basınç ve üretilecek ürünün şekli göz önünde bulundurulur.

Sıkıştırmanın ilk aşamasında yoğunluk artışı hızlı iken ilerleyen aşamada tozların arasındaki gözeneklerin dolmasıyla beraber yoğunluk artışı yavaşlar. Şekil 4.1'de beş farklı metalin sıkıştırma basıncıyla yoğunluk artışı görülmektedir. Parantez içindeki değerler metallerin Vickers sertlik değerleridir. Bu grafikten de anlaşıldığı gibi yumuşak metallerin sıkıştırılması sert metallere göre daha kolaydır [11].



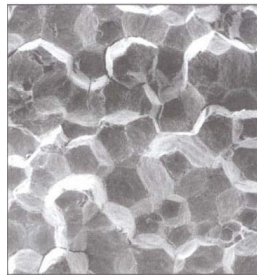
Şekil 4.1. Çeşitli metallerin sıkıştırma ile basınç – yoğunlaşma davranışları [11]

Şekil 4.2’de tozların kalıp içindeki yoğunlaşma davranışları taslak olarak gösterilmiştir. Buna göre ilk aşamada tozlar kalıp içine ilk konduğunda yoğunlukları, görünür yoğunluklarına eşittir. Basınç uygulanmaya başlanmasıyla tozlar deforme olmaya ve mekanik kuvvetlerle birbirlerine bağlanmaya başlar. Basıncın devam etmesiyle deformasyondan dolayı tozlar sertleşir ve sıkıştırmaya devam edebilmek için daha çok basınç uygulanması gerekir. Tozların cinsine ve kalıp malzemesine bağlı olarak 1000 MPa’a kadar sıkıştırma basıncı uygulanabilir [11].



Şekil 4.2. Tozların sıkıştırılma esnasında kalıp içindeki davranışı [11]

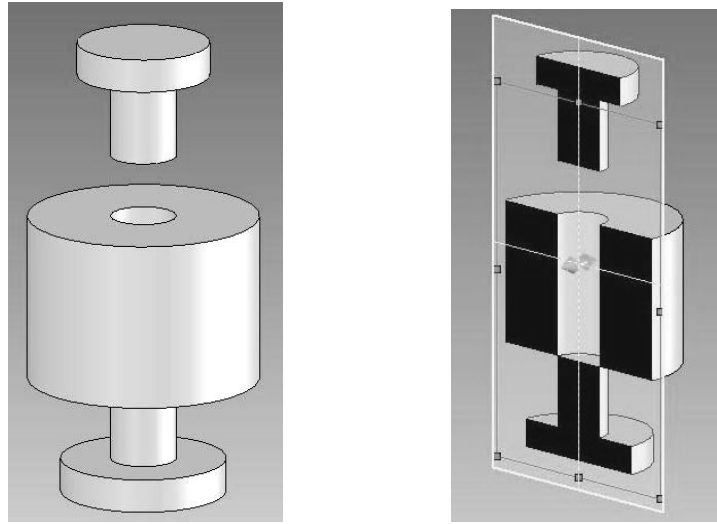
Tozların birbirleri arasında tutunmalarının sağlanması için bir miktar deforme olması gereklidir. Sert karbür, oksit, borür ve nitrür tozları presleme esnasında deforme olmazlar bu yüzden ham parçanın dayanımını sağlamak için bu tozlara bağlayıcı olarak polimer esaslı malzemeler katılır. Alüminyum, kurşun gibi yumuşak tozların ham yoğunluğu sıkıştırma ile neredeyse tam yoğunluğa yakın değerlere kadar çıkarılabilir. Şekil 4.3.'te, küresel tozların kalıpta birkaç kez sıkıştırıldıktan sonra kalıptan çıkarılıp kırılmasıyla elde edilen SEM görüntüsünde tozların kalıpta şekillendirilirken nasıl deforme olduğu görülmektedir [11].



Şekil 4.3. Birkaç kez preslenmiş küresel tanelerin presleme sonrası deforme olmuş halinin SEM görüntüsü [11]

4.2. Tek Eksenli Presleme

Tek eksenli presleme toz presleme teknikleri arasında en basit olanıdır. Tek eksenli preslemede rijit bir kalıp içine yerleştirilmiş tozlar bir zımba vasıtasıyla sıkıştırılır. Bu yöntemde tek yönden basınç uygulanabildiği gibi aynı eksende zıt yönlere iki zımba yardımıyla da tozların sıkıştırılabilmesi mümkündür. Şekil 4.4’de silindirik numune üretmek için tasarlanmış bir tek eksenli presleme kalıbı ve bu kalıba ait kesit görüntüsü verilmektedir.



Şekil 4.4. Tek eksenli toz sıkıştırma için tasarlanmış yuvarlak kesitli bir kalıp [11]

Tek eksenli sıkıştırmada ilk olarak kalıp boşluğuna tozlar doldurulur daha sonra üst ve alt zımbalar tarafından sıkıştırılır son olarak ta elde edilen ham parça kalıptan çıkarılır. Sıkıştırma sonucu elde edilen ham parçalar kalıptan çıkarılma esnasında ve sinter öncesi işlemlerde parçalanmayacak kadar sağlam olmalıdır. Presleme sonucunda elde edilen yapı sinter sonrasındaki malzemenin mikroyapısal ve mekanik özelliklerini doğrudan etkiler [11].

Tek eksenli preslemede gerek ham parçanın kalıptan çıkarılmasını zorlaştırdığı ve gerekse parçanın yoğunluğunun homojen olmasını engellediği için kalıp duvarı sürtünmesinin dikkate alınması gerekir. Ham parçalarda zımba ile temas halinde olan kısımlarda yoğunluk en fazladır. Yanal yüzeylerde gelen yük kalıp yüzeylerindeki sürtünmeden dolayı daha azdır. Bu da yoğunluğun daha az olmasına sebep olur.

Presleme sonrası, belirtilen nedenlerden dolayı düzensiz yoğunluk dağılımı sinterleme de parçanın şekilsel deformasyona uğramasına neden olur. Ayrıca bu sürtünmeden dolayı kalıp zımbası da aşınarak zamanla hassasiyeti belirlenmiş toleransların dışına çıkar. Kalıp yüzeylerindeki sürtünmeyi azaltmak için yağlayıcı malzemeler kullanılır.

4.3. İzostatik Presleme

Tek eksenli presleme endüstride yoğun olarak kullanılmasına rağmen bu yöntemle kompleks parçaların üretilmesi pek mümkün değildir. Bu yüzden tek eksenli preslemenin üretilecek parça için yetersiz kaldığı durumlarda izostatik presleme kullanılır. İzostatik preslemenin soğuk izostatik presleme (CIP) ve sıcak izostatik presleme (HIP) olmak üzere iki türü vardır [11].

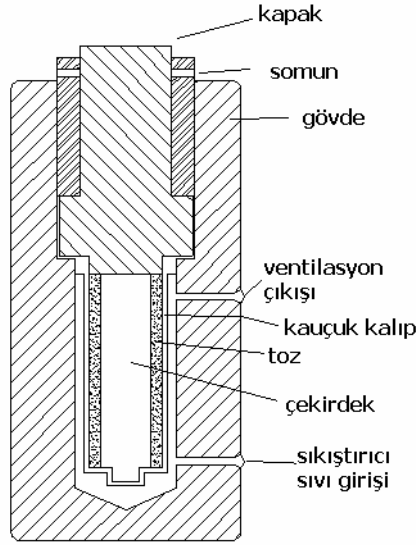
4.3.1. Soğuk izostatik presleme (CIP)

Soğuk izostatik preslemede toz ile doldurulmuş esnek bir kalıp su veya yağ gibi bir akışkan yardımıyla izostatik olarak sıkıştırılır. Şekil 4.5’de bir izostatik presin kesit görünüşü verilmiştir. Bu yöntemde 1400 MPa basınca kadar ulaşılabilmesine rağmen genellikle izostatik presleme 350 MPa’nın altındaki basınçlarda uygulanmaktadır. Soğuk izostatik preslemenin;

- Sinter öncesi parçalarda üniform yoğunluk,
- Aynı basınçta tek eksenli olarak preslemeden yaklaşık % 5-15 daha fazla ham yoğunluk,
- Ham parçalar için yüksek dayanım,
- Daha az iç gerilim,
- Bağlayıcı ve yağlayıcı kullanılmadan sıkıştırma sağlanabilmesi,
- Kompleks parçalar üretilbilme imkanı,
- Plastik ve kauçuk kalıpların kullanımıyla düşük takım maliyeti,
- Düşük malzeme ve sonradan işleme maliyeti

gibi avantajlarının yanı sıra;

- Ham parçalarının boyutsal kontrolünün tek eksenli kalıpta şekillendirmeye oranla daha az hassas olması,
- İzostatik preslenen parçaların yüzeylerinin daha az hassas olması,
- Esnek kalıpların kullanım ömrünün daha az olması,
- Bir parçanın sıkıştırılması için gereken zamanın tek eksenli sıkıştırmaya göre daha uzun olması gibi dezavantajları vardır.



Şekil 4.5. İzostatik presin kesit görünüşü [11]

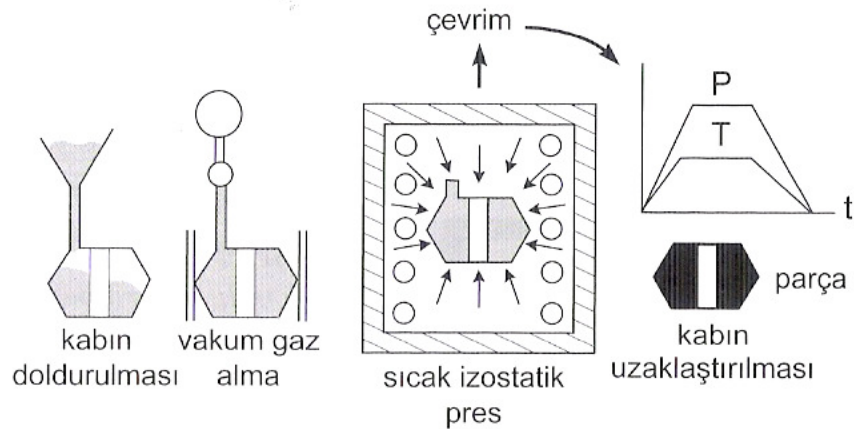
Soğuk izostatik preslemede, sıkıştırma maksadıyla gaz veya sıvı kullanılabilir. Sıkıştırıcı seçiminde kullanılacak maddenin sıkıştırılabilirliği, cihazın pompa ve conta sistemleri ile üretilen parça önemlidir [11].

4.3.2. Sıcak izostatik presleme (HIP)

Tozları tam yoğunlukta sıkıştırmanın yaygın bir yolu çoğunlukla HIP olarak kısaltılan sıcak izostatik preslemedir. Basıncı tek eksen üzerinde uygulayan sıcak presleme ve kıvılcımlı sinterlemenin tersine, sıcak izostatik presleme basıncı bütün yönlerden aynı anda uygular. Bu daha az parçacık-parçacık kayması oluşturur. Bunun bir sonucu, tam yoğunluk sağlanması durumunda dahi, özellikleri düşüren parçacıklar üzerindeki yüzey filmlerinin ilk parçacık sınır dekorasyonları gibi

kalabilmesidir. Bunun yanı sıra, sıkıştırılan parçanın yüzeyi sıkıştırma ortamından kirlendiği için HIP sonrası bu kirliliklerin kimyasal çözme, talaş kaldırma ve aşındırma ile giderilmesi gerekir. Bu işlem maliyetini artırır ve HIP'i daha az kullanılan net şekil teknolojisi yapar. Bu nedenle HIP çoğunlukla yakın net şekil işlemi olarak adlandırılır [12].

Şekil 4.6'da sıcak izostatik presleme işleminin sıralamasını şematik olarak göstermektedir. Tozun doğrudan sıkıştırılması için, gaz sızdırmaz bir esnek kap içerisine konulması gerekir. Kap, sıkıştırma sıcaklığında yumuşak ve deforme edilebilir cam, çelik, paslanmaz çelik, titanyum veya tantalyum gibi herhangi bir malzemeden yapılabilir. HIP'ten önce, kap toz ile doldurulur ve uçucu kirlilikleri uzaklaştırmak için vakum altında ısıtılır. Vakum ve gaz alma işleminden sonra kap sızdırmaz bir şekilde kapatılır. Tozdaki gazın uygun şekilde alınamaması, ısıl gözeneklere yol açar. HIP'ten sonra parça yüksek sıcaklığa maruz kaldığında daha önce kapanmış içi gaz dolu gözenekler yeniden oluşur. HIP basamağında, tozun yoğunlaşmasından önce esnek kabın yumuşatılması için programlanmış ısıtma ve basınç uygulama döngüleri vardır. Bir toz parça %8'den az tercihen %5'ten az gözenekliliğe sinterlenirse, gözenekler kapanacaktır ve yoğunlaşma için esnek kaba gerek yoktur. Buna kapsız HIP denir [12].



Şekil 4.6. Klasik sıcak izostatik presleme işleminin şematik gösterimi [12]

Tozun sıkıştırılması ısıtılmış basınçlı bir hazne içinde meydana gelir. Yüksek basınçlı gaz, argon veya azot, basıncı ve sıcaklığı parçaya iletmek için kullanılır. Parçacık yeniden düzenlenmesi ve temas noktalarındaki plastik akışın ötesinde, yoğunlaşmanın önemli bir bölümü sürünme işlemleri ile gerçekleşir. HIP'te 2200°C'ye kadar sıcaklıklar ve 200 MPa'a kadar basınçları kullanmak mümkündür. Hazneler 1,5 m çap ve 2,5 m yüksekliğe kadar değişik ölçülerdedir. İşlem süreleri 1-8 saate kadar değişir; 1 saatlik süreler takım çeliklerinin imalatında olduğu gibi tekrarlamalı uygulanır [12].

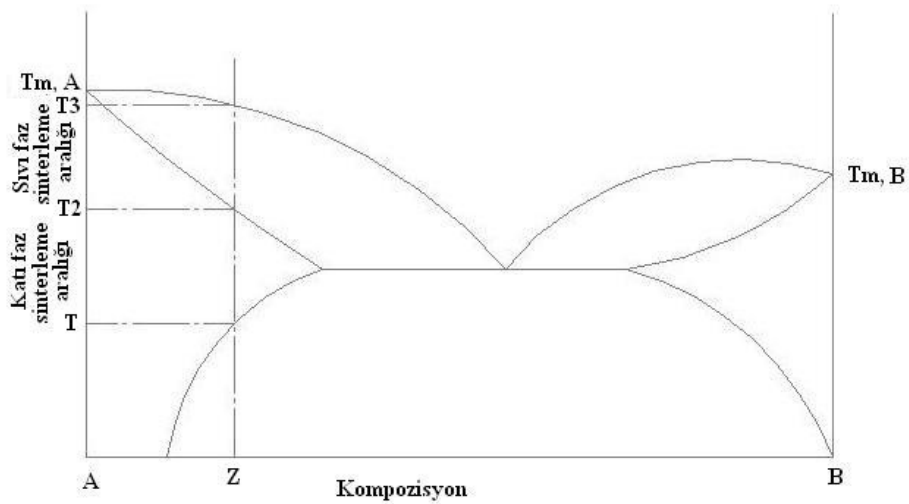
4.4. Sinterleme

Sıkıştırma sonrasında tozlar birbirlerine sadece mekanik ve elektriksel bağlar ile bağlı durumdadır. Bu bağlar üretilen parçanın herhangi bir amaçla kullanımı için yeterli dayanımı sağlayamamaktadır, bu yüzden T/M yönteminde parçaları oluşturan tozlar yüksek sıcaklıklarda sinterlenerek partiküller arasındaki bağların güçlenmesi amaçlanır [11].

Sinterleme, sıkıştırılmış bir tozmetal parçanın, kendisini oluşturan tozlar arasındaki bağların güçlenmesi, dolayısıyla daha sağlam bir yapı oluşturulması amacıyla ana bileşeni olan malzemenin ergime sıcaklığı altındaki bir sıcaklığa kadar çıkarılmasını öngören ısı işlem türüdür. Sinterleme işlemi, oksit seramikler dışında, genelde koruyucu bir atmosfer altında ve kompozisyonu oluşturan ana bileşenin ergime sıcaklığının %60-90'ı arasında bir sıcaklıkta yapılır. Sinterleme sonrasında malzemenin dayanımı artar ancak bazı durumlarda, örneğin, içinde bulunan kalıntı gözeneklerden dolayı, tozmetal malzemenin dayanımı aynı bileşimdeki döküm veya işlenmiş parçaya göre daha düşük olabilir.

Sinterleme basit olarak katı faz sinterleme ve sıvı faz sinterleme olarak iki gruba ayrılır. Katı faz sinterleme sıkıştırılmış ham parçanın sinterleme esnasında tamamıyla katı halde kalmasıyla olur. Sıvı faz sinterlemede ise sinterleme esnasında kompakt içinde sıvı faza geçen bileşenler bulunur. Sinterleme sonucunda özellikle ince taneli toz kullanıldığı durumlarda yoğunluk artışıyla birlikte hacimsel küçülme de meydana gelir. Tek bileşenli bir tozmetal parçanın sinterlenmesinde, sinterleme sıcaklığı

metal in ergime derecesinin 2/3'ü veya 4/5'i alınarak tespit edilirken çok bileşenli sistemlerde karışım oranlarına bağlı olarak ergime derecesi düşük olan elementin ergime derecesinin üstünde ergime derecesi yüksek olan elementin ise ergime derecesinin altında sinterleme sıcaklığı seçilir. Sinterleme sıcaklığı ve süresi sinterlenecek tozların özelliklerine göre seçilir. Şekil 4.7'de şematik bir faz diyagramı görülmektedir. Diyagrama göre A ve B tozları Z kompozisyonunda karıştırılmıştır. Eğer bu karışım T-T2 sıcaklığı arasında sinterlenirse bu işlem katı faz sinterleme olarak adlandırılır şayet T2-T3 sıcaklığı arasında sinterlenirse bu iki toz malzeme arasında sinterleme sıcaklığına bağlı olarak bir ötektik oluşacak bu yüzden kompakt içinde bir miktar sıvı faz görülecektir. Bu nedenle bu tip sinterleme işlemine sıvı faz sinterleme denilmektedir [11].

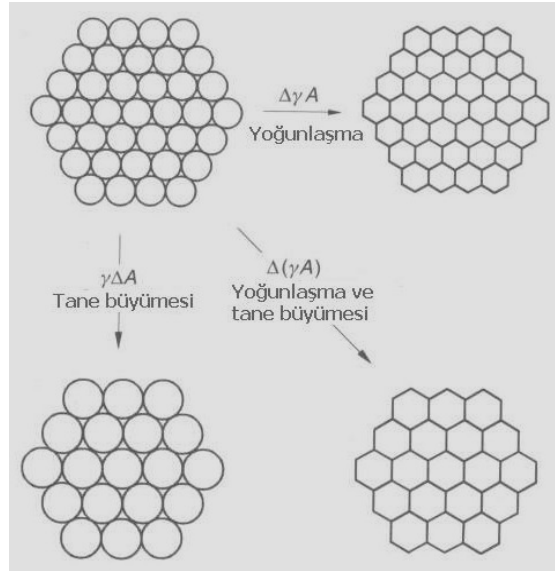


Şekil 4.7. Kırtı ve sıvı faz sinterleme sıcaklık bölgeleri [11]

Sinterlemenin oluşmasını sağlayan itici güç, toplam ara yüzey enerjisinin azalmasıdır. Toz kompaktın toplam ara yüzey enerjisi γA , spesifik ara yüzey enerjisi γ , kompaktın toplam ara yüzey alanı A ise, enerjideki toplam düşme;

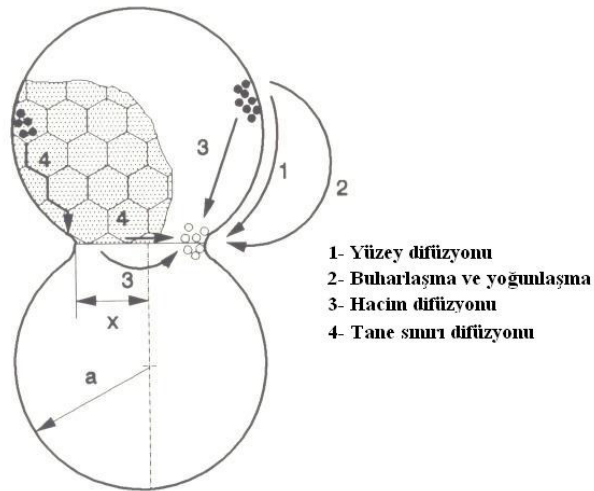
$$\Delta(\gamma A) = \Delta \gamma A + \gamma \Delta A \quad (4.1)$$

olarak ifade edilir. Tane büyümesine bağlı olarak ara yüzey alanı ve yoğunlaşmadan dolayı ara yüzey enerjisi değişir. Katı faz sinterleme de $\Delta \gamma$, katı-katı ara yüzeyden katıdan buhar ara yüzeyine geçişle bağlantılıdır. Şekil 4.8.'de yoğunlaşma ve tane büyümesi etkisiyle oluşan toplam ara yüzey enerjisi şematik olarak gösterilmiştir ve bu sinterlemenin temel kurgusudur [11].



Şekil 4.8. Sinterleme de itici güç $\Delta(\gamma A)$ altında sinterlemenin basit kurgusu [11]

Sinterleme işlemi kurgusal olarak şekil 4.9.'da görülen 4 aşamada meydana gelir[11].

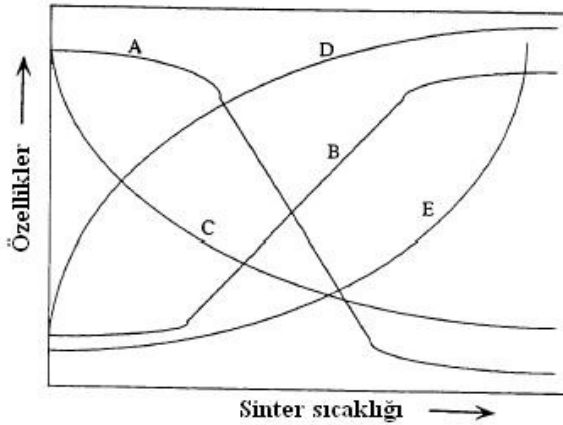


Şekil 4.9. Sinterleme mekanizmaları [11]

İlk basamakta partiküllerin temas noktaları “boyun” olarak adlandırılan sinter köprülerine dönüşür. Sinter öncesinde de temas noktaları zaten presleme basıncından dolayı nokta şeklinde değil temas yüzeyi şeklindedir. Sonrasında ikinci bölümde boyun zamanla genişler ve tane sınırları oluşturur. Tane sınırları komşu iki toz tanesi arasındaki temas yüzeyi şeklindedir ve tozlar birbirinden ayrı durumdadır. Tane merkezlerinde çok küçük miktarda çekmeler görülebilir.

Üçüncü aşamada, ikinci aşamaya göre, güçlü bir boyun oluşumundan sonra, x mesafesi belli bir değeri aşarsa toz taneleri artık bağımsız tane olarak kalamazlar. Dördüncü aşamada ise gözenekler küresel şekil alır ve tane büyümesi gerçekleşir. (Çekmeler genellikle bu aşamada meydana gelir.) Son aşamada, %90-95 teorik yoğunluk arasında kapanan gözenek oranı hızlı şekilde artar. İzole edilmiş gözenekler küresel hale gelir. İçerde kalan gazların dışarıya çıkamadığı durumlarda bu gazlar gözenek olarak yapıda kalır ve dolayısıyla daha fazla yoğunlaşma mümkün olmaz. Sinterleme esnasında vakum uygulanması gibi sebeplerle gözeneklerin boş olması durumunda veya gözeneklerdeki gazın dışarıya difüz edebilmesi durumunda, özellikle ince taneli yapılarda hızlı bir yoğunlaşma görülebilir.

Sinter sıcaklığının artışı ile bazı mikroyapısal ve mekanik özelliklerde meydana gelen değişim Şekil 4.10’da görülmektedir [11].



Şekil 4.10. Sinter sıcaklığının bazı mikroyapısal ve mekanik özelliklere etkisi A) Gözeneklilik B) Yoğunluk C) Elektriksel yalıtkanlık D) Dayanım E) Tane boyutu [11].

4.5. Sinter Sonrası İşlemler

Uygulamada gereken bazı mekanik özellikler tozmetal parçalara sadece sinterleme ile kazandırılmayabilir. Bu yüzden döküm ve işlenmiş parçalara uygulanan birçok ikincil işlem tozmetal parçalara da uygulanabilir. Buna rağmen tozmetal parçalarda var olan gözenek ikincil işlemler yapmak için bazı sınırlamalar getirebilir [11].

4.5.1. Gözeneklerin doldurulması

Parçanın yapıldığı malzemenin sinterleme sıcaklığından daha düşük ergime sıcaklığına sahip metal ile gözeneklerin doldurulması esasına dayanır, örneğin demir esaslı alaşımlarda genellikle sinterleme esnasında bakır kullanılarak gözeneklerin dolması sağlanır.

Gözeneklerin doldurulması, geçirgenliği azaltır ve mekanik özelliklerin iyileşmesini sağlar, fakat göz önüne alınması gereken bir konu da bu sırada parça boyutlarında değişim görülmesidir. Bu işlemin diğer bir faydası da ısı işlem sırasında istenen tabaka kalınlığının hesaplanmasında porozite olmadığı için kolaylık sağlamasıdır.

4.5.2. Yağ emdirme

Sinterlenmiş parçaların korozyona karşı direncini artırabilmek için yağ veya metal olmayan maddeler emdirilmesi yoluna gidilebilir. Kendinden yağlamalı yataklar sadece T/M metodu ile yapılabilir, bu yataklarda porozitelerin içine yağ emdirilmek suretiyle yağlamasız yatak yapımı gerçekleştirilir.

4.5.3. Son ölçüye getirme ve baskı

Son ölçüye getirme ve baskı sinterleme sonrası uygulanan ilave presleme işlemleridir. Son ölçüye getirebilmek ve yüzey kalitesini artırabilmek için orta kuvvette presleme işlemi yapılarak çok hafif plastik deformasyon sağlanır [13].

Baskı işleminin iki amacı vardır; hem boyut hassasiyetini artırmak, hem de parça yoğunluğunu artırmaktır. Bu iş için alışılagelmiş presler kullanılır.

4.5.4. Buharla işlem

Sadece demir esaslı alaşımlara uygulanır, bunun için parçalar 550 °C sıcaklığa kadar ısıtılır ve sonra parça üzerine su buharı gönderilir, böylece parça üzerinde ve boşluklarında Fe₃O₄ oluşması sağlanır. Bu işlemle parçanın korozyon direnci, sertliği, aşınma direnci ve basma yüklerine karşı direnci artırılmış olur.

4.5.5. Tekrar presleme

Mekanik ve manyetik özellikler gibi özellikler açısından bir önem arz ediyorsa parçaya tekrar presleme işlemi uygulanır ve böylece istenen özelliklerin elde edilmesi sağlanır.

Preslenmiş parçaların 700-800 °C'de ön sinterlenmesinde ilave edilen yağlayıcılar yanarak uzaklaşır ve parçada yeniden kristalleşme gerçekleşir. İşlem sırasında oluşan sertleşme ve iç gerilimler sonrası parçaya tekrar eski sünekliğini ve yoğunluğunu daha fazla artırabilmek gerekir, bu nedenle presleme yapılır ve parça bundan sonra sinterlenir.

4.5.6. Talaş kaldırma işlemleri

T/M ile üretilmiş parçalar her ne kadar karmaşık şekilli ve hassas toleranslarda yapılabilirler de yine de bazı kısıtlamalar olabilir. Bu nedenle delme, talaş kaldırma, delme, diş açma gibi bazı talaşlı imalat metodlarının şekillendirme kalıpları üzerinde bulunması mümkün değildir. Sinterlenmiş parçalar için uygulanan işlem hızları aynı bileşimde dövme olarak imal edilmiş parçalara göre daha düşüktür, bu nedenle işlem hızları seçilirken buna dikkat edilmesi gerekir [13].

Kesici takım ömrünün artırılması için tozların içine talaşlı imalatı kolaylaştırıcı MnS ilave edilir. Sinterleme sonrasında da yapıda bu katkıları kaldığı için talaşlı imalatı olumlu yönde etkiler.

4.5.7. Çapak alma

Çapak alma işlemi presleme sonrası parça üzerinde oluşan çapakların giderilmesi işlemidir. En genel uygulama tambur içinde aşındırıcı toz kullanarak yapılan çapak alma işlemidir.

4.5.8. Birleştirme ve montaj

Büyük ve karmaşık şekilli parçaları birleştirmek suretiyle gerçekleştirilebilir. Birleştirme için kullanılan yöntemler; difüzyonla birleştirme, sinter braze veya laser ile kaynaktır.

4.5.9. Isıl işlem

T/M ile üretilmiş parçada faz dönüşümleri parça içindeki porozite ile değil fakat parçayı oluşturan tozların bileşimi ve homojen olması ile ilgilidir. Bu nedenle her türlü T/M ile üretilmiş parçaya ısıl işlem uygulanabilir.

Su verme ile sertleştirme ve temperleme işlemleri sonucu T/M parça mukavemetinde, aşınma direncinde artış olurken sünekliğinde ise azalma görülür. T/M ile üretilmiş parçalara genellikle karbürleme, karbonitrürasyon gibi yüzey sertleştirme işlemleri uygulanır.

4.5.10. Yüzey kaplama işlemi

Eğer malzemenin korozyona karşı daha dirençli olması isteniyorsa elektroliz ile yüzey kaplaması yapılabilir. Burada dikkat edilmesi gereken nokta elektrolitin T/M parçanın boşluklarına girerek olumsuz etkilere neden olmasını engellemek için porozitenin daha önce bahsedildiği gibi gözeneklerin doldurulması gerekir [13].

BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Giriş

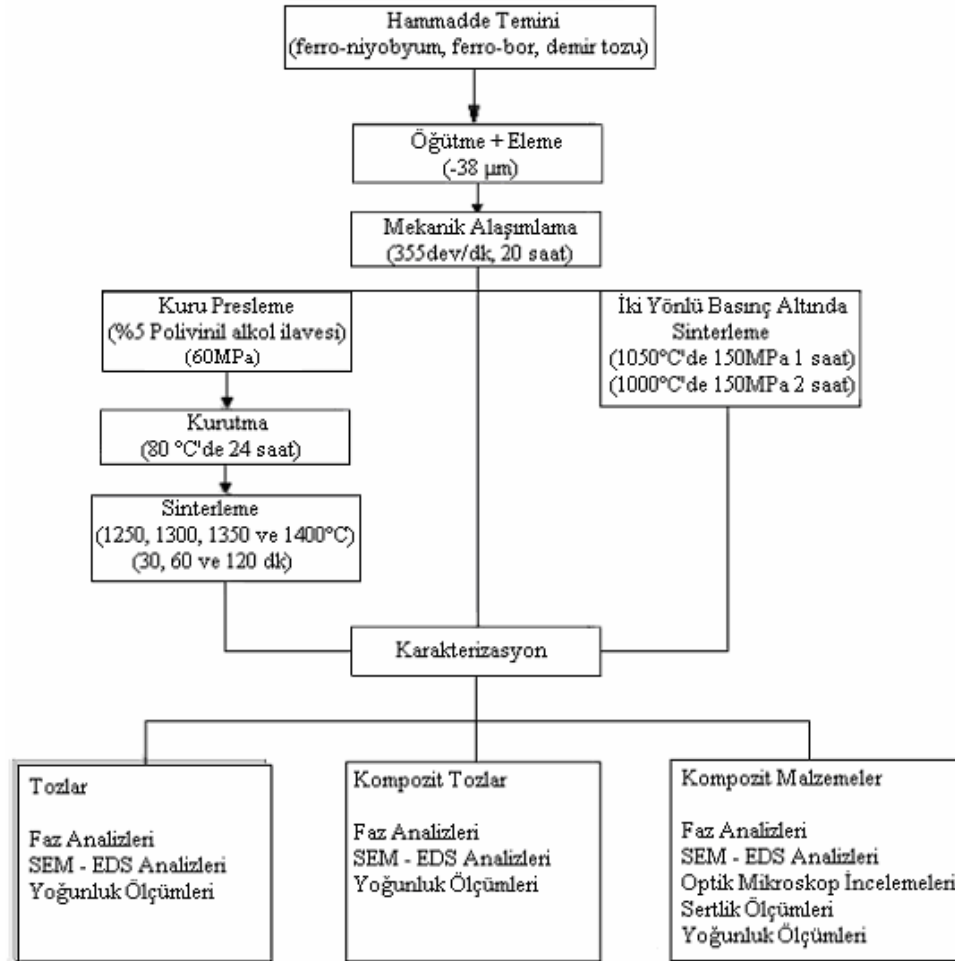
Yapılan çalışmalarda; ferro-bor, ferro-niobyum ve saf demir tozları kullanmak suretiyle Fe-Nb-B esaslı kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Ferro-bor, ferro-niobyum ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak MA işlemine tabi tutulan tozların faz analizleri, yoğunluk ölçümleri, SEM ve EDS analizleri yapılmıştır. Şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen malzemelerin optik mikroskopta mikroyapı incelemeleri, faz analizleri, SEM ve EDS analizleri, yoğunluk ölçümleri ve sertlik ölçümleri de yapılarak karakterizasyon çalışmaları tamamlanmıştır.

5.2. Kullanılan Tozlar ve Çalışma Programı

Gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda, ferro-bor, ferro-niobyum tozları kaba öğütme işleminin ardından halkalı değirmende 38 µm elek altı olacak şekilde öğütülmüştür. Deneysel çalışmalarda ASC.100.29 saf demir tozu kullanılmış olup kompozit malzeme üretimi için olan tozların bileşimleri Tablo 5.1’de verilmiştir. Deneysel çalışmalarda, öncelikle kullanılan ferro-bor, ferro-niobyum ve demir tozlarının, daha sonra farklı bileşimlerde hazırlanarak mekanik alaşımlanmış kompozit tozların ve son olarak da şekillendirilip sinterlenmek suretiyle üretilmiş olan kompozit karakterdeki Fe-Nb-B esaslı malzemelerin karakterizasyonları yapılmıştır. Çalışmaların gerçekleştirilmesinde izlenen işlem adımları şematik olarak Şekil 5.1’de görülmektedir.

Tablo 5.1. Kullanılan tozların bileşimleri

Tozlar	% Fe	% B	% Nb	% C	% Al	% Si	% Diğer
Ferro-bor	81	18	-	0.39	0.2	0.099	-
Ferro-niyobyum	29	-	66	0.17	2.67	1.65	0.51
Saf Demir	99.99	-	-	0.01	-	-	-



Şekil 5.1. Deneysel çalışma programı

5.3. Toz Karakterizasyonu

Deneysel çalışmalarda kullanılan ferro-bor, ferro-niyobyum ve saf demir tozunun bileşimleri Tablo 5.1'de gösterilmiştir. Ferro-bor ve ferro-niyobyum tozları öğütme

işleminin ardından, saf demir tozu ise öğütme işlemine tabi tutulmadan 38 µm elek altı boyutuna getirilmiştir.

5.3.1. Tozların yoğunluk ölçümleri

Kullanılan tozlarının özgül ağırlığı piknometre yöntemiyle tespit edilmiştir. 38 µm altı incelikteki tozlar 105°C' de 24 saat süreyle etüvde kurutulmuş ve hemen sonra ölçüm işlemine geçilmiştir. Temizlenip kurutulan piknometre şişeleri kapakla beraber hem boş halde hem de içinde tozlarla beraber tartılmıştır. Daha sonra toz numuneyi örtecek kadar saf su ilave edilip, iyice çalkalanmış ve desikatörde vakuma alınmıştır. Vakumlama işlemi tamamlandıktan sonra şişenin geriye kalan kısmı da saf su ile doldurulmuş ve etrafı kurularak yine kapaklı olarak tartımı yapılmıştır. Son tartım ise, içi tamamen boşaltılmış ve tekrar saf su ile doldurulmuş piknometre şişelerine uygulanmıştır. Bu işlemleri takiben, aşağıdaki formülden yararlanılarak tozların özgül ağırlığı belirlenmiştir. Özgül ağırlık değeri üç ölçümün aritmetik ortalamasıyla tespit edilmiştir.

$$\text{Özgül Ağırlık} = \frac{W_2 - W_1}{(W_4 - W_1) - (W_3 - W_2)} \quad (5.1)$$

Burada;

W_1 = Piknometre şişesi ağırlığı (gr),

W_2 = Piknometre şişesi + numune ağırlığı (gr),

W_3 = Piknometre şişesi + numune + saf su ağırlığı (gr),

W_4 = Piknometre şişesi + saf su ağırlığıdır (gr).

5.3.2. Tozların mikroyapı incelemeleri

Şekillendirme öncesi toz karakterizasyonu nihai ürünün özelliklerini bilmek açısından son derece önemli olduğundan ve SEM ile tozun morfolojisi ve tane boyutu belirlenebileceğinden kullanılan tozların SEM görüntüleri alınmıştır. Bu

çalışmalar JEOL JSM 6060 LV marka taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir.

5.3.3. Tozların faz analizleri

Kullanılan tozların faz analizleri için RIGAKU D/MAX 2200/PC marka X ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Analiz sırasında $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5408 \text{ \AA}$) x ışını demeti kullanılarak fazların tespitinde ASTM kartlarından yararlanılmıştır.

5.4. Kompozit Tozların Üretimi

Deneysel çalışmalarda kullanılacak olan ferro-bor, ferro-niobyum ve saf demir tozları öğütme işlemlerinin ardından $38 \mu\text{m}$ elek altına indirilerek 3 farklı bileşimde toz karışımları halinde hazırlanan tozların oranları Tablo 5.2’de verilmiştir.

Tablo 5.2. Hazırlanan kompozit tozların bileşim oranları (K: kompozit tozu ifade etmektedir)

Bileşimler	B (% at.ağ.)	Nb (% at.ağ.)	Fe (% at.ağ.)
K1	25	25	50
K2	15	25	60
K3	5	25	70

Üç farklı bileşimde hazırlanan tozlar Şekil 5.2’de görülen atritör cihazında 355dev/dk hızda 20 saat süreyle mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. MA işleminde toz/bilya oranı 1/5 olarak seçilmiştir. MA işlemi için 7mm çapında çelik bilyeler kullanılmıştır. MA işlemi sırasında 10 saat sonunda karışımın atritör cihazına sıvanmasını engellemek amacıyla iki damla saf alkol ilavesi yapılmıştır. MA işlemleri öncesinde atritör cihazı ve bilyeler saf alkol ile iyice temizlenmiştir.



Şekil 5.2. Atritör cihazı

5.5. Kompozit Tozların Karakterizasyonu

MA işlemi ile hazırlanan üç farklı bileşimde ki kompozit tozlarının yoğunluk, faz analizi ve mikro yapı incelemeleri yapılmıştır.

5.5.1. Kompozit tozların yoğunluk ölçümleri

MA işlemi ile üretilen kompozit tozların yoğunluk ölçümleri piknometre yöntemi ile yapılmıştır. Yoğunluk ölçümleri öncesinde tozlar 105°C'de 24 saat süreyle Nüve NF500 marka etüv fırınında kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Kompozit tozların yoğunluk değerlerinin belirlenmesinde Bölüm 5.3.1.'de verilen eşitliklerden faydalanılmıştır.

5.5.2. Kompozit tozların faz analizi

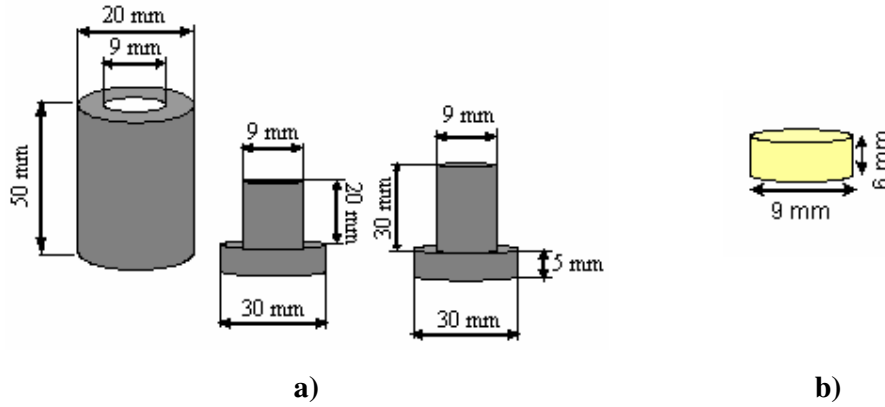
Karışım tozunun faz analizi için RIGAKU DMAX 220 PC marka X ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Analiz sırasında $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5408 \text{ \AA}$) X ışını demeti kullanılarak fazların tespitinde ASTM kartlarından yararlanılmıştır.

5.5.3. Kompozit tozların mikroyapı incelemeleri

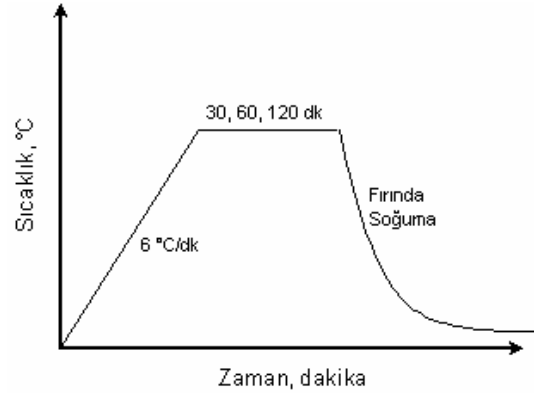
Şekillendirme öncesi toz karakterizasyonu nihai ürünün özelliklerini bilmek açısından son derece önemli olduğundan ve SEM ile tozun morfolojisi ve tane boyutu belirlenebileceğinden kullanılan tozların SEM görüntüleri alınmıştır. Bu çalışmalar JEOI JSM 6060 LV marka taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir.

5.6. Şekillendirme ve Sinterleme

Tablo 5.2’de verilen ve kodlanan kompozit karışım tozları mekanik alaşımlama işlemleri sonrasında % 5 polivinil alkol ilavesi yapıldıktan sonra 60MPa basınçla, 0.2 mm/sn’lik bir basma hızıyla yaklaşık 9 mm çapında ve 6 mm yüksekliğinde silindirik numuneler halinde tek yönlü preslenip şekillendirilmiştir. Şekil 5.3’de şekillendirme işleminde kullanılan çelik kalıplar ve şekillendirilmiş numunelerin şematik gösterimi yer almaktadır. Şekillendirme sonrası üretilen numuneler Nüve marka etüvde 80°C’de 24 saat süreyle kurutulmuştur. Etüvden alınan numuneler Heraus marka, elektrikle ısıtılan SiC dirençli fırında 6°C/dk ısıtma hızıyla 1250, 1300, 1350 ve 1400°C sıcaklıklarda 30, 60 ve 120 dakikalık sürelerde basınçsız olarak normal atmosferik şartlarda sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemi özetleyen şematik gösterim Şekil 5.4’de görülmektedir. Ayrıca, K2 bileşiminde hazırlanan tozlar, karakterizasyon sonuçlarının karşılaştırılması amacı ile iki yönlü (uni-axial) basınç altında (150MPa), 1000°C’de 2 saat ve 1050°C’de 1 saat süreyle presleme işlemine tabi tutularak ikinci grup numuneler de üretilmiştir. Karakterizasyon çalışmaları her iki yöntemle elde edilen ürünler için gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.3. Deneylerde kullanılan a) çelik kalıp ve b) üretilen numunelerin şematik gösterimi



Şekil 5.4. Sinterleme işleminin şematik gösterimi

5.7. Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu

MA işlemi sonrasında sinterlenen ve iki yönlü basınç altında yüksek sıcaklıkta presleme işlemine tabi tutulan numunelerin mikroyapı incelemeleri, faz analizleri, yoğunluk ölçümleri ve sertlik ölçümleri yapılmıştır.

5.7.1. Kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri

MA işlemi sonrasında sinterlenen ve iki yönlü basınç altında yüksek sıcaklıkta presleme işlemine tabi tutulan numuneler mikro yapı incelemeleri için metalografik olarak 120, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 grid'lik zımparalarla hazırlanmıştır. Numuneler inceleme öncesinde 1 µm'luk Al₂O₃ pasta ile parlatma işlemine tabi tutularak 10 gr FeCl₃.6H₂O + 30 ml HCl ve 120 ml su esaslı dağlayıcı ile dağlanmıştır. Mikroyapı incelemeleri hem optik mikroskop hem de taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla Nikon Eclipse L150 marka optik mikroskop ve JEOL JSM-6060 LV marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmış ayrıca elektron mikroskobu bünyesinde numunelerin EDS analizleri gerçekleştirilmiştir.

5.7.2. Kompozit malzemelerin faz analizleri

Sinterleme işlemleri sonrası numunelerin şekil ve görüntülerine ayrıca mikroyapılarına bakılarak her bileşim kompozit malzeme için 1350°C'de 120 dakika

süreyle sinterlenen, ayrıca K2 bileşiminde hazırlanıp 1050°C’de 150Mpa basınçta 60 dakika süreyle iki yönlü basınç altında preslenen malzemelerin faz analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler RIGAKU D/MAX/2200/PC marka X ışınları difraktometresi kullanılmak suretiyle gerçekleştirilmiştir. Analizler sırasında CuK α ($\lambda= 1,5408 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak elde edilen X ışınları difraksiyon paternleri üzerinde yapılan hesaplamalar sonucunda belirlenen düzlemler arası mesafe değerleri (d) ASTM kartlarıyla karşılaştırılarak fazlar tesbip edilmiştir.

5.7.3. Kompozit malzemelerin yoğunluk ölçümleri

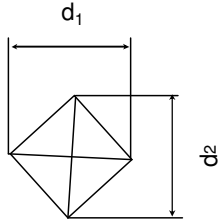
Farklı sıcaklık, basınç ve sürelerde üretilen K1, K2 ve K3 bileşimindeki malzemelerin yoğunluk ölçümleri, suyun kaldırma kuvvet prensibi kullanılarak Mettler Toleda marka yoğunluk ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Bu yöntemde sinterlenen numuneler tartılıp (W_a), uygun bir cam beher içerisine konmuş numunenin yarısına kadar saf su ile doldurulmuş ve 5 dakika bekletilmiştir. Daha sonra numunelerin tümü su içerisinde kalacak şekilde behere su ilave edilerek bir ocak üzerinde ısıtmaya başlanmış ve kaynama anından itibaren tekrar 5 dakika bekletilerek soğumaya bırakılmıştır. Oda sıcaklığına soğutulmuş numunelerin saf su içerisinde askıdaki ağırlığı (W_b) tespit edilmiş, daha sonra sudan çıkarılan numunelerin yüzeyi nemli ıslak bir bezle hafifçe silinerek ağırlığı (W_c) ölçülmüştür. Bu tartımlar sonucunda aşağıdaki formüllerden yararlanılarak numunelerin bulk yoğunlukları (d_b) bulunmuştur [16-18].

$$\text{Bulk Yoğunluk } (d_b) = \frac{W_a}{W_c - W_b} \cdot d_s \quad (5.2)$$

Burada d_s tartımda kullanılan sıvının yoğunluğudur. Denelerimizde sıvı olarak saf su kullanılmış ve termometreyle saf suyun sıcaklığı ölçülerek o sıcaklıktaki yoğunluğu dikkate alınmıştır. Ölçümler her bileşim, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi için 3'er numune test edilerek yapılmış ve aritmetik ortalamaları alınmıştır.

5.7.4. Kompozit malzemelerin sertlik ölçümleri

1250, 1300,1350 ve 1400°C’de 30, 60 ve 120 dakika süreyle sinterlenen, ayrıca K2 bileşiminde hazırlanıp 150MPa iki yönlü (uni-axial) basınç altında 1000°C’de 120 dakika ve 1050°C’de 60 dakika süreyle preslenen ve metalografik olarak hazırlanan numunelerin sertlik değerleri Future-Tech. FM 700 marka mikrosertlik test cihazı yardımıyla Vickers sertlik ucu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümler sırasında uygulanacak yük, çatlak oluşturmayacak şekilde ve meydana gelen izin köşegenlerinin kolayca görülebileceği bir uzunlukta olması dikkate alınarak deneme ile belirlenmiş, numunelere 5 sn süreyle 10 gr yük uygulanmıştır. Sertlik değerleri aşağıda verilen formül kullanılarak hesaplanmıştır. Ölçümler her numunenin farklı renklerde görülen ve farklı fazlar olduğu düşünülen bölgelerden en az 3 kez alınarak gerçekleştirilmiş ve daha sonra aritmetik ortalamaları hesaplanmıştır. Burada d izin taban köşegen uzunluğu (mm) ve P ise kg olarak uygulanan yüküdür [19].



$$HV = \frac{1,8544P}{d^2} \quad (5.3)$$

BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME

6.1. Giriş

Bu çalışmada Fe-B-Nb esaslı kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Bu amaçla kullanılan ferro-bor, ferro-niyobyum ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulup şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde kontrollü atmosferde sinterlenmek suretiyle kompozit karakterdeki Fe-B-Nb esaslı malzemeler üretilmiştir. Malzemelerin, mikroyapı, faz analizi, yoğunluk ve sertlik gibi özellikleri incelenmiştir.

6.2. Toz Karakterizasyonu

Çalışmaların ilk aşamasını oluşturan ferro-bor, ferro-niyobyum ve saf demir tozunun bileşimleri Tablo 5.1'de gösterilmiştir. Ferro-bor ve ferro-niyobyum tozları öğütme işleminin ardından, saf demir tozu ise öğütme işlemine tabi tutulmadan 38 µm elek altı boyutuna getirilmiştir. Yapılan toz karakterizasyon sonuçları aşağıda verilmiştir.

6.2.1. Tozların yoğunlukları

105 °C'de 24 saat süreyle kurutulan 38 µm altı incelikteki tozların piknometre yöntemiyle elde edilen yoğunluk değerleri Tablo 6.1'de verilmiştir.

Tablo 6.1. Tozların yoğunlukları

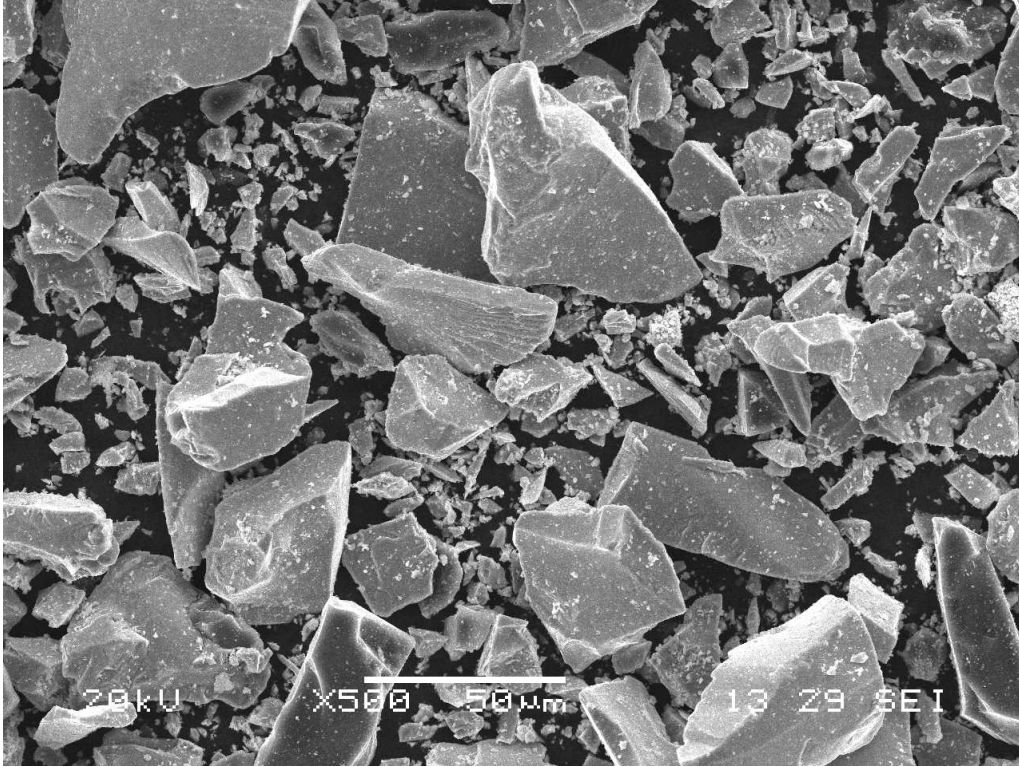
Karışım	Yoğunluk (gr/cm ³)
Ferro-bor	6.011
Ferro-niyobyum	7.851
Saf Demir	7.86

6.2.2. Tozların mikroyapıları

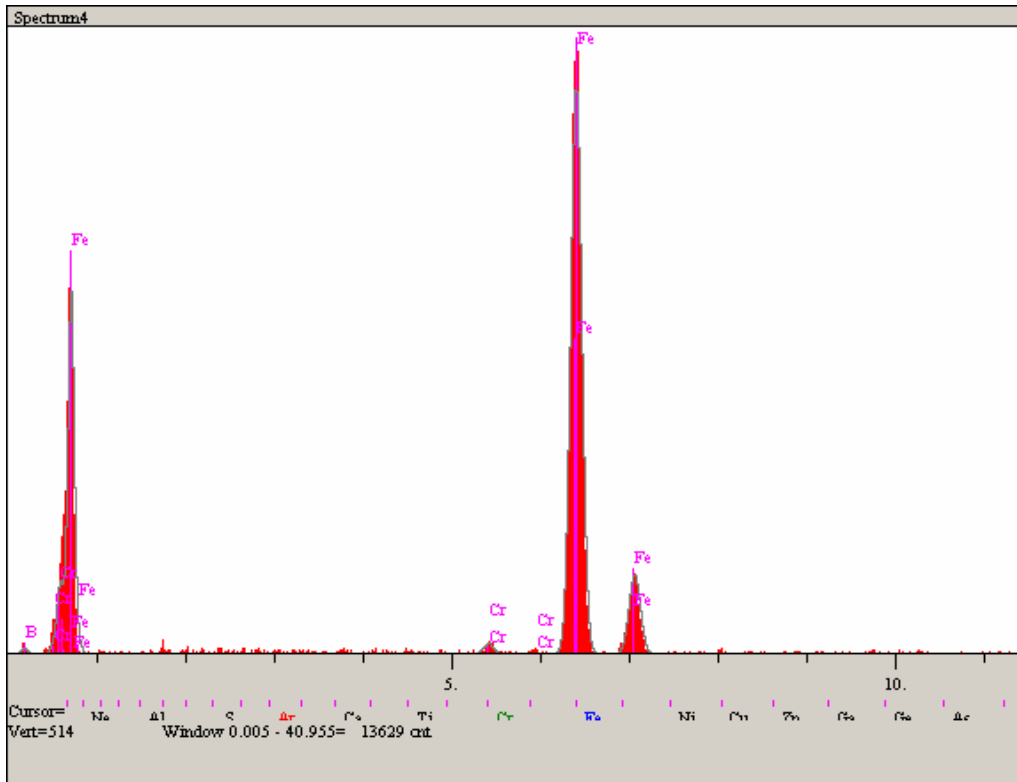
Öğütülen ferro-bor tozlarının mikro yapı incelemeleri sonucunda SEM mikro yapı görüntüsü ve EDS analizi sırasıyla Şekil 6.1'de görülmektedir. Şekil 6.1(a)'da verilen mikro yapıdan görüldüğü üzere toz boyutları mikron altı değerlerden 50 μm 'a kadar değişim göstermektedir. Ayrıca toz partikülleri keskin köşeli bir yapı sergilemektedir. Yapılan EDS analizlerinden tozların ağırlıklı olarak Fe ve B elementlerini içerdiği görülmüş, bunun yanında çok düşük seviyede Cr'un varlığı da tespit edilmiştir. Şekil 6.2'de öğütülen ferro-niyobyum tozlarının SEM mikroyapı görüntüsü ve EDS analizi verilmiştir. Aynı şekilde 38 μm elek altına öğütülen ferro-niyobyum tozlarının SEM mikroyapı incelemelerinde tozlar mikron altı değerlerden 80 μm ' ye kadar değişen aralıkta partiküller içermekte ve ferro-bor tozlarına benzer şekilde kırık yüzeylerde keskin yapılar sergilemektedir. Şekil 6.2(b)'de görülen EDS analizinde ise ferro-niyobyum tozları, Fe ve Nb un yanında çok düşük seviyelerde Al ve Si elementleri de içermektedir.

6.2.3. Tozların faz analizleri

Yapılan x-ışınları difraksiyon analizlerinde ferro-bor tozlarının ağırlıklı olarak FeB fazını içerdiği ve bunun yanında eser miktarda Fe_2B fazının varlığı saptanmıştır. Şekil 6.3'de ferro-bor tozunun x-ışınları difraksiyon paterni verilmiştir. Ferro-niyobyum tozlarında ise daha çok FeNb, Fe_7Nb_6 , $\text{Fe}_{20}\text{Nb}_{19}$ ve $\text{Fe}_{0.55}\text{Nb}_{0.67}$ fazlarının varlığı tespit edilmiştir. Şekil 6.4'de ferro-niyobyum tozunun x-ışınları difraksiyon paterni verilmiştir.

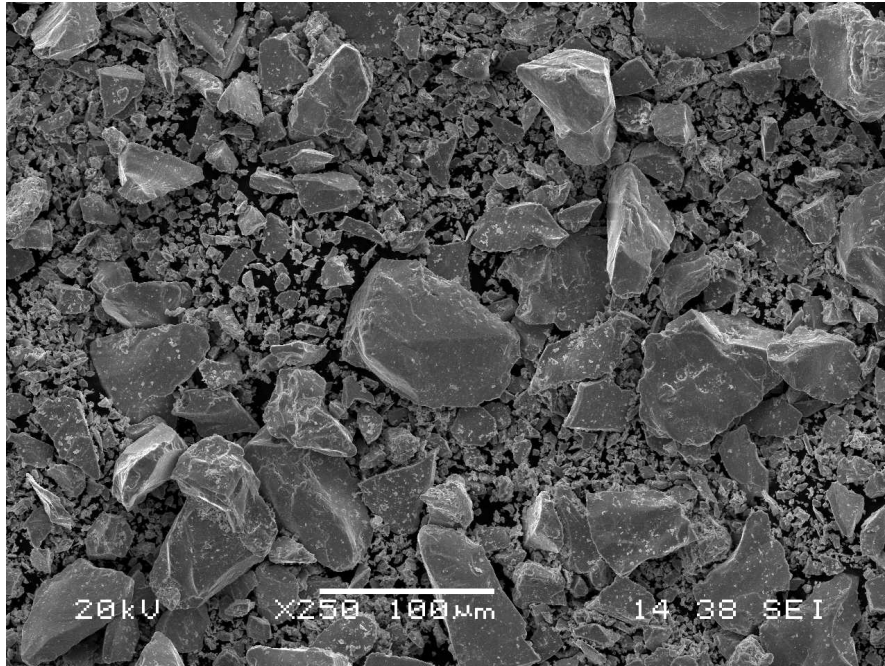


(a)

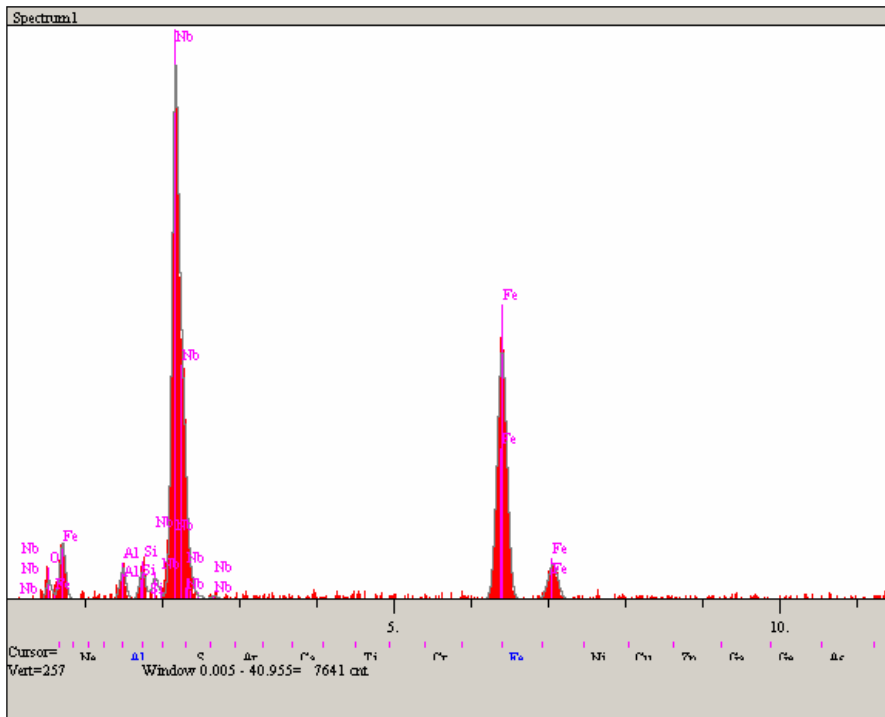


(b)

Şekil 6.1. Ferro-bor tozlarının (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizi

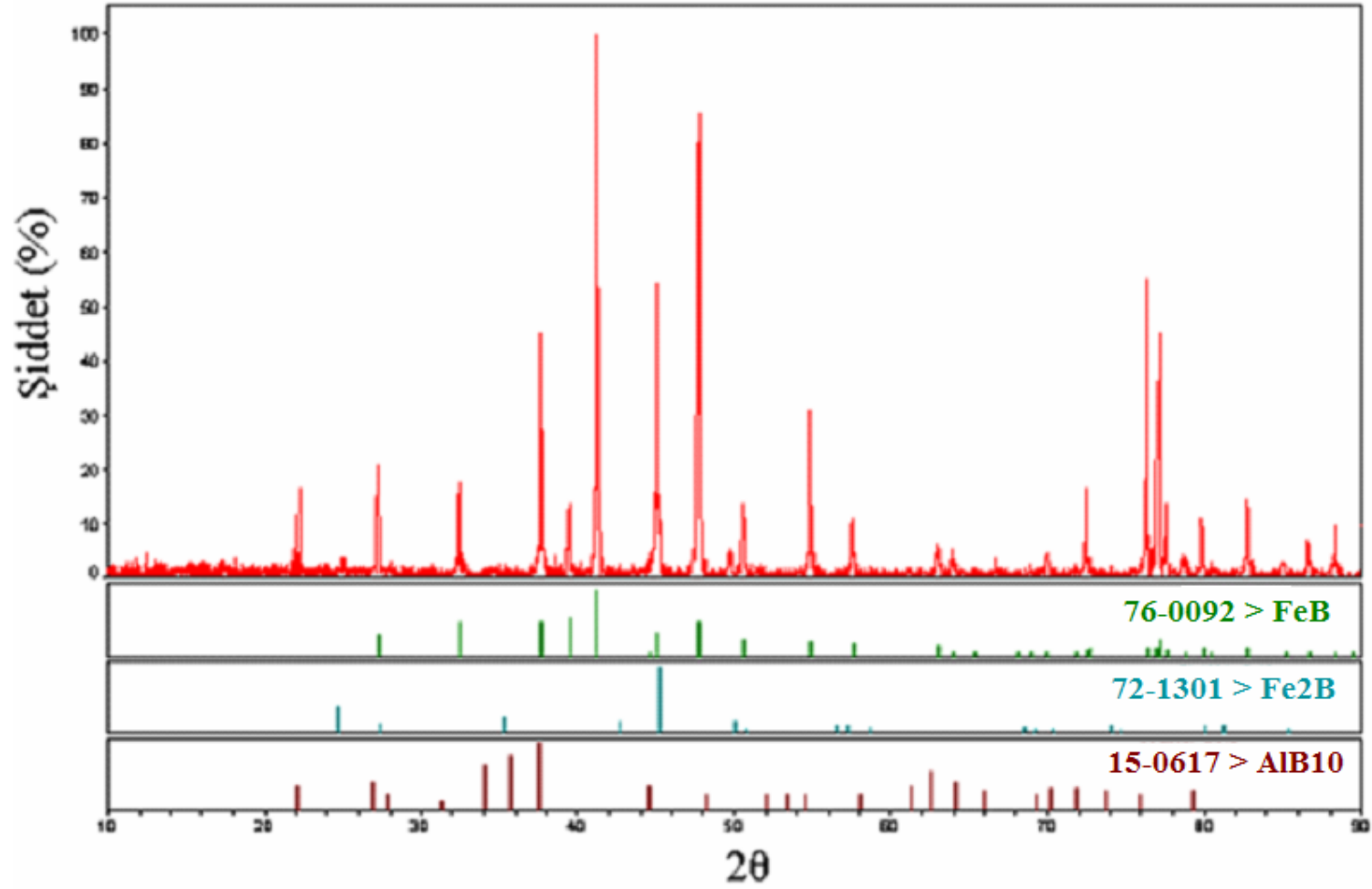


(a)

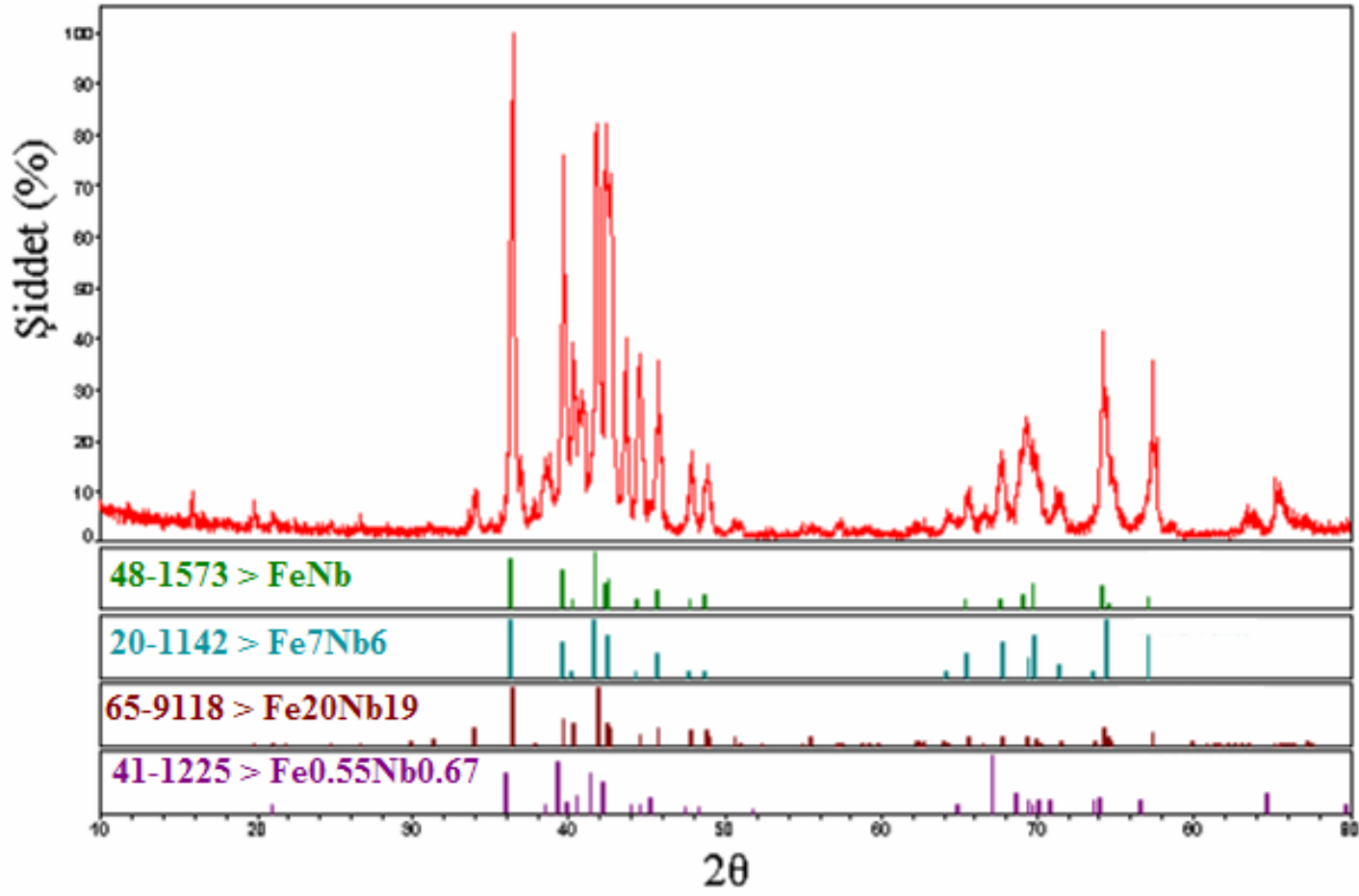


(b)

Şekil 6.2. Ferro-niyobyum tozlarının (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizi



Şekil 6.3. Ferro-bor tozlarının x ışınları paterni



Şekil 6.4. Ferro-niyobyum tozunun x ışınları paterni

6.3. Kompozit Tozların Karakterizasyonu

Çalışmaların ikinci aşamasını oluşturan ve K1, K2 ve K3 şeklinde kodlanan ve bileşimleri Tablo 5.2’de verilen kompozit tozların karakterizasyonları yoğunluk, faz analizi ve mikroyapı incelemeleri yapılmak suretiyle gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmektedir.

6.3.1. Kompozit tozların yoğunlukları

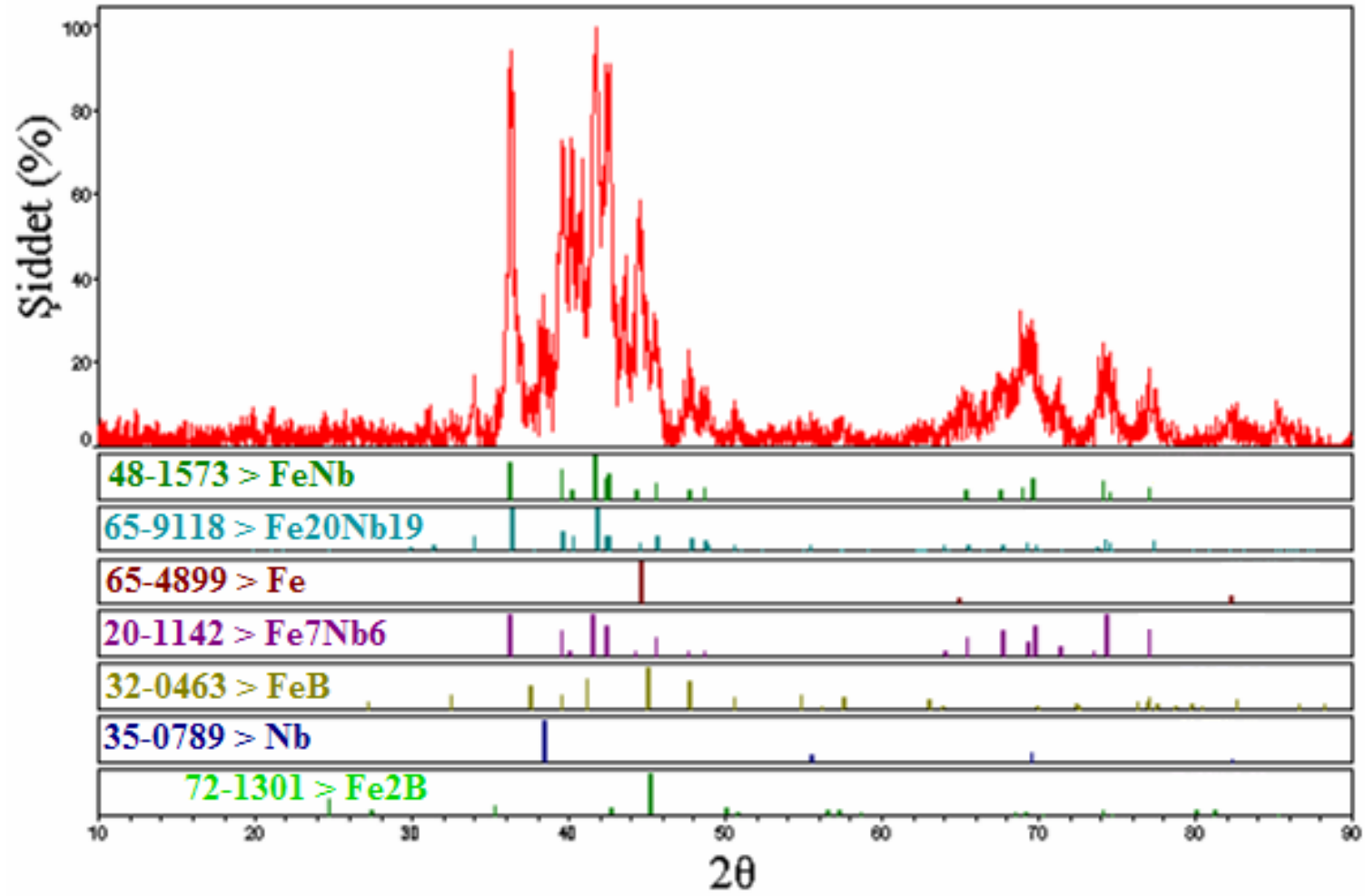
Mekanik alaşımlama ile K1, K2 ve K3 bileşimleri şeklinde üretilen ve 105°C’de 24 saat süreyle kurutulan kompozit tozların yoğunlukları Tablo 6.2’de verilmiştir. Elde edilen yoğunluk değerleri birbirlerine oldukça yakın olup yaklaşık 6.8 gr/cm³ civarındadır. Seçilen K1, K2, ve K3 bileşimlerinde B miktarı azalırken demir ve Nb miktarı artış göstermektedir. Bu sebeple K1 bileşiminden K3 bileşimine doğru gittikçe, Fe ve Nb elementlerinin yoğunluklarının B’den yüksek olması sebebiyle yoğunluk artış göstermektedir.

Tablo 6.2. Kompozit tozların yoğunlukları

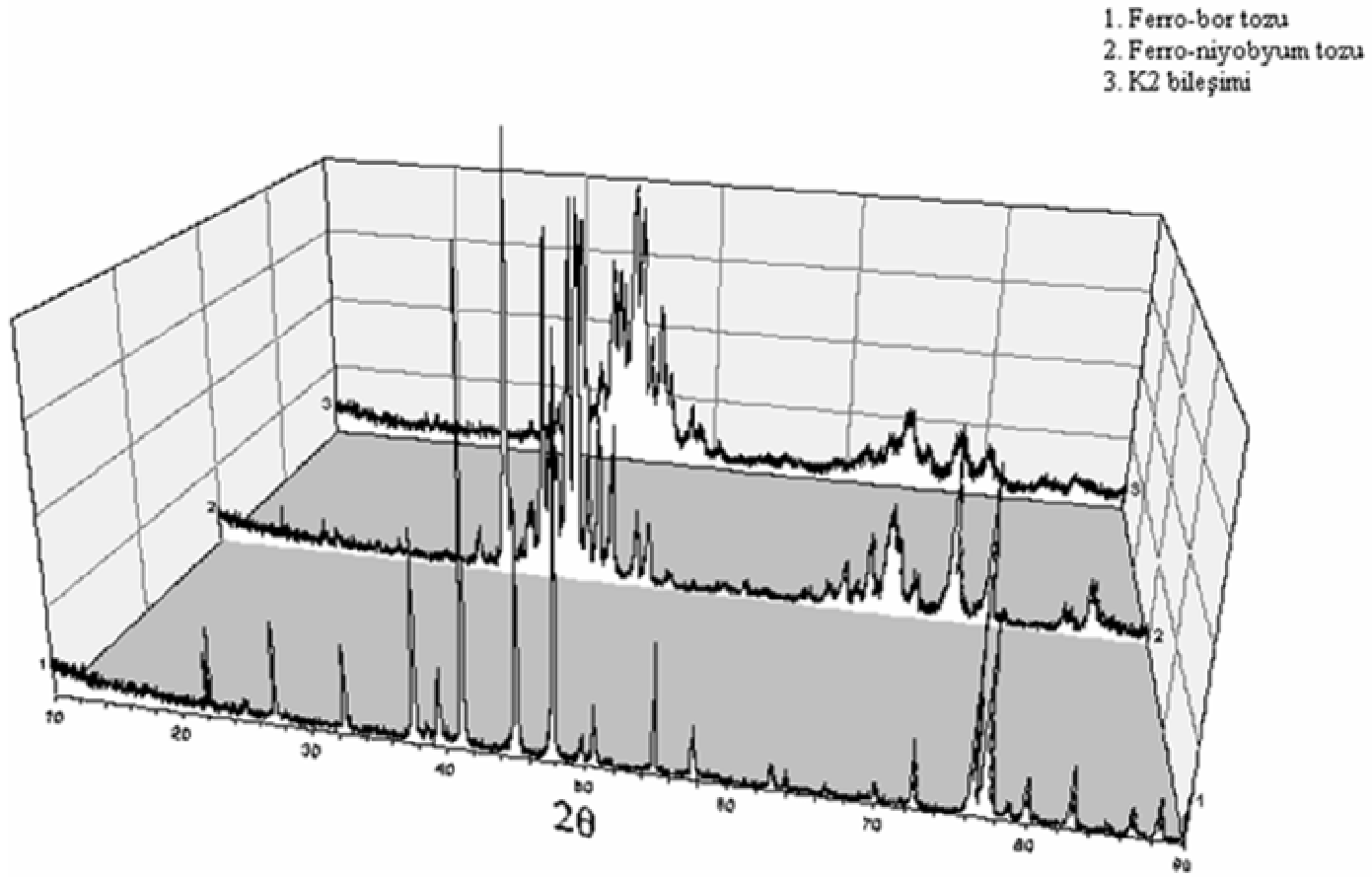
Bileşim	Yoğunluk (gr/cm ³)
K1	6.77
K2	6.83
K3	6.92

6.3.2. Kompozit tozların faz analizi

Mekanik alaşımlama ile üretilen karışım tozunun difraksiyon paterni alaşımlama öncesinde kullanılan tozlara nazaran daha kompleks olup, ağırlıklı olarak ferro-bor ve ferro-niyobyum tozlarında rastlanan fazları birlikte içerdiği görülmüştür. Şekil 6.5’de MA ile üretilen K2 bileşimindeki kompozit tozun x-ışınları difraksiyon paterni gösterilmiştir. Şekil 6.6’da ferro-bor, ferro-niyobyum ve K2 bileşiminin karşılaştırmalı x-ışınları difraksiyon paternleri verilmiştir.



Şekil 6.5. K2 bileşiminin x ışınları paterni



Şekil 6.6. Karşılaştırmalı x ışınları paterni

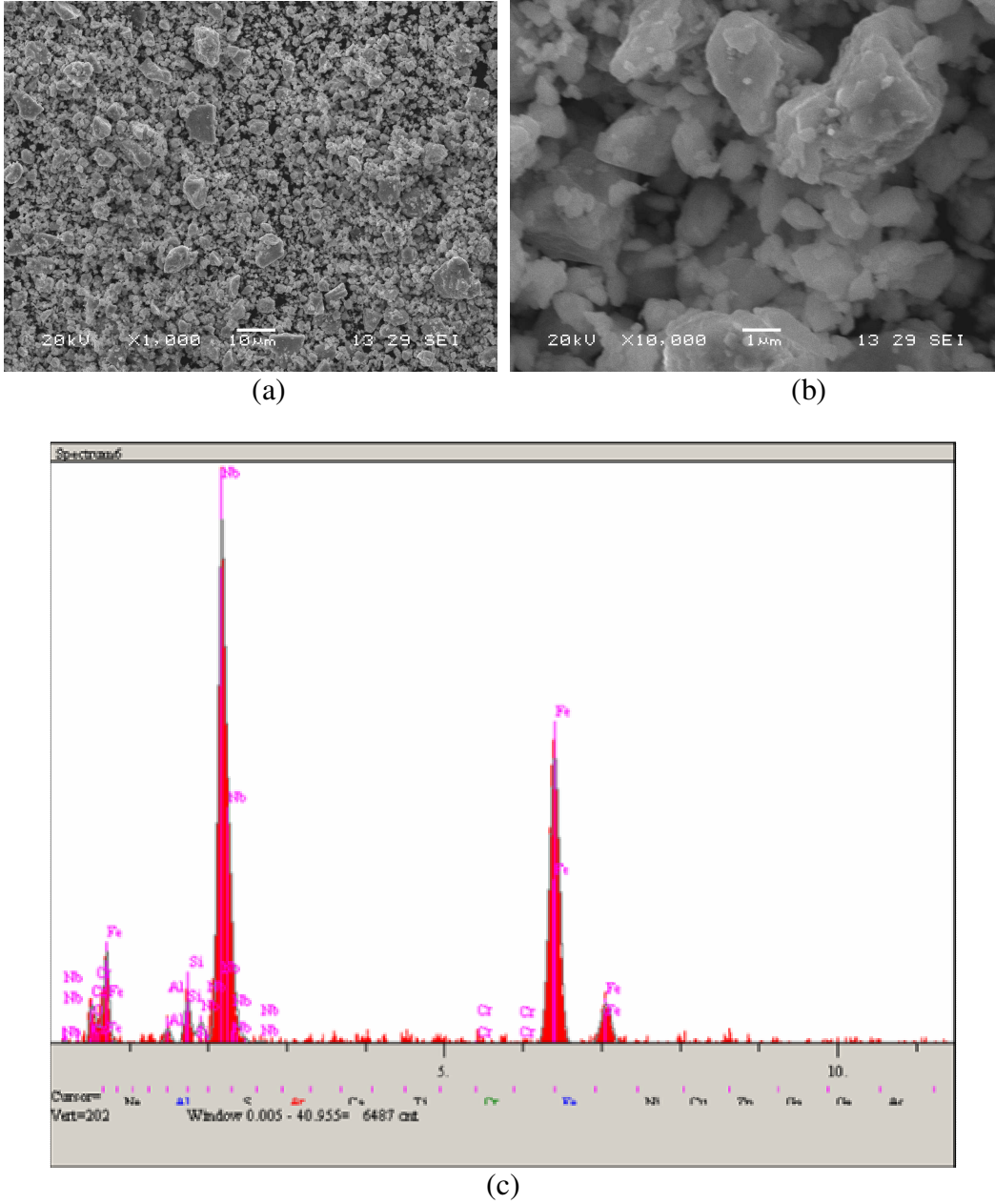
Mekanik alaşımlama sonucunda elde edilen K2 bileşiminin x-ışını difraksiyon paterninde pik boylarında belirgin değişimlerin yanında piklerin genişlediği ve yeni piklerin varlığı da tespit edilmiştir. Alaşımlama sonucunda elde edilen fazların tam anlamıyla olmasa da kısmen bazı fazların oluşumu şeklinde mekanik alaşımlama gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.5’de görülen FeB fazının varlığı bunun bir göstergesidir.

6.3.3. Kompozit tozların mikroyapıları

MA sonrası K2 bileşiminde üretilen kompozit tozların SEM mikroyapı görüntüsü ve EDS analizi Şekil 6.7’de görülmektedir. MA sonrasında çoğunluğu mikron altı olan 6 µm’ye kadar Fe-Nb-B alaşım tozu üretilmiştir. Mikro yapı incelemelerinde tozların yuvarlatılmış köşe yapılarının yanında birbirlerine bağlanmış ve aglomere olmuş yapı sergiledikleri görülmektedir.

6.4. Kompozit Malzemelerin Karakterizasyonu

K1, K2 ve K3 şeklinde MA ile üretilen ve Ø6x9mm boyutlarında silindirik şekilde preslendikten sonra 1250, 1300, 1350 ve 1400°C’de 30, 60 ve 120 dk süre ile sinterlenen kompozit malzemelerin karakterizasyonları, yoğunluk ölçümleri, faz analizleri, mikroyapı incelemeleri ve sertlik ölçümleri yapılmak suretiyle gerçekleştirilmiştir. Bu karakterizasyonlar ayrıca K2 bileşiminde aynı şekilde üretilen ve 1000°C’de 120 dakika ve 1050°C’de 60 dakika süreyle iki yönlü basınçla şekillendirilerek sinterlenen malzemeler içinde yapılmıştır. Elde edilen bulgular aşağıda verilmiştir.



Şekil 6.7. K2 bileşimindeki kompozit tozun (a), (b) SEM mikrografı ve (c) EDS analizi

6.4.1. Kompozit malzemelerin mikroyapıları

Karakterizasyonları yapılan ve K1, K2 ve K3 bileşiminde hazırlanarak farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen ve metalografik olarak hazırlanan numunelerin optik mikroyapı incelemeleri sonucunda dağlama öncesi ve sonrasında elde edilen mikroyapı görüntüleri, Şekil 6.8-6.16'de görülmektedir. Yapılan incelemeler

sonucunda farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen numunelerin mikroyapı görüntülerinde, farklı kompozit karakterde yapıların kontrast farklılıkları oluşturduğu görülmektedir. Bu durum özellikle numunelerin dağlanmış mikrograflarında çok daha açık bir şekilde görülmektedir. Ayrıca sinterleme sıcaklığı ve süresinde bileşime bağlı olarak elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 6.17-6.26'de verilmiştir.

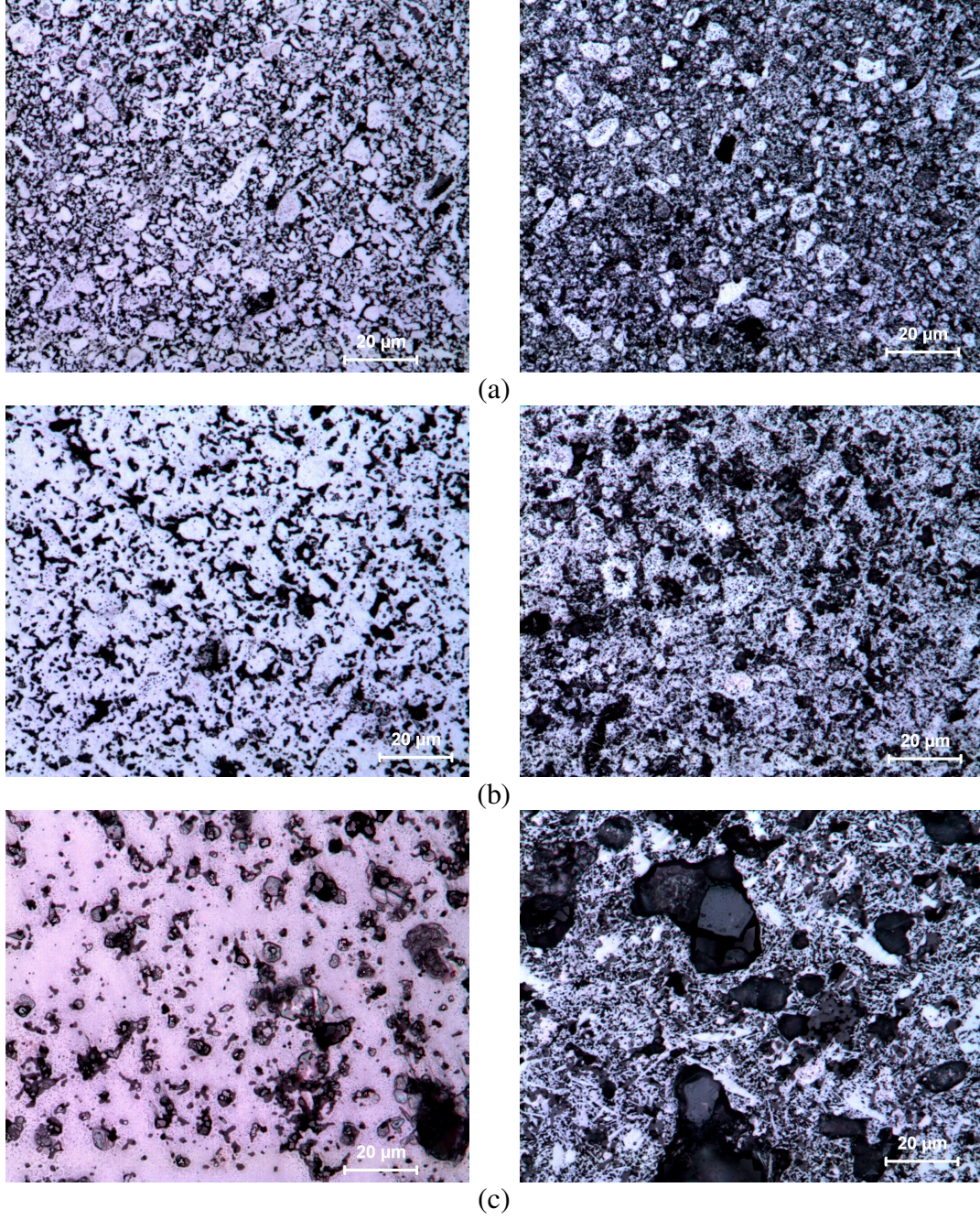
1250°C'de üretilen numunelerin mikroyapıları incelendiğinde (Şekil 6.8a-6.16a) beyaz renkli borür fazlarının kısmi olarak oluştuğu ve oluşan bu fazların boyutlarının küçük olduğu görülmektedir. Bununla birlikte yapının küçük fakat çok sayıda boşluklar içerdiği saptanmıştır. Genel olarak 1250°C'de elde edilen numuneler Şekil 6.17, 6.20 ve 6.23'de de görüldüğü üzere önemli ölçüde camsı faz içermekte ve oluşan borür fazları sınırlı kalmaktadır. Makro seviyede gözle yapılan incelemede kompakt görülmesine rağmen mikro seviyede incelemelerde (optik ve SEM incelemelerinde) üretilen numunelerin sinterlemesinin yeterli olmadığı saptanmıştır.

1300 ve 1350°C sıcaklıklarda elde edilen numunelerin mikroyapı incelemelerinde (Şekil 6.8b,c-6.16b,c) sürenin artışına bağlı olarak beyaz renkte gözlenen ve borür fazı olduğu düşünülen alanların genişlediği ve oluşan borür fazlarının sıcaklık ve sürenin artışına bağlı olarak büyüdüğü saptanmıştır. İncelemelerde koyu (siyah) renkte görülen ve camsı faz olarak değerlendirilen yapıların sıcaklık ve süre arttıkça küresel şekli aldığı ve miktarlarının azaldığı ancak boyutlarının büyüdüğü görülmektedir. SEM ve EDS incelemeleri sonucunda siyah bölgelerin Si, Al ve O içermesi bu yapıların camsı karakterde olduğu düşüncesini güçlendirmektedir (Şekil 6.28-6.30). Elde edilen numunelerde özellikle 1350°C ve 120 dk süreyle sinterlenen numunelerde borür fazlarının çubuksu şekil aldığı da tespit edilmiştir (Şekil 6.25).

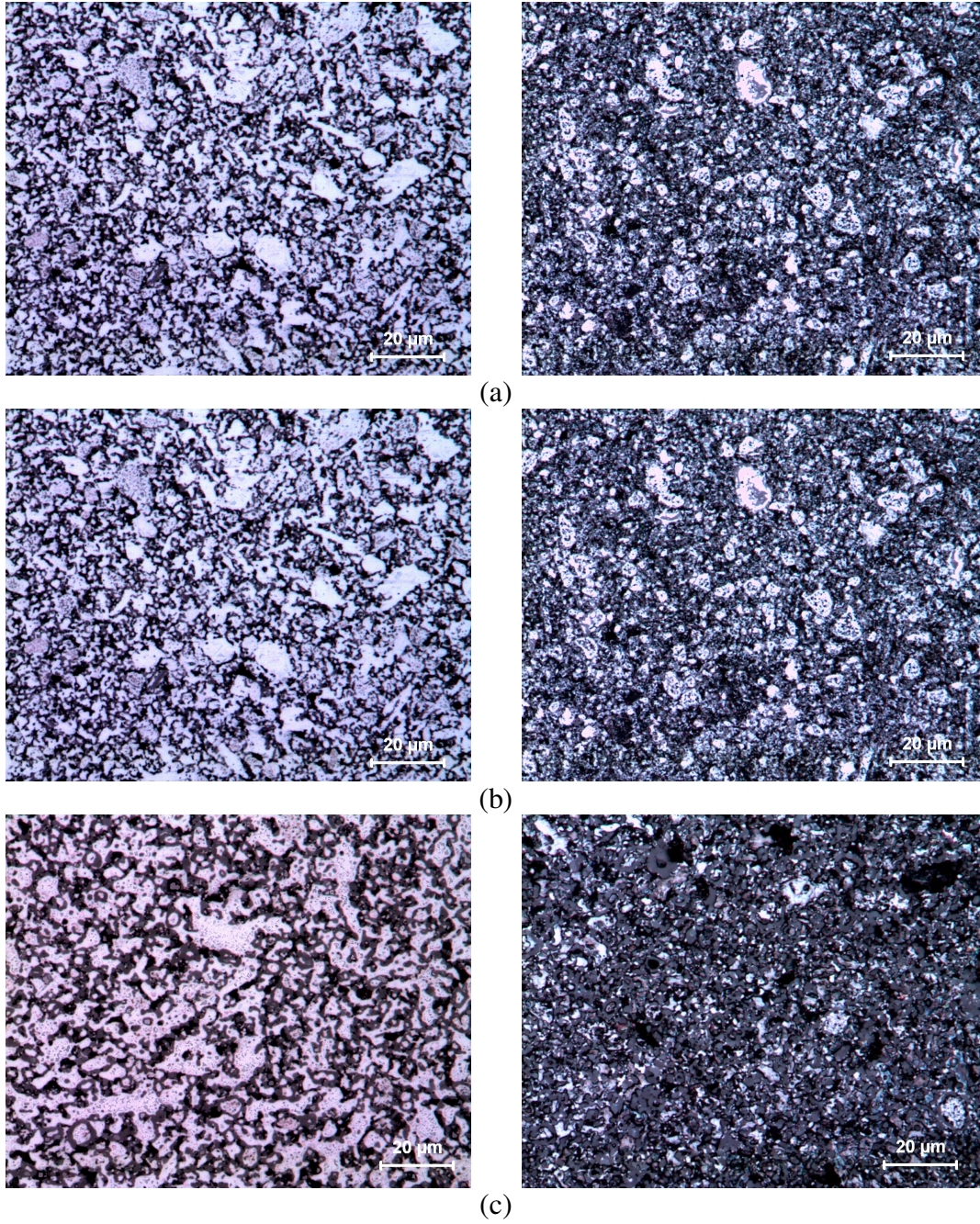
1400°C sıcaklıkta üretilen numunelerin makro (gözle) incelemelerinde K3 bileşimindeki numune bütünlüğünü koruyamamış, deformasyona uğramış ve yüzeyinde kabarcıklar oluşmuştur. Mikro (optik ve SEM) incelemelerde ise bu sıcaklıkta sinterlenen tüm numuneler için (Şekil 6.26) borür fazlarının çubuksu şekli belirgin olarak ortaya çıkmakta ve borür fazları diğer sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerine göre çok daha büyük bölgeler şeklinde yapıda yer almaktadır.

1380°C civarında Fe-Nb ikili denge diyagramında ötektik yapının olduğu bilinmektedir [20]. Muhtemelen bu sıcaklıkta sıvı fazın önemli ölçüde oluştuğu ve borür iğnelerinin sıvı faz içerisinde gerçekleştiği düşünülmektedir. Bu sebeple oluşan borür fazları 1300 ve 1350°C’de üretilen numunelere göre daha büyük (yaklaşık 4-5 kat) borür fazlarını oluşturmuştur. 1400°C’de üretilen numunelerde oluşan camsı fazların boyutu artmıştır.

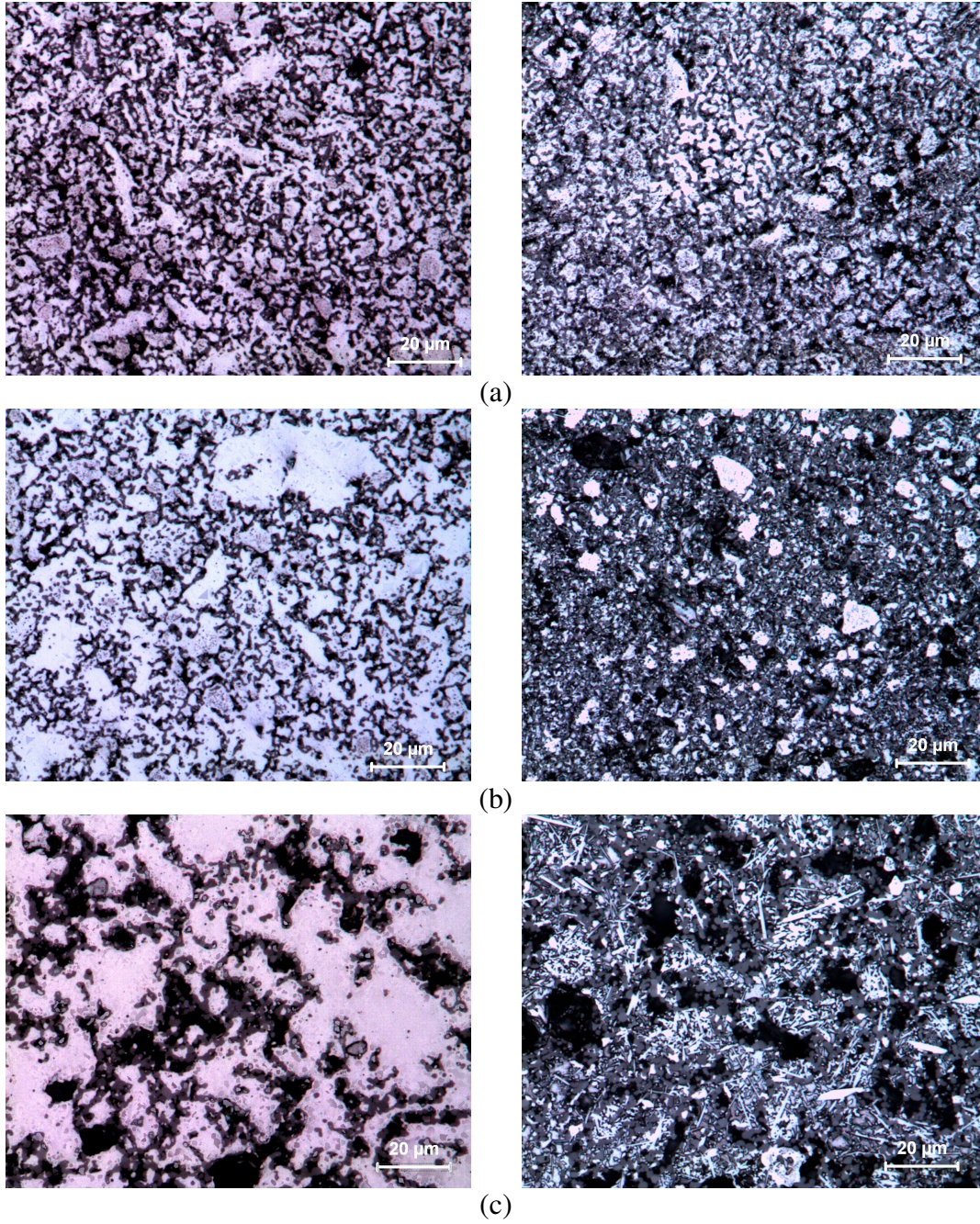
Mikroyapı incelemeleri bileşim değişimi açısından ele alındığında, bileşimde yer alan bor miktarı arttıkça beyaz renkli borür fazlarının miktarının arttığı ve boyutunun küçüldüğü belirlenmiştir. Bununla birlikte mikroyapıda siyah renkli görülen oksit esaslı bölgelerin bor miktarının artışıyla azaldığı tespit edilmiştir (Şekil 6.17-6.26).



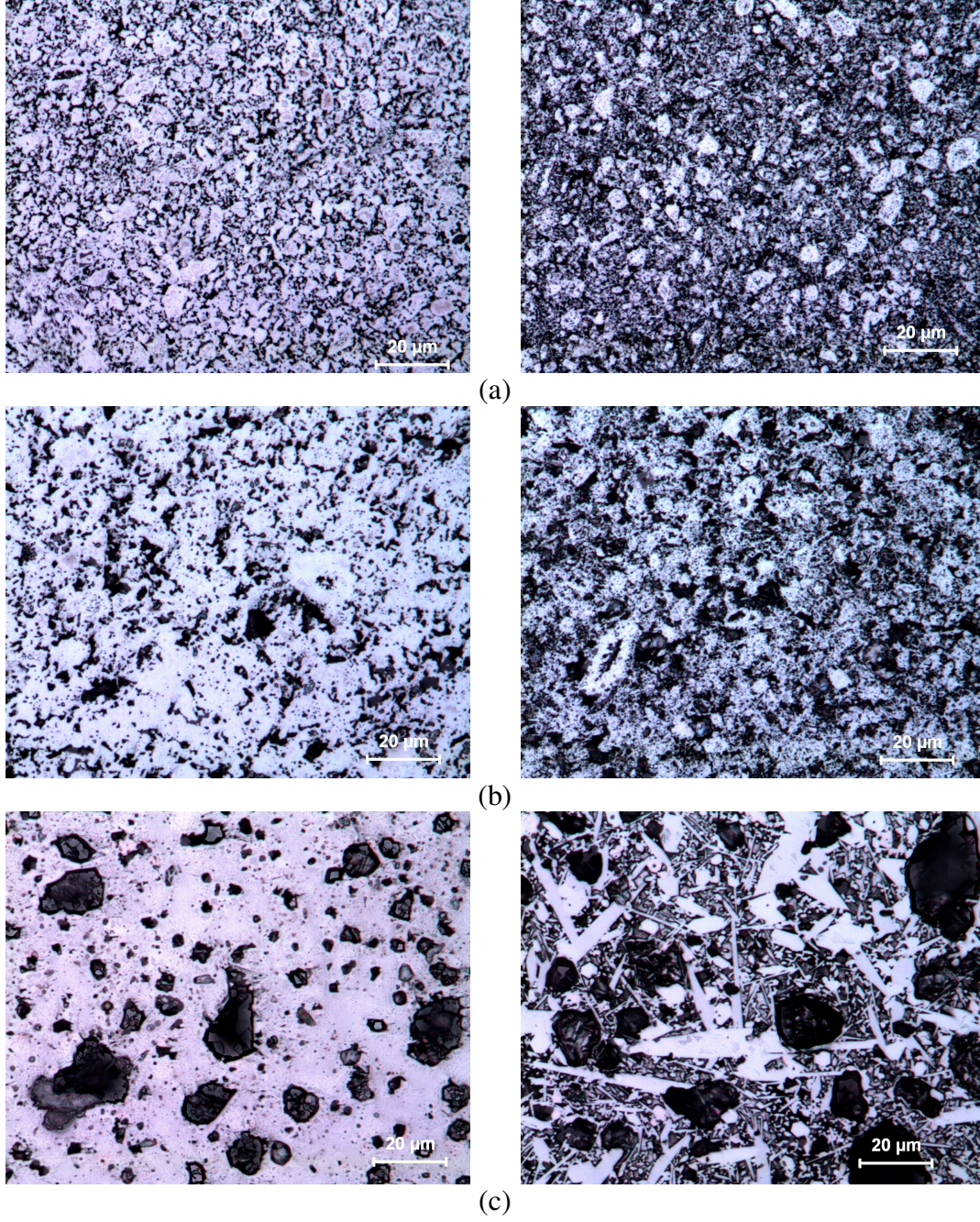
Şekil 6.8. K1 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C'de 30 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



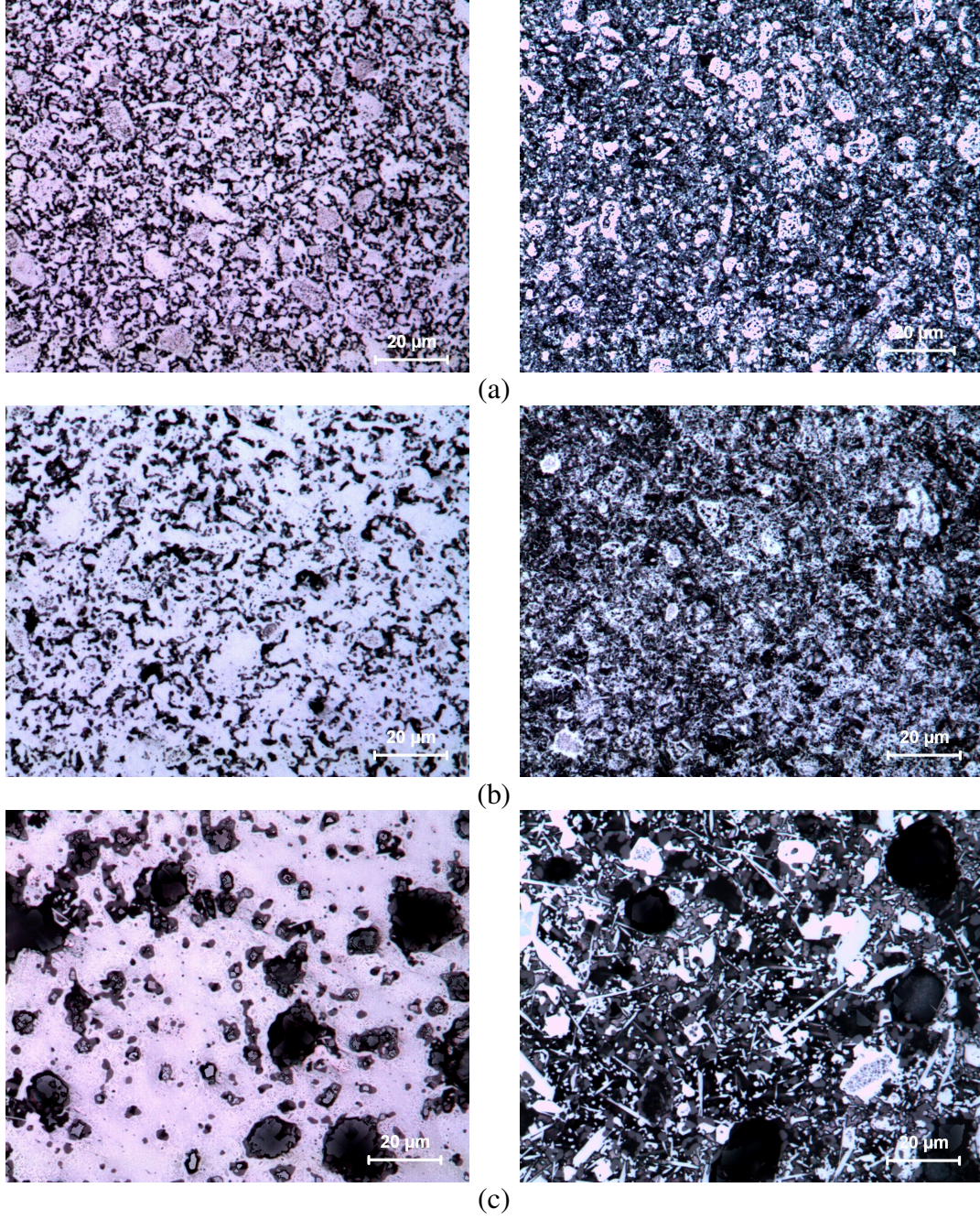
Şekil 6.9. K2 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c)1350°C'de 30 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



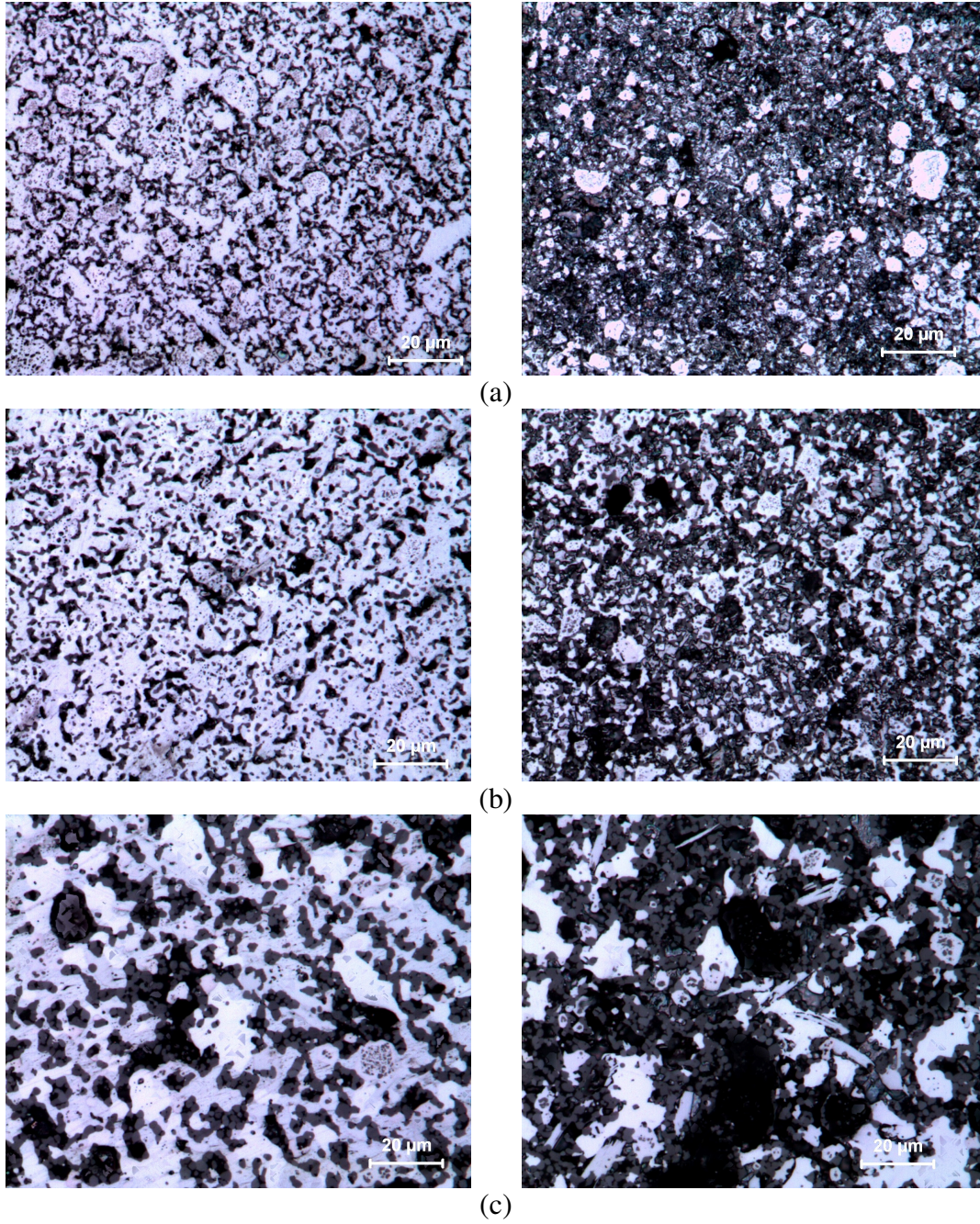
Şekil 6.10. K3 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C’de 30 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



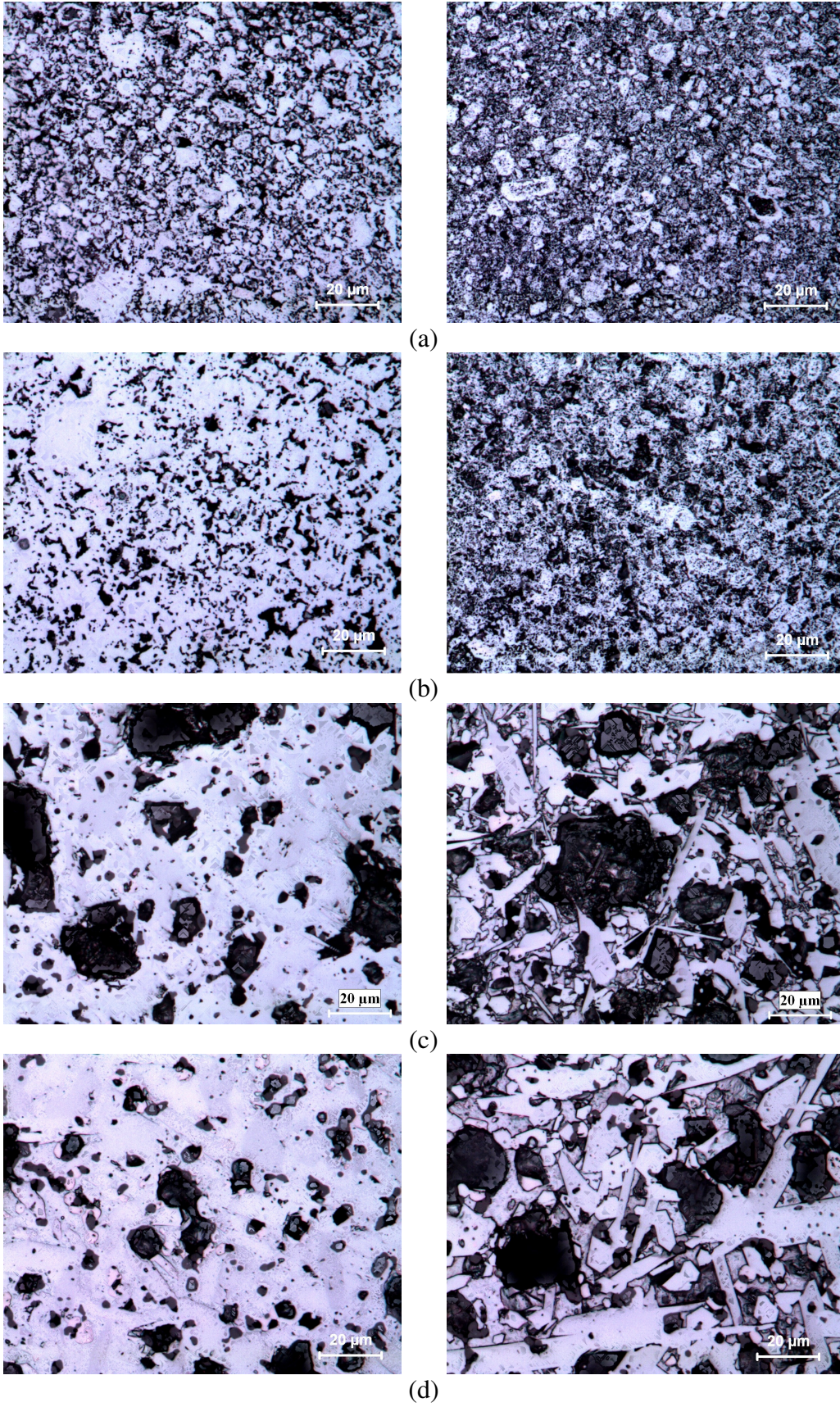
Şekil 6.11. K1 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C’de 60 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



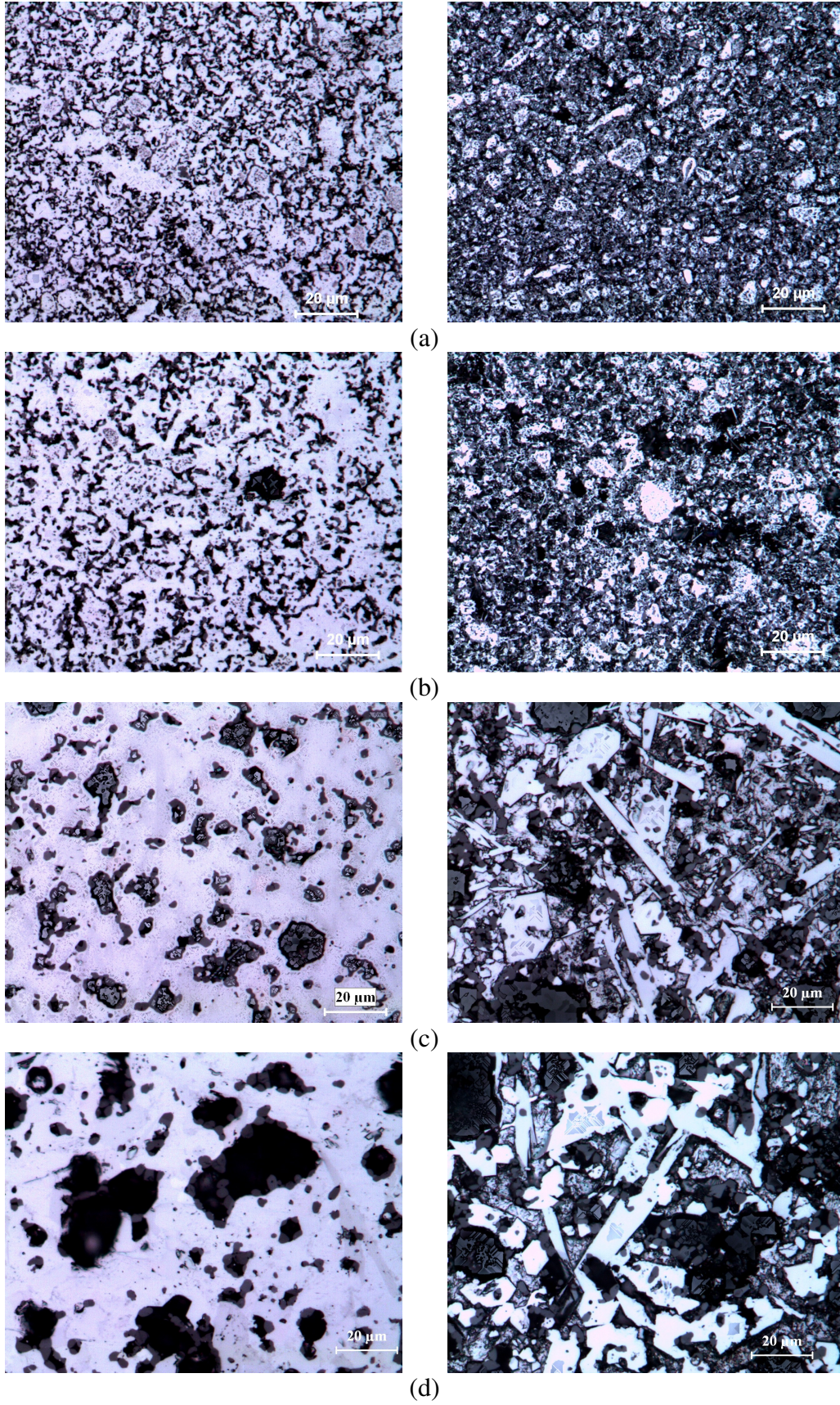
Şekil 6.12. K2 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C’de 60 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



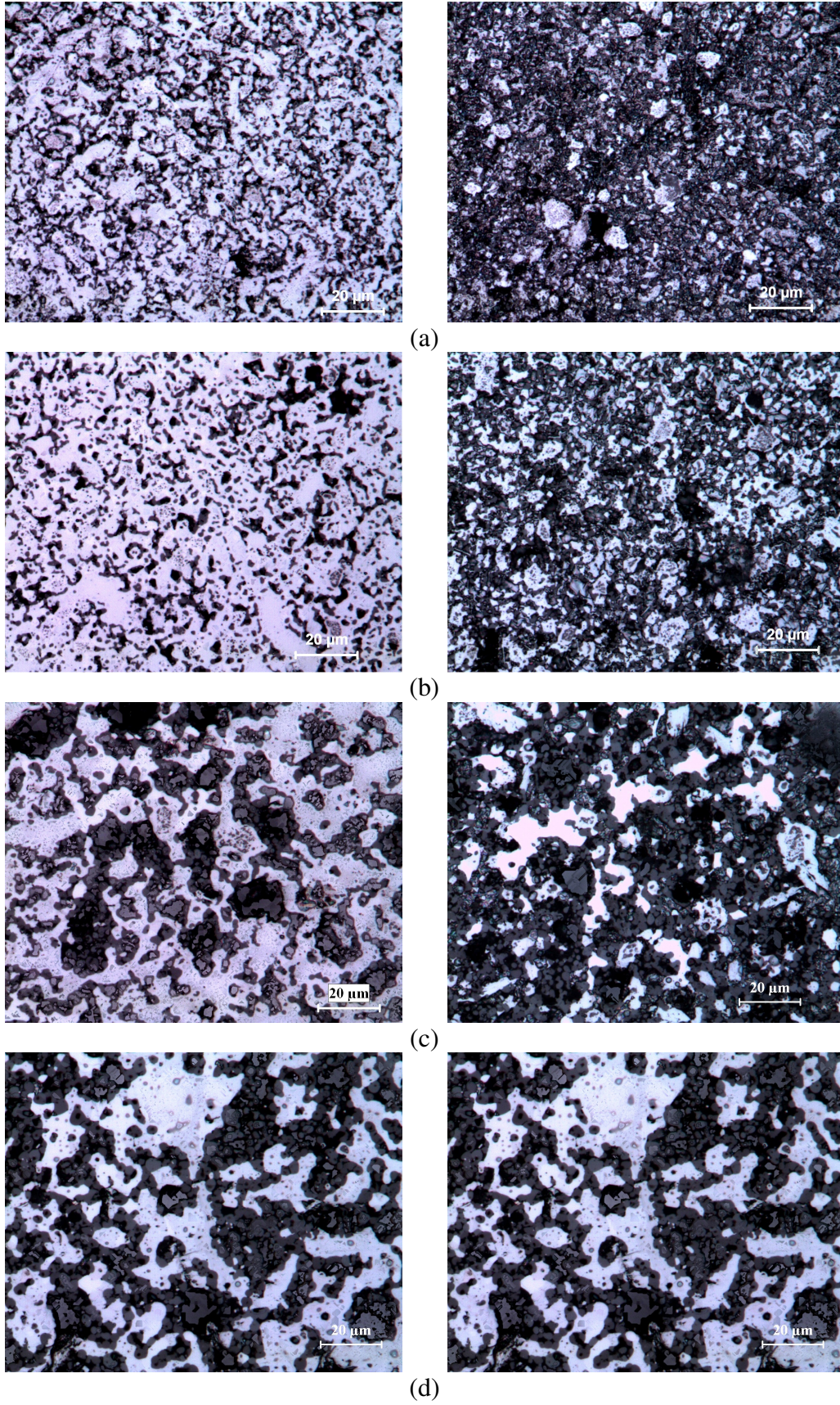
Şekil 6.13. K3 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300 ve (c) 1350°C’de 60 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



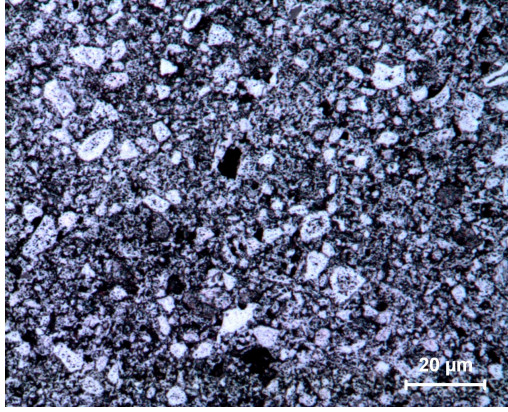
Şekil 6.14. K1 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300, (c) 1350 ve (d) 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



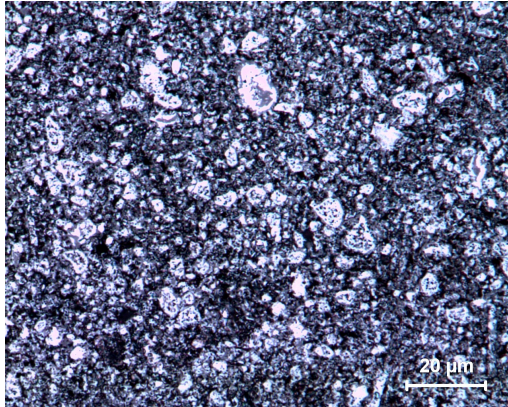
Şekil 6.15. K2 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300, (c) 1350 ve (d) 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



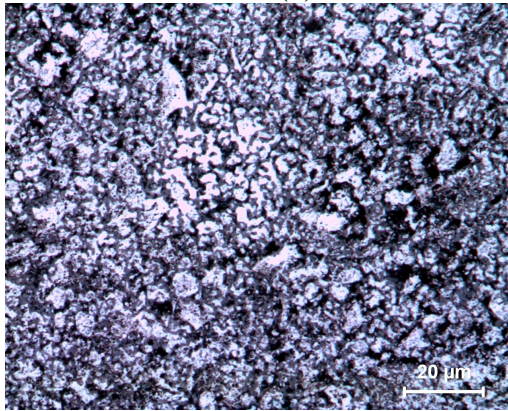
Şekil 6.16. K3 bileşiminde (a) 1250, (b) 1300, (c) 1350 ve (d) 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterleme sonrası dağlanmamış ve dağlanmış numunelerin optik mikrografları



(a)

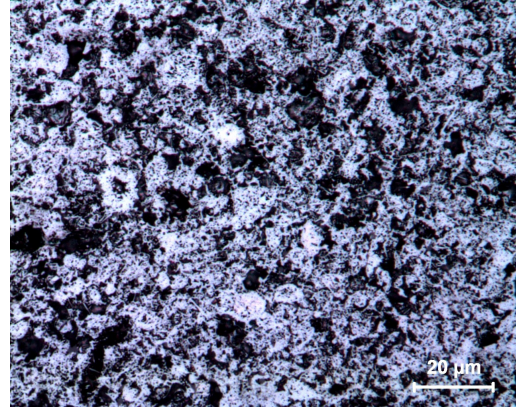


(b)

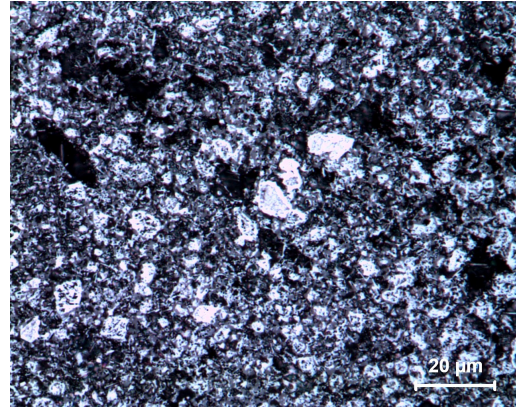


(c)

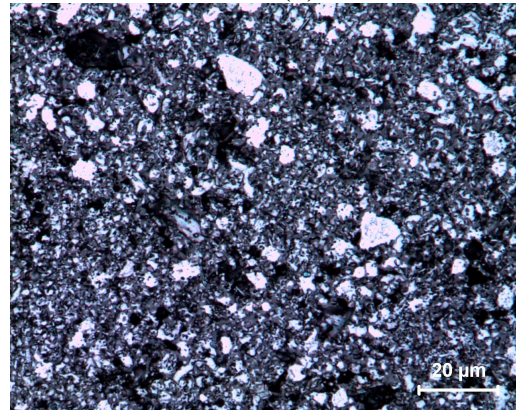
Şekil 6.17. 1250°C'de 30 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

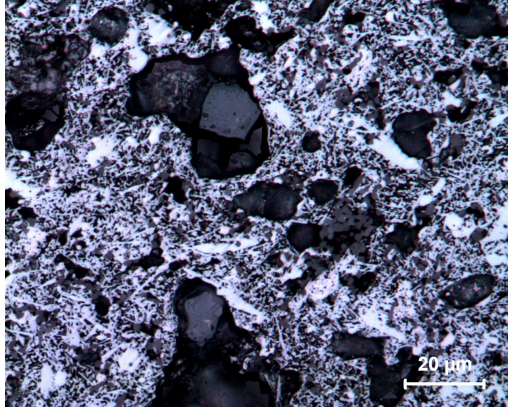


(b)

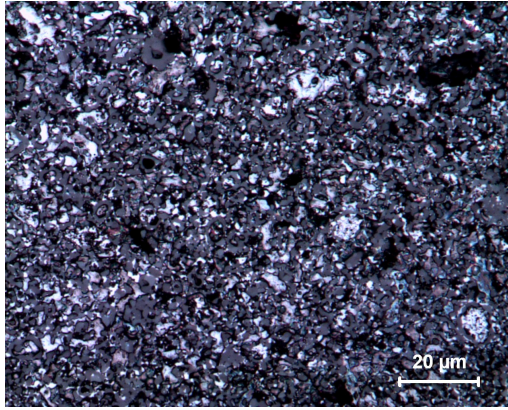


(c)

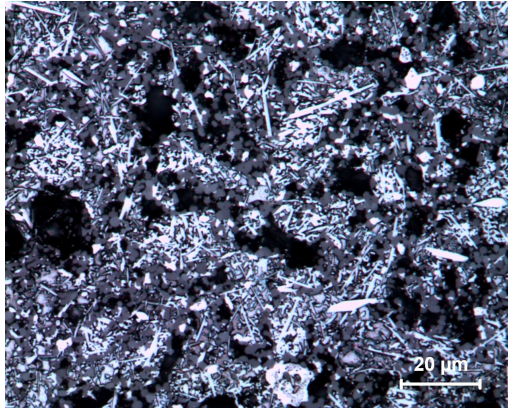
Şekil 6.18. 1300°C'de 30 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

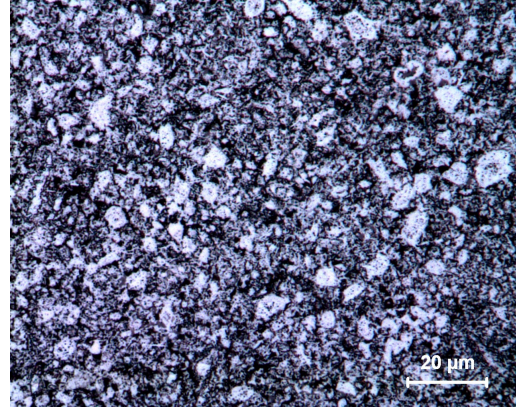


(b)

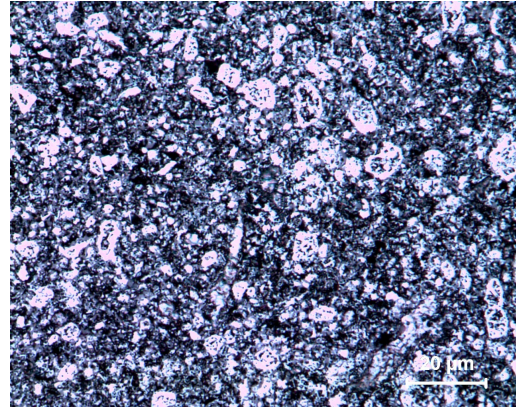


(c)

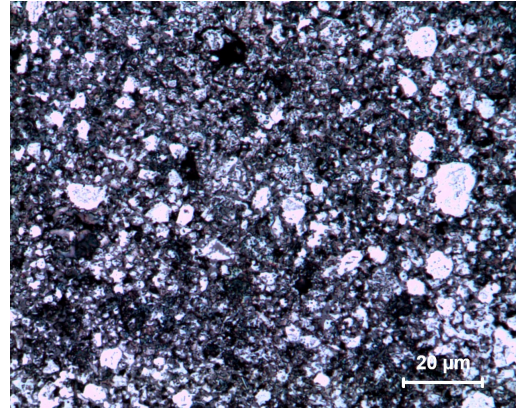
Şekil 6.19. 1350°C'de 30 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

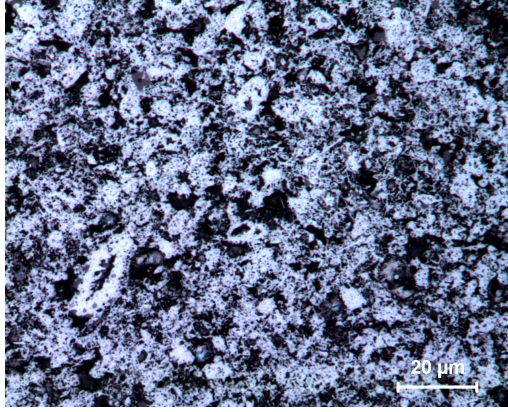


(b)

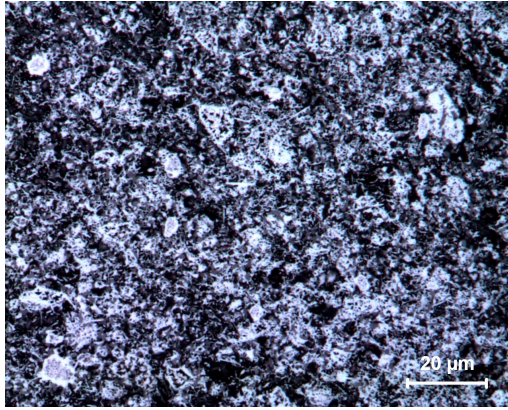


(c)

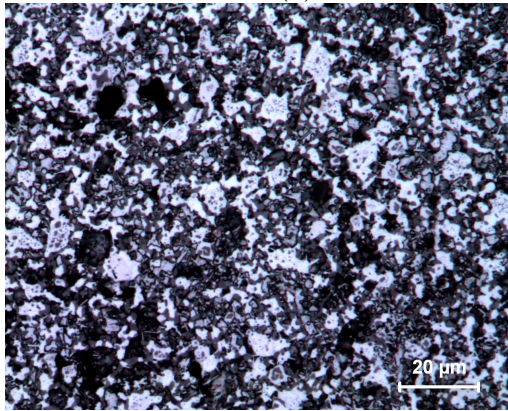
Şekil 6.20. 1250°C'de 60 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

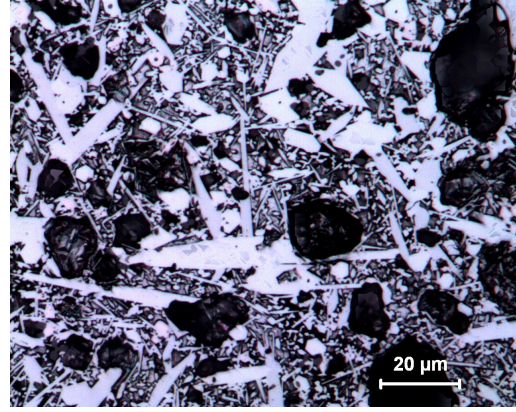


(b)

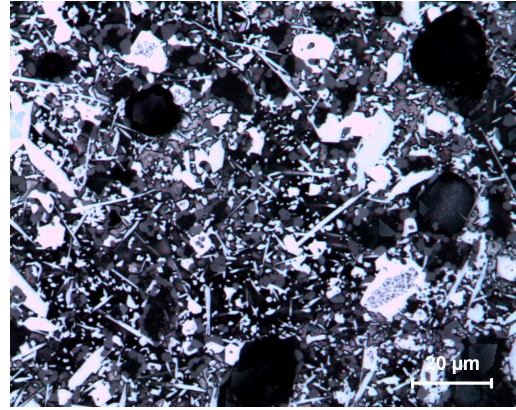


(c)

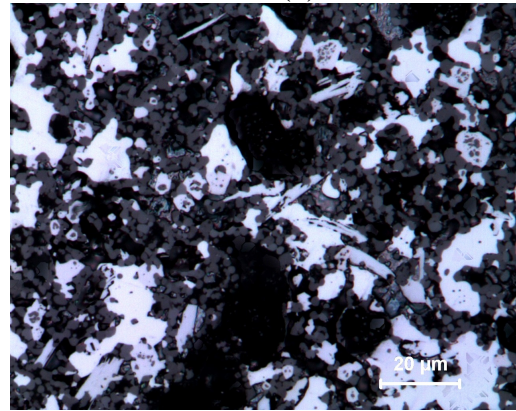
Şekil 6.21. 1300°C'de 60 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

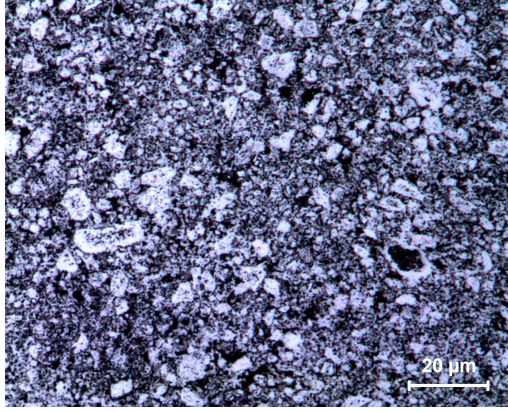


(b)

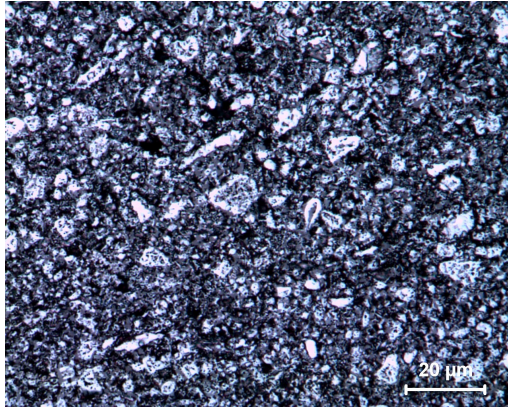


(c)

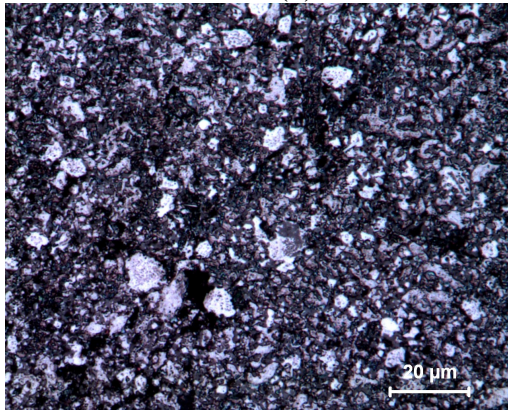
Şekil 6.22. 1350°C'de 60 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

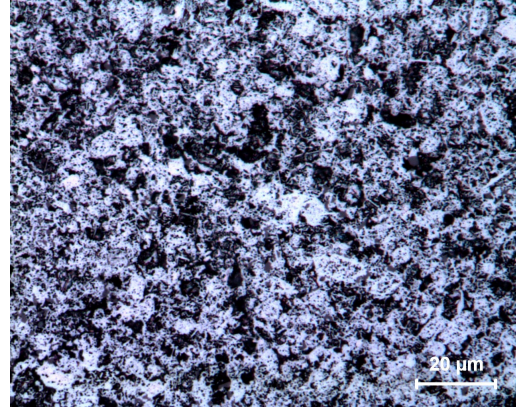


(b)

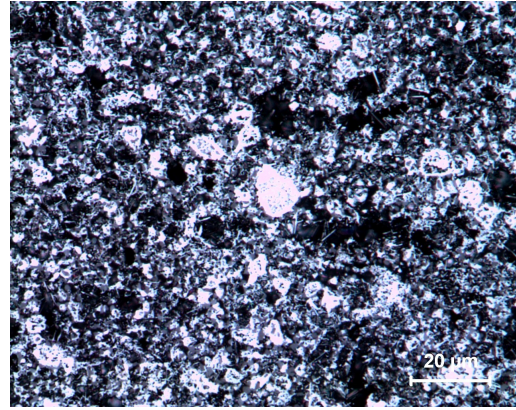


(c)

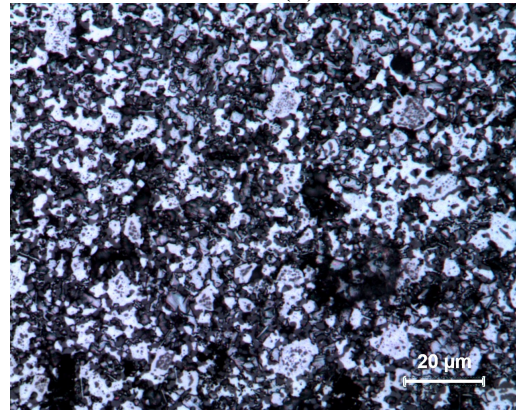
Şekil 6.23. 1250°C'de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

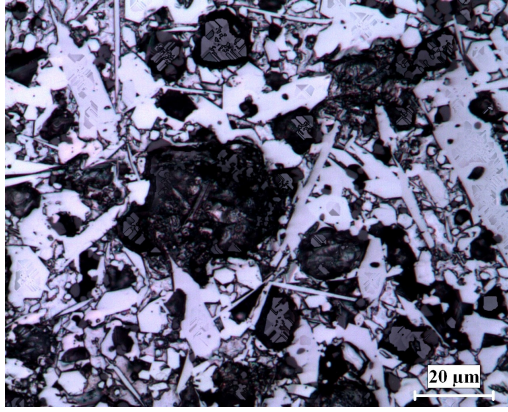


(b)

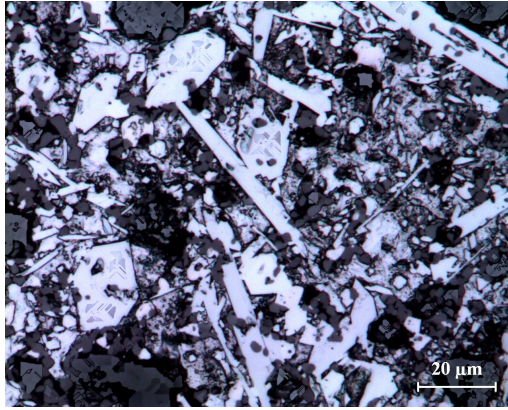


(c)

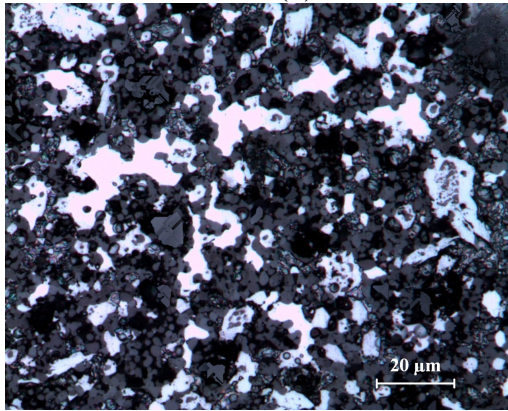
Şekil 6.24. 1300°C'de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)

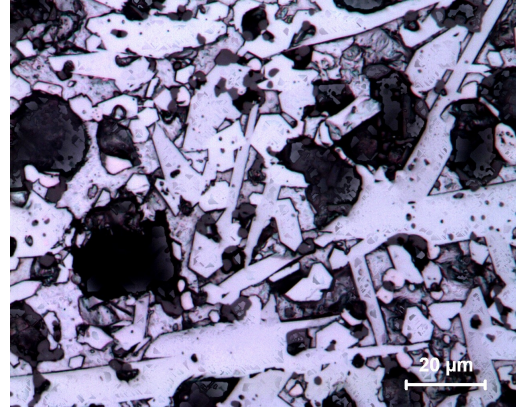


(b)

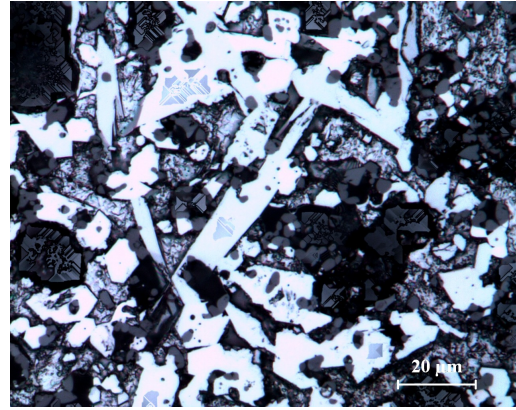


(c)

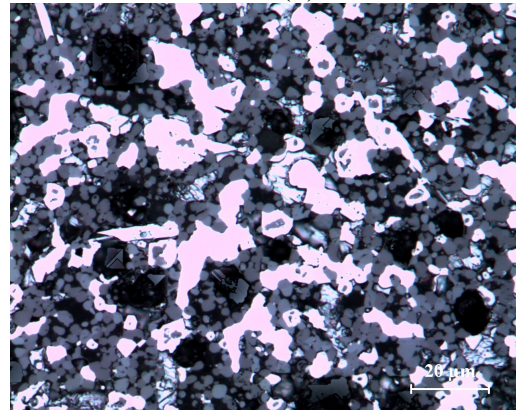
Şekil 6.25. 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları



(a)



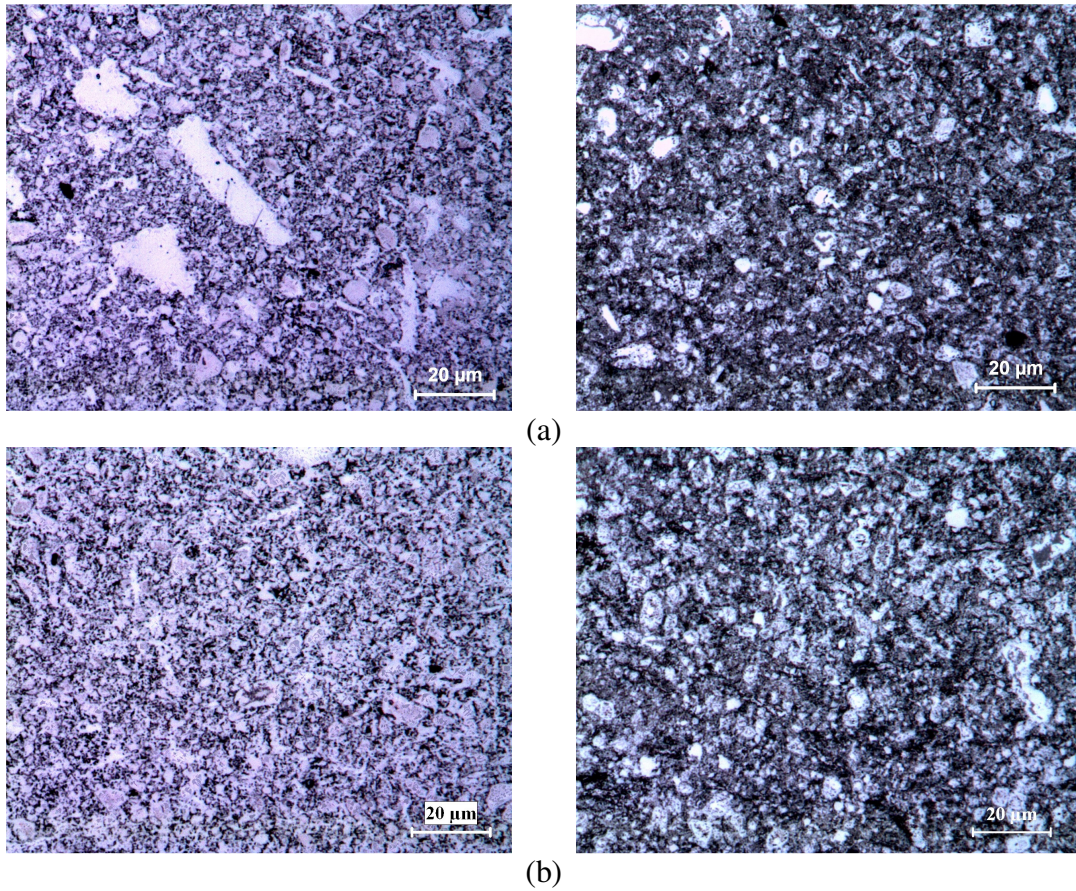
(b)



(c)

Şekil 6.26. 1400°C'de 120 dakika süreyle sinterlenmiş ve dağlanmış (a) K1, (b) K2 ve (c) K3 bileşimine sahip numunelerin optik mikrografları

1000°C'de 120 dakika ve 1050°C'de 60 dakika süreyle iki yönlü basınç altında sinterlenen numunelerin dağlanmamış ve dağlanmış mikroyapı görüntüleri Şekil 6.27'de görülmektedir. İki yönlü presleme işlemi ile üretilmiş numunelerde geleneksel toz metalurjisi ile üretilen numunelere göre çok daha düşük sıcaklıklarda beyaz renkli borür fazlarının varlığı tesbit edilebilmiştir. Bu numunelerde camsı faz ya da oksit esaslı siyah renkli bölgeler çok küçük boyutlarda homojen dağılmış bir yapı sergilemektedir. Yapılan işlemlerde 1000, 1050°C gibi düşük sıcaklıklar kullanılmasına rağmen kompakt metalik görünümlü numuneler üretilebilmiştir. Mikro seviyede yapılan incelemelerde bu bütünlük yakalanabilmiştir. Ancak elde edilen borür fazlarının miktarı geleneksel yöntemle göre çok daha az ve ince yapılıdır. Bu çalışmanın daha yüksek sıcaklıklarda ve daha uzun sürelerde yapılmasının önemli bulgular sağlayacağı düşünülmektedir. Ancak proje kapsamında yapılan çalışmalar geleneksel yöntemler üzerine kurulu olduğu için çalışmalar daha çok numunelerin toz halde preslenme ve sinterlenme esasına göre yönlendirilmiştir.

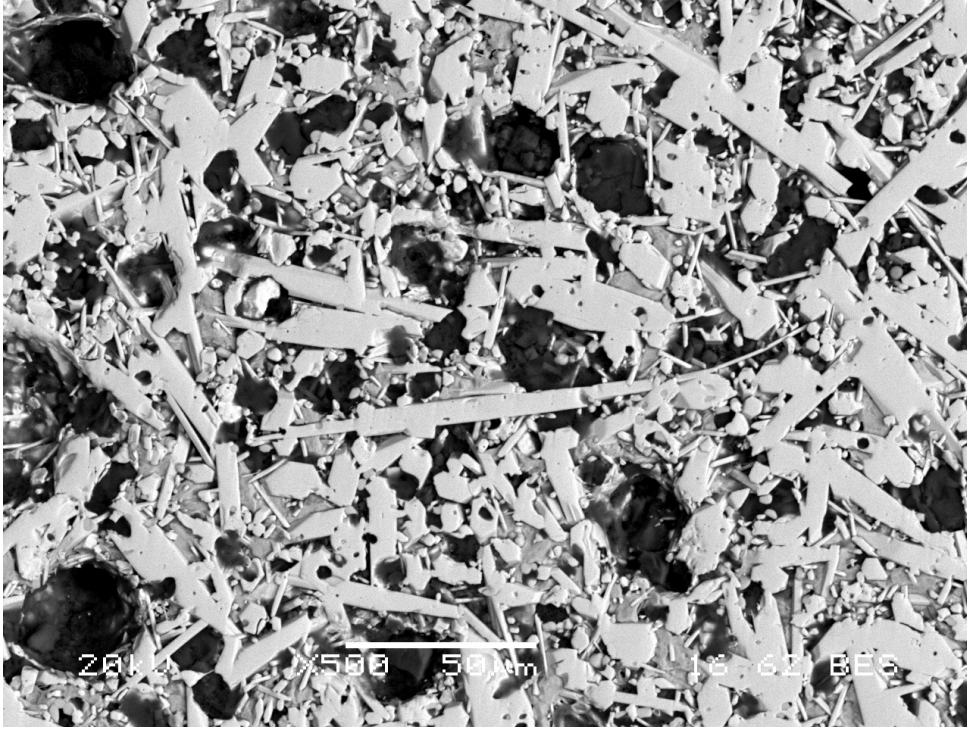


Şekil 6.27. K1 bileşiminde iki yönlü basınç altında (a) 1000°C'de 120 dakika ve (b) 1050°C'de 60 dakika süreyle sinterlenen numunelerin optik mikrografları

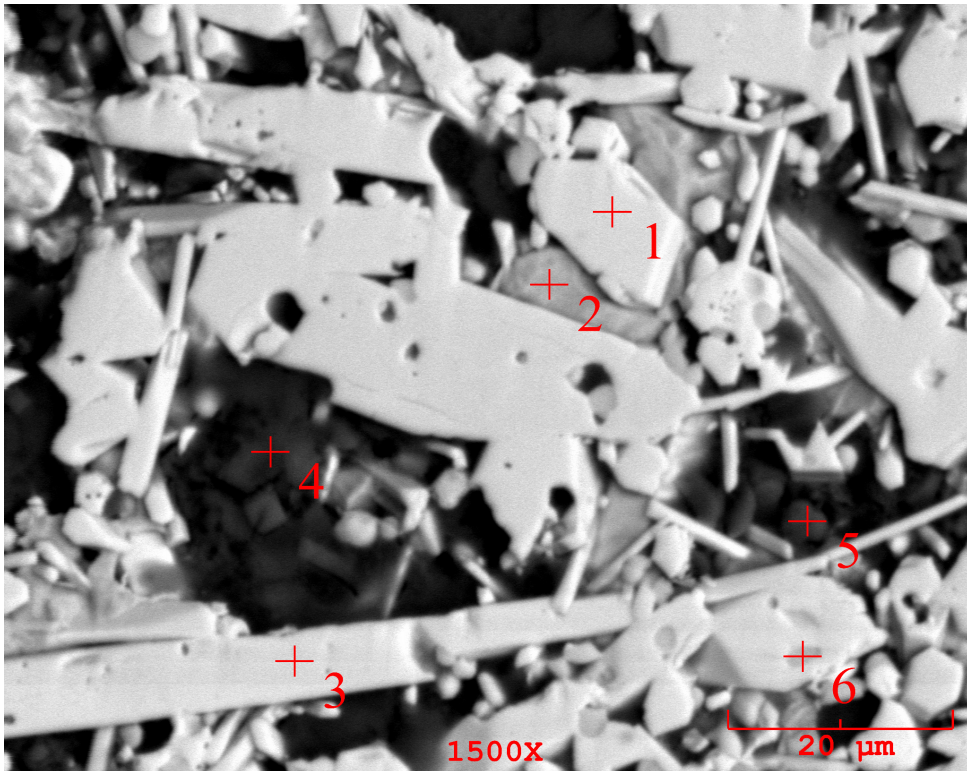
Elektron mikroskobu incelemeleri için sinterleme işlemleri sonrasında gözle ve optik mikroskop incelemeleri neticesinde faz dönüşümlerinin kayda değer oranlarda gerçekleştiği ve optimum şart olarak değerlendirilebilecek sinterleme sıcaklığı ve süresi olarak 1350°C ve 120 dakika belirlenmiştir. Bu şartlarda üretilen numunelerin bileşim değişimine bağlı olarak gerçekleştirilen taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikroyapıları ve EDS analizleri Şekil 6.28-6.30'da verilmiştir.

Elektron mikroskobu incelemelerinde yapıda görülen beyaz renkli oluşumların (çubuksu ve taneseli) Nb-Fe-B elementlerini içerdiği görülmektedir (Şekil 6.28-6.30). Bileşim değişimine bağlı olarak bor miktarı azaldıkça Nb-Fe-B esaslı beyaz bölgelerin çubuksu yapıdan ziyade taneseli şekilde oluştuğu görülmektedir (Şekil 6.30). İncelemelerde gri renkli bölgelerin Fe esaslı olduğu belirlenmiştir (Şekil 6.28-d, Şekil 6.29-d) ve bor miktarı azaldıkça yapıdaki varlığı artmaktadır (Şekil 6.30-d). Mikroyapıda siyah renkte olan bölgelerin Si-Al-O elementlerini içerdiği ve cam esaslı bir yapı olduğu düşünülmektedir (Şekil 6.28-f-g, 6.29-f, 6.30-e).

Şekil 6.31'de 1050°C'de 60 dakika süreyle iki yönlü basınç altında sinterlenen numunenin SEM mikroyapıları ve fazlara ait EDS analizi yer almaktadır. Sinterlenmiş numunelerde görülen fazlara ait EDS analizleri ile sıcak preste görülen EDS analizleri benzer sonuçlar vermiştir. Ancak elde edilen mikroyapı çok daha ince, homojen dağılımlı ve kompakt bir yapı sergilemektedir.

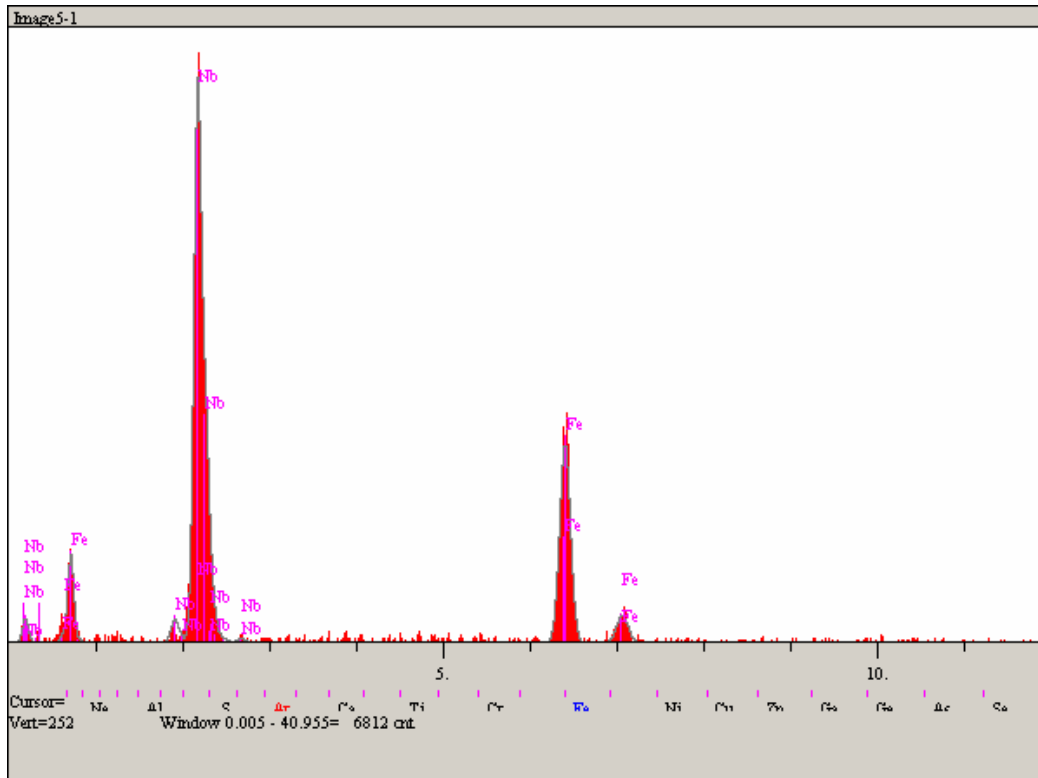


(a)

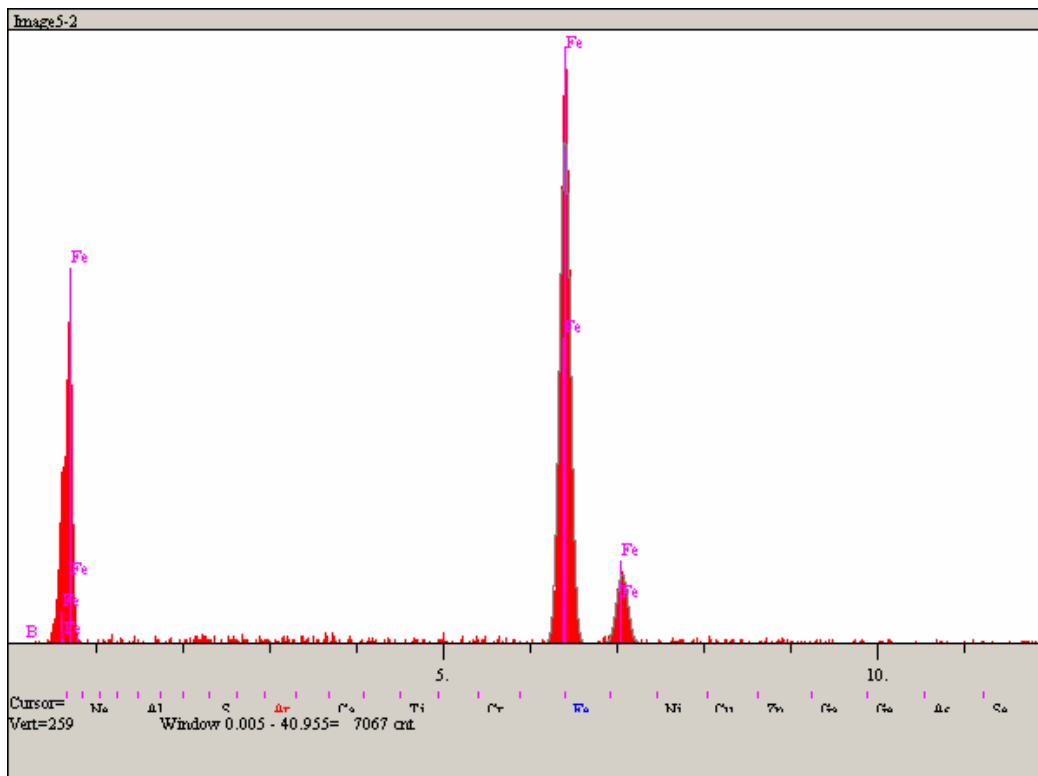


(b)

Şekil 6.28. K1 bileşiminde 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a), (b) SEM görüntüsü ve (c-h) EDS analizleri

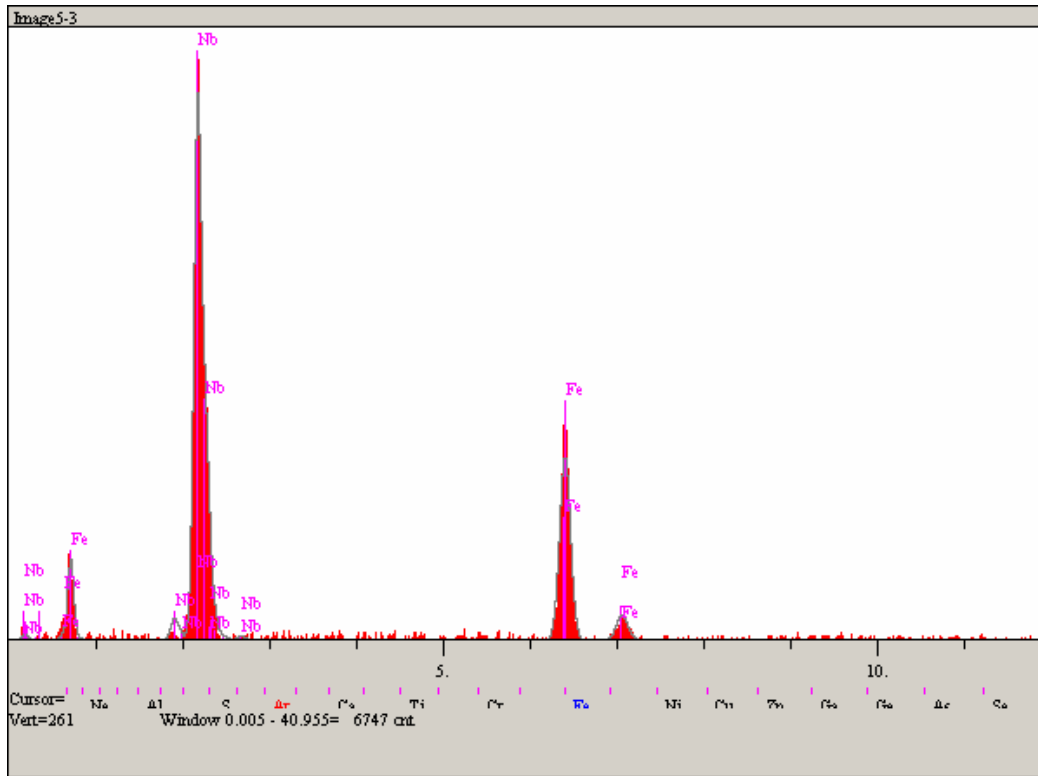


(c)

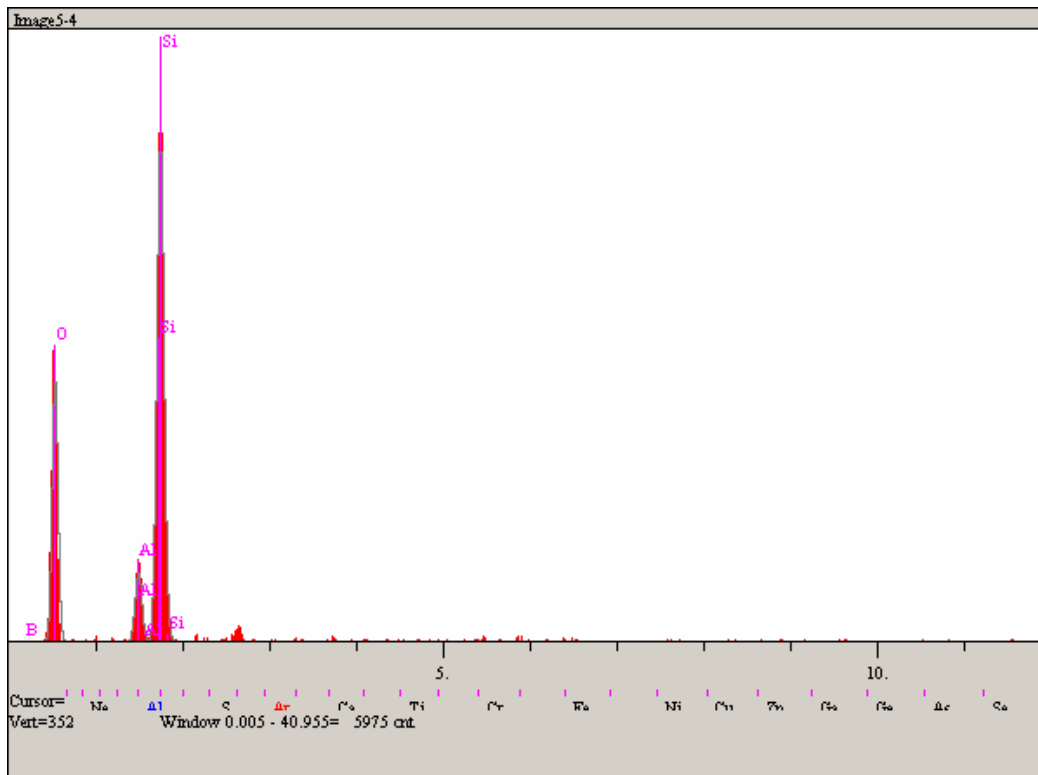


(d)

Şekil 6.28. (Devam)

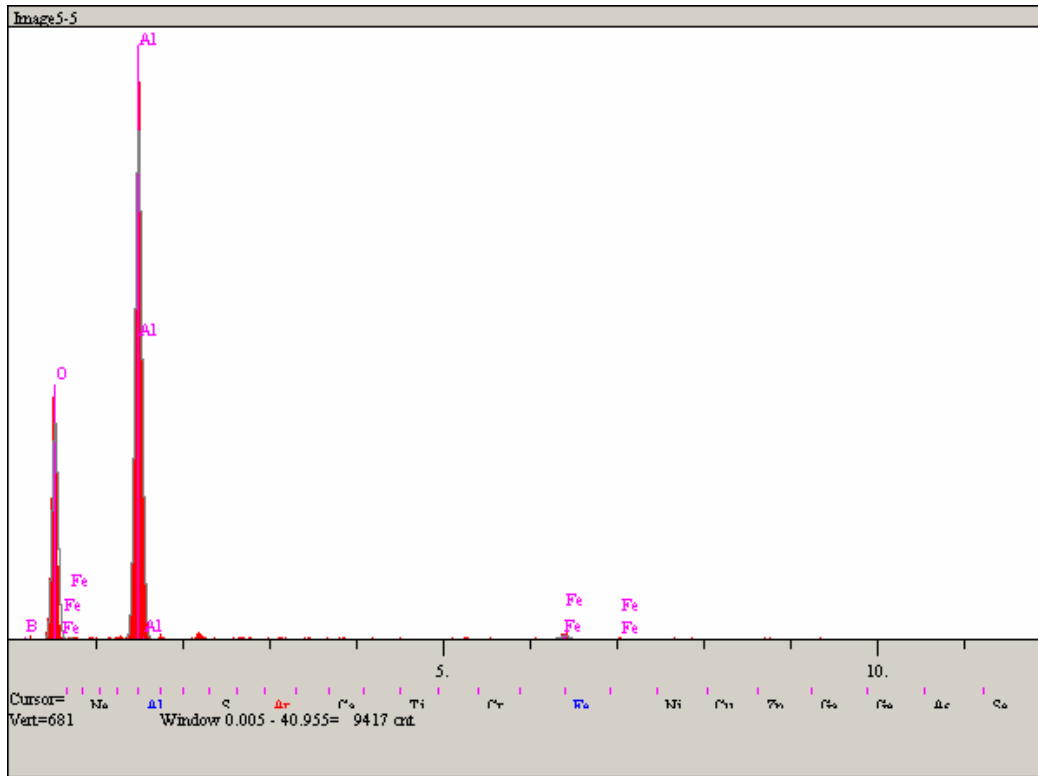


(e)

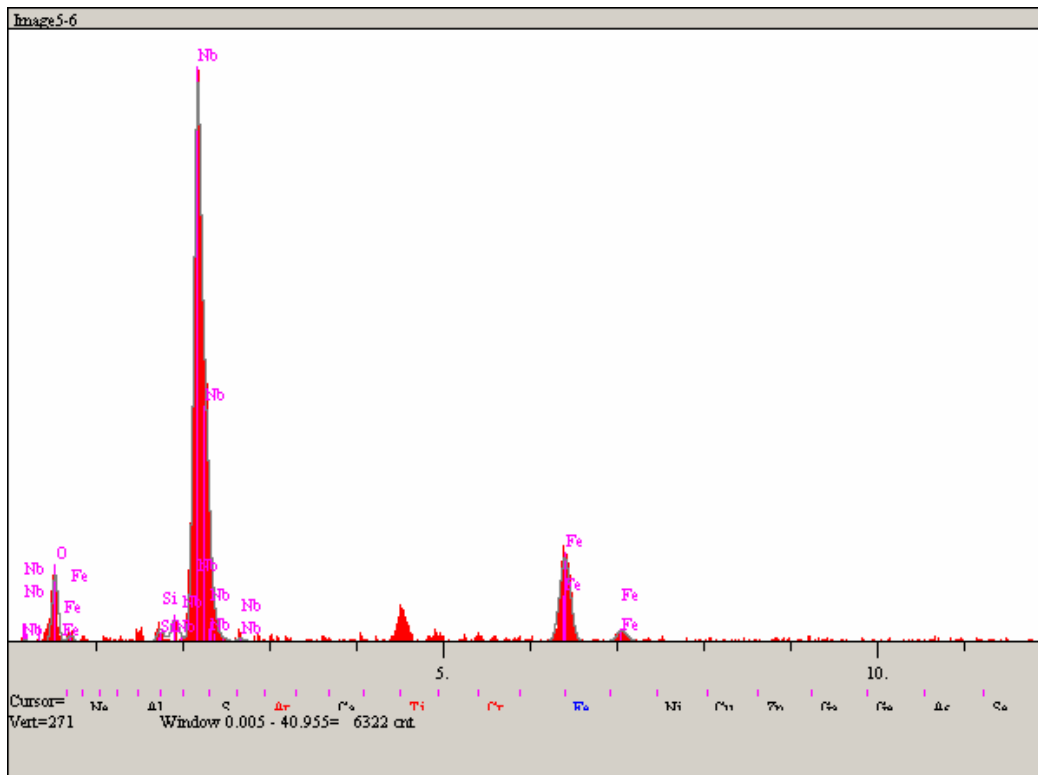


(f)

Şekil 6.28. (Devam)

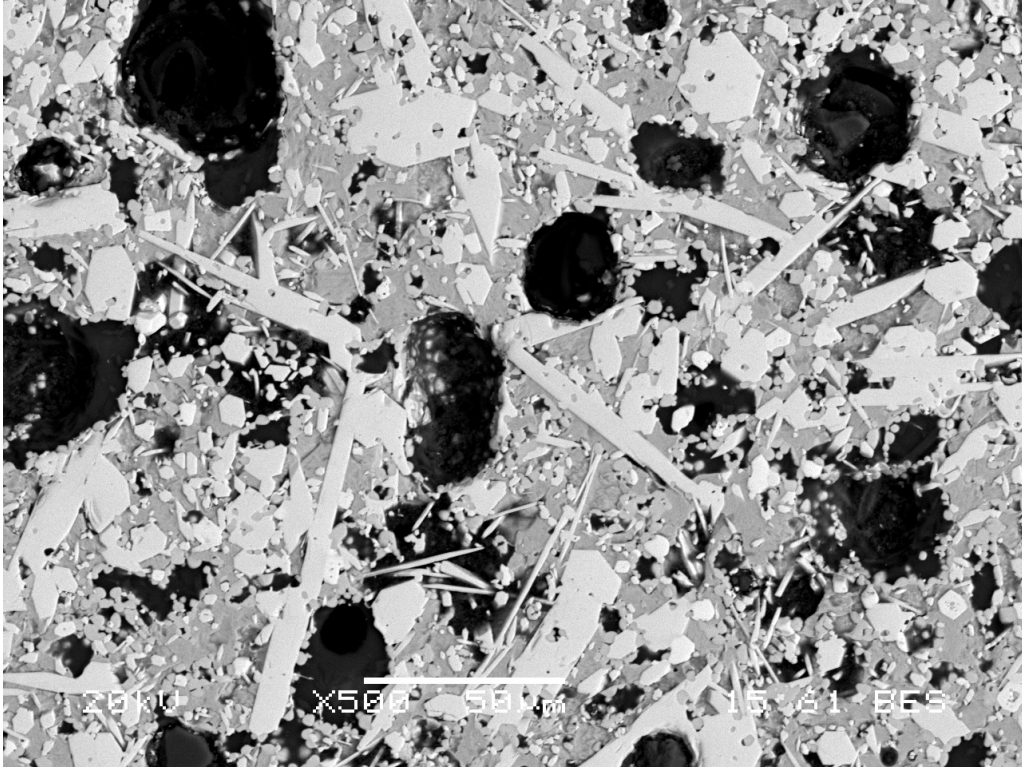


(g)

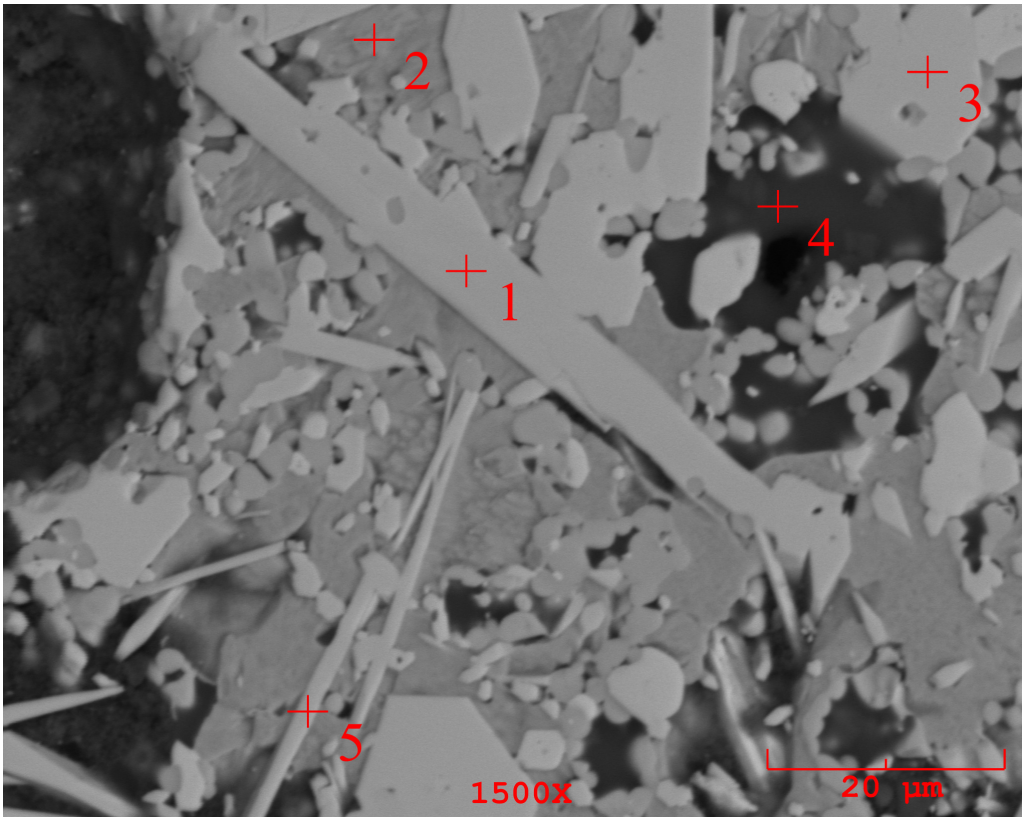


(h)

Şekil 6.28. (Devam)

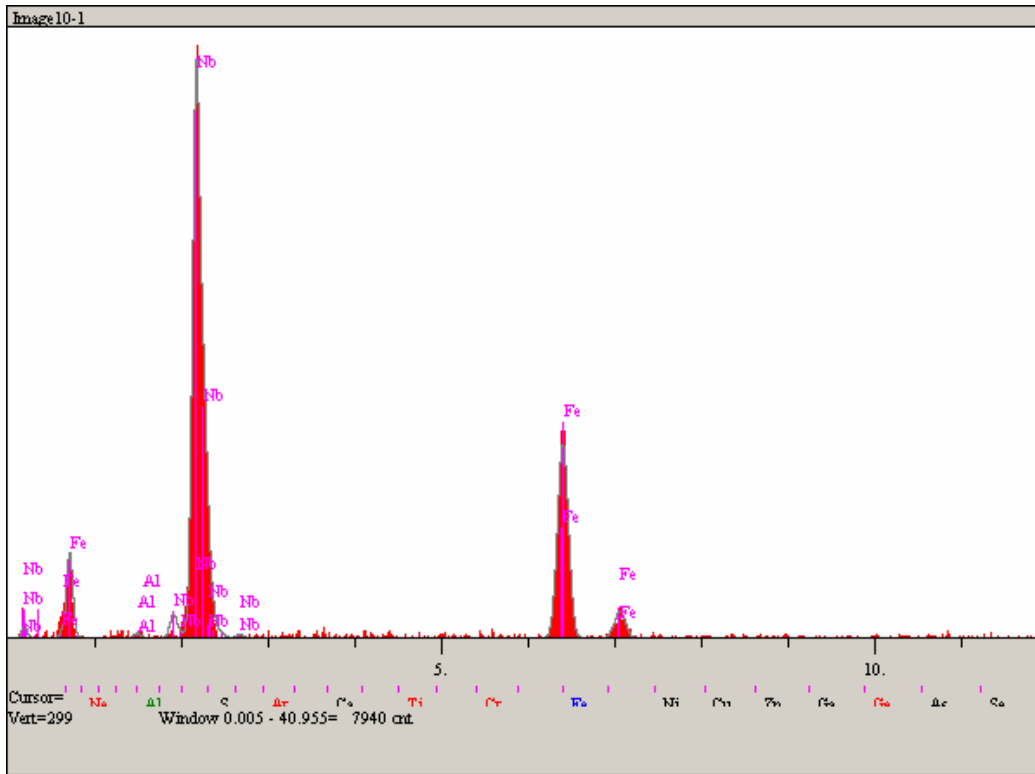


(a)

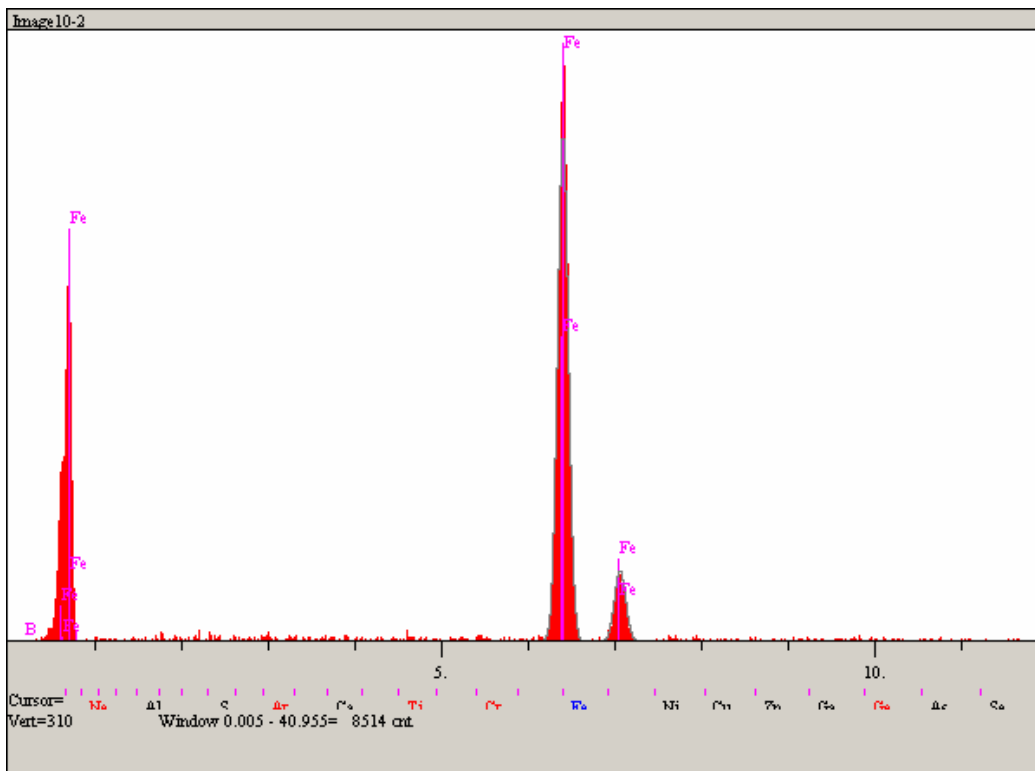


(b)

Şekil 6.29. K2 bileşiminde 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a),(b) SEM görüntüsü ve (c-g) EDS analizleri

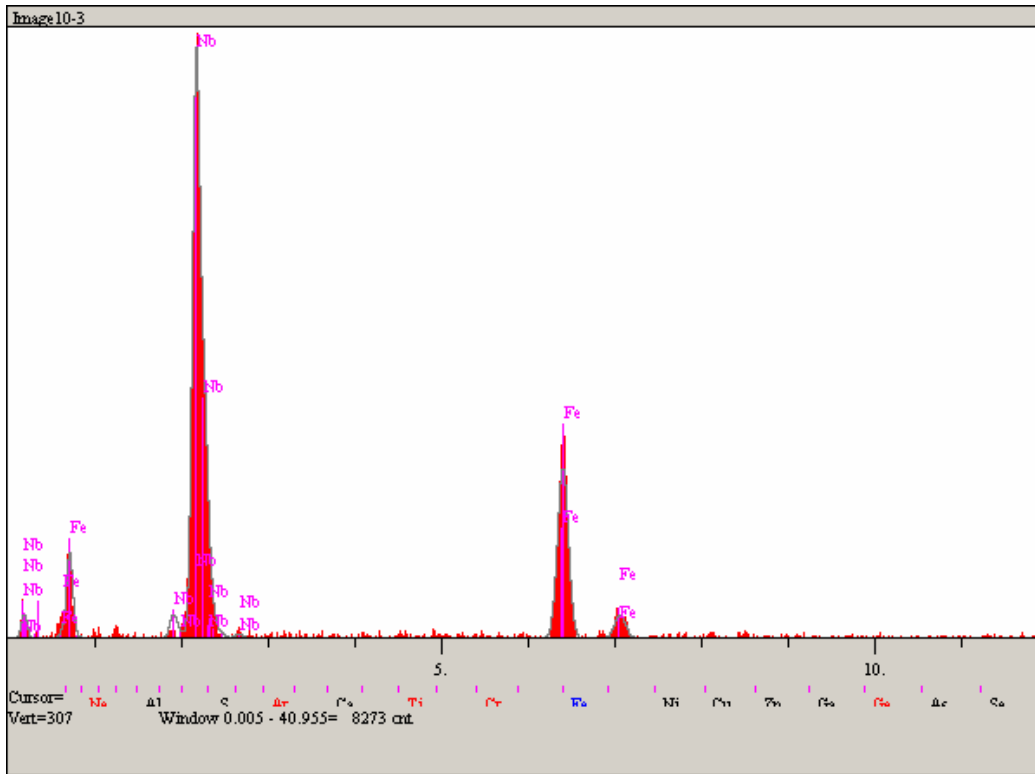


(c)

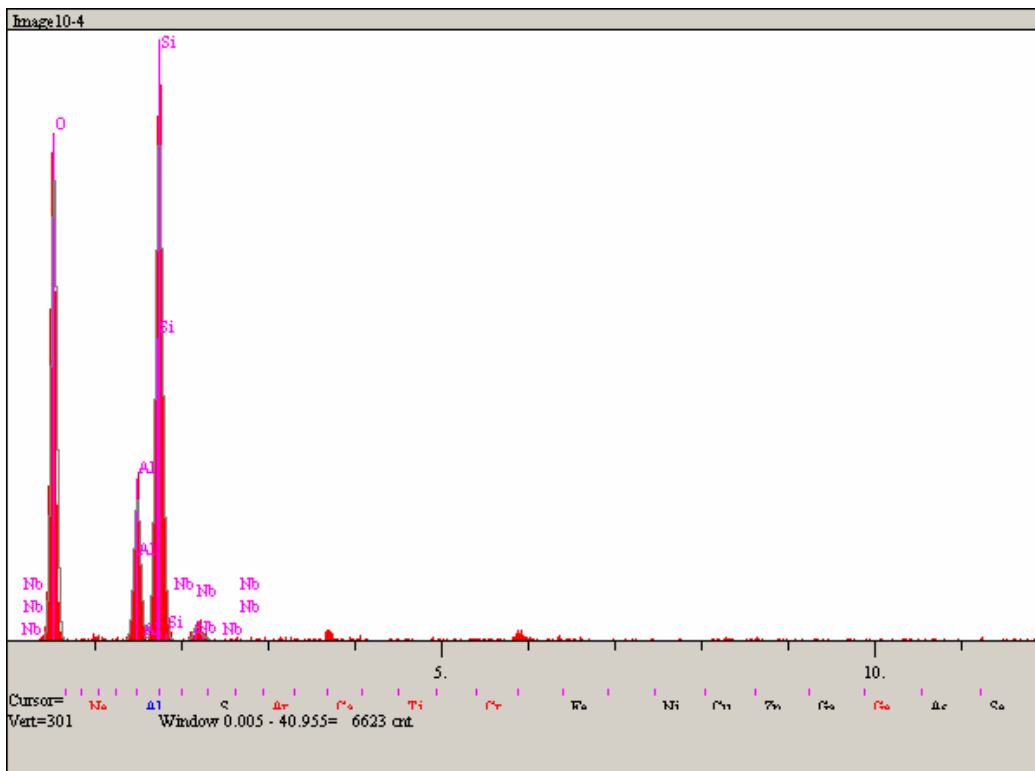


(d)

Şekil 6.29. (Devam)

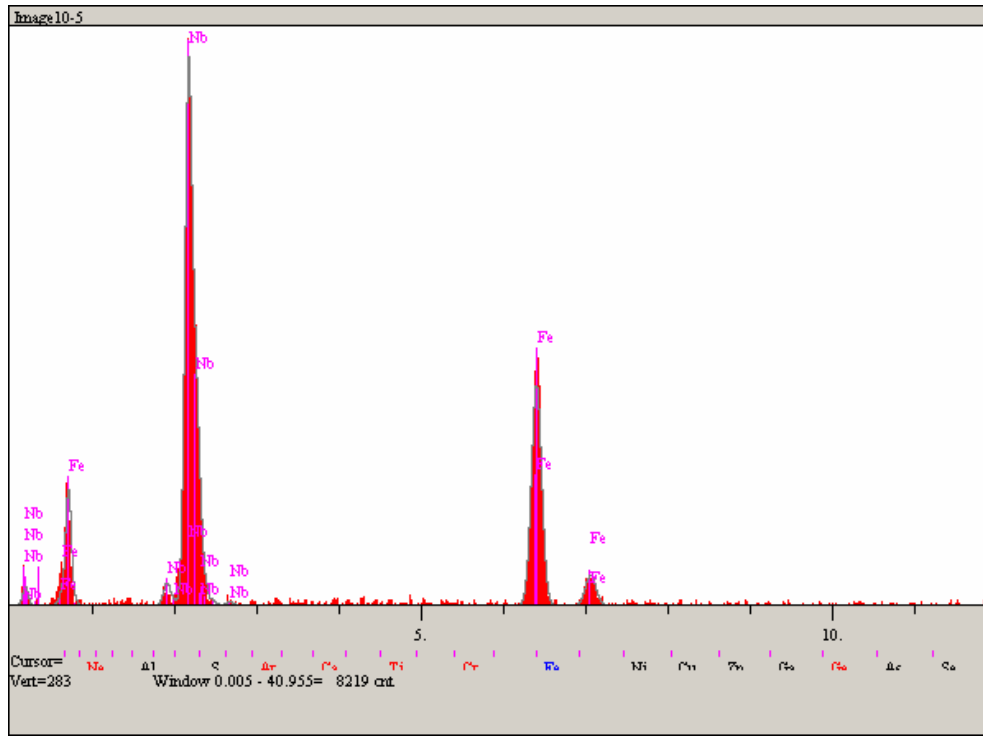


(e)



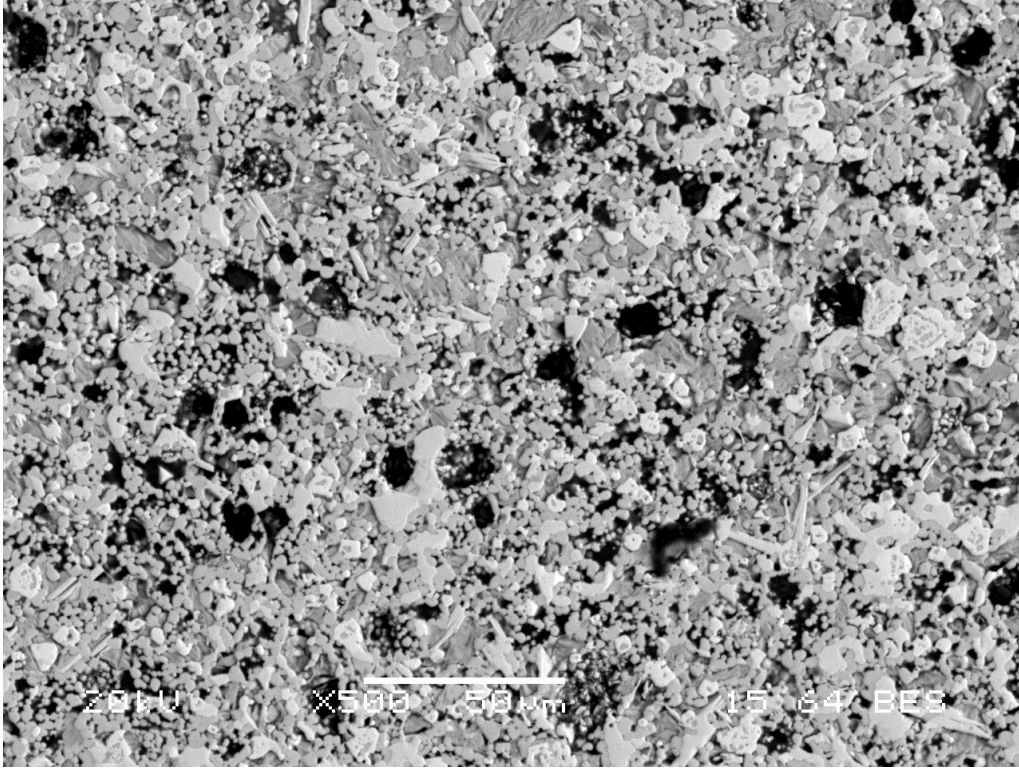
(f)

Şekil 6.29. (Devam)

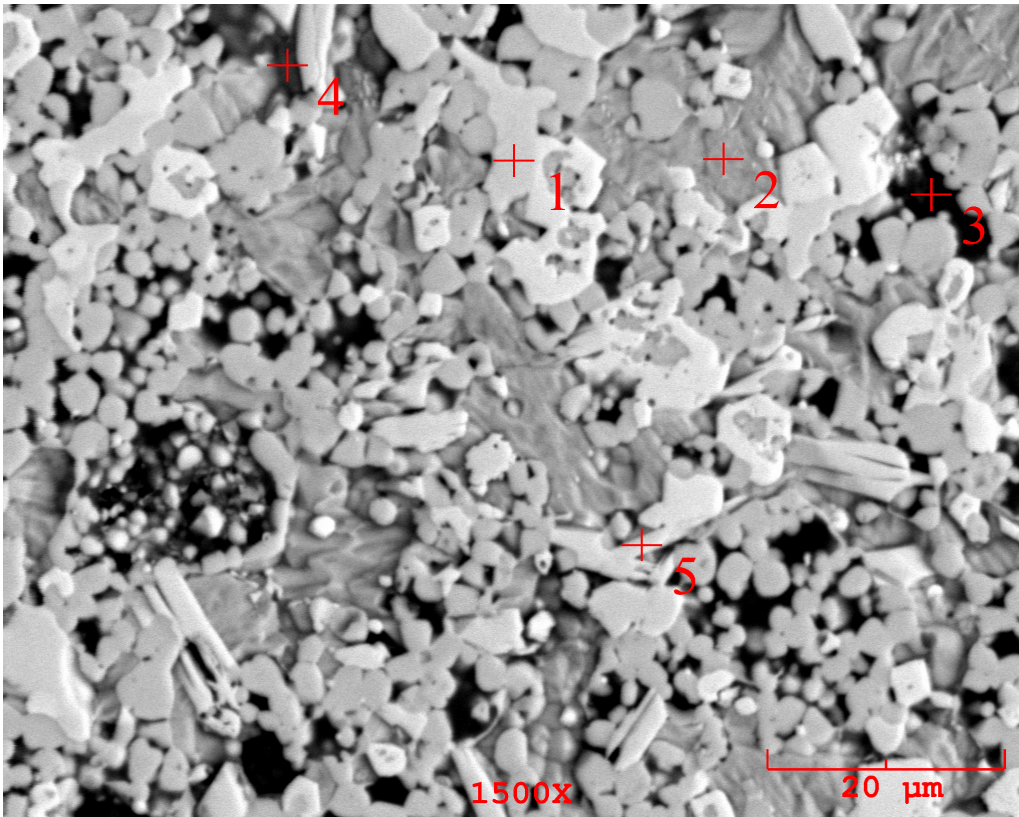


(g)

Şekil 6.29. (Devam)

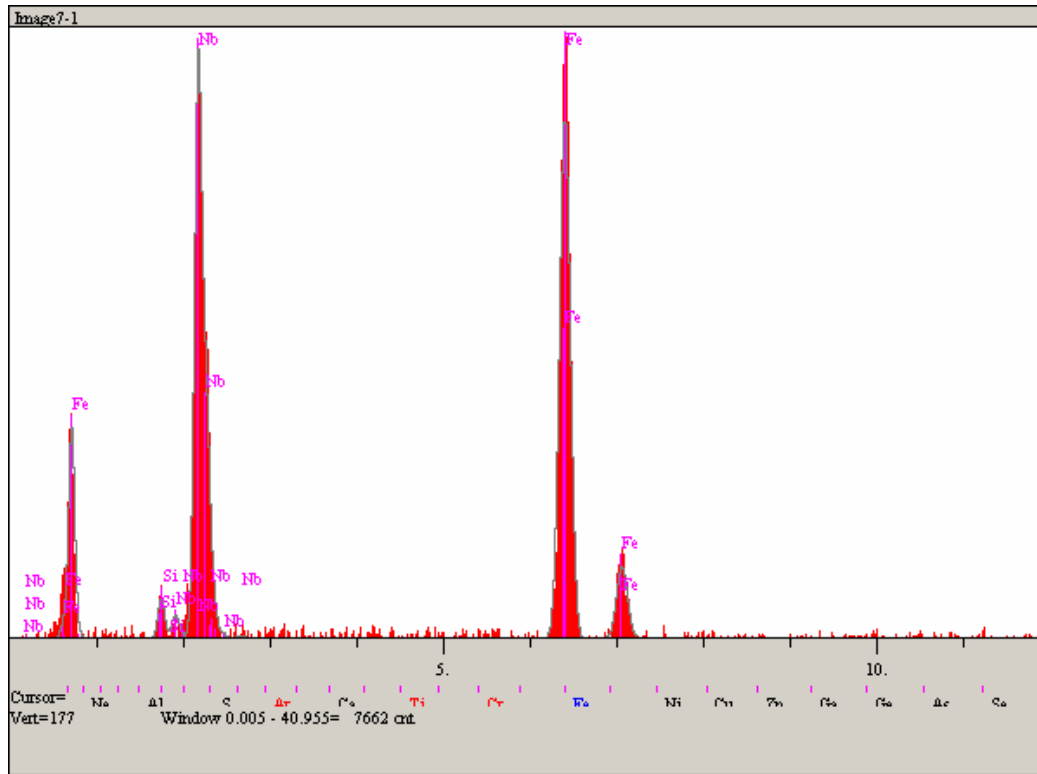


(a)

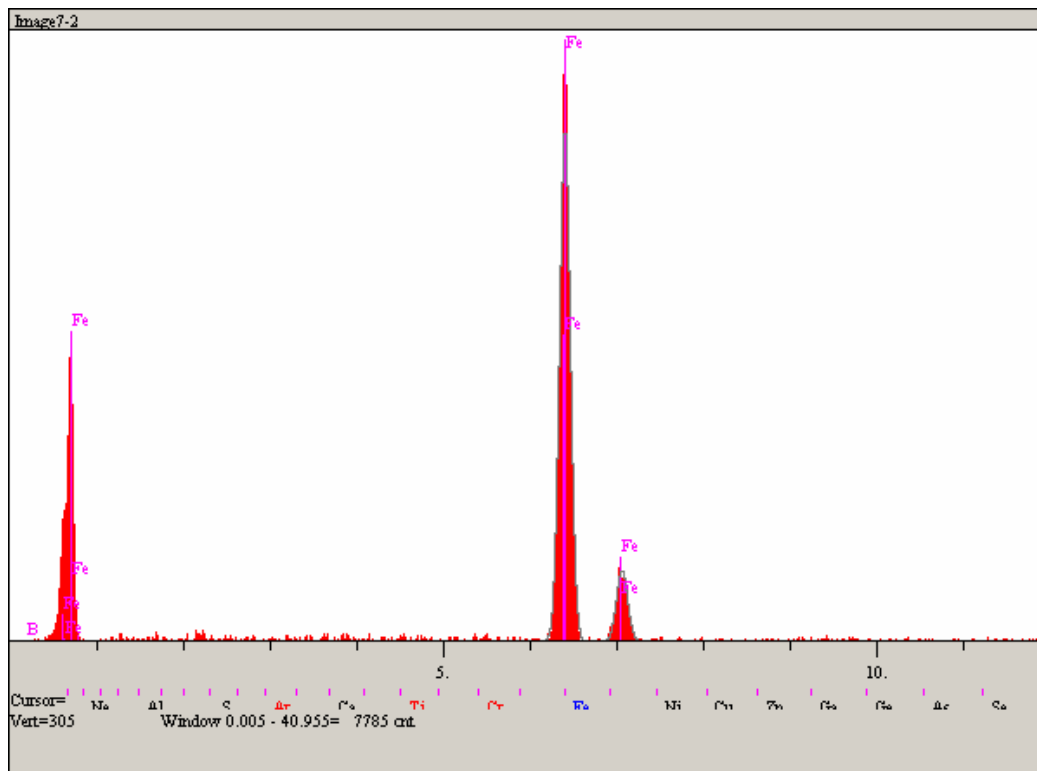


(b)

Şekil 6.30. K3 bileşiminde 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a), (b) SEM görüntüsü ve (c-g)EDS analizleri

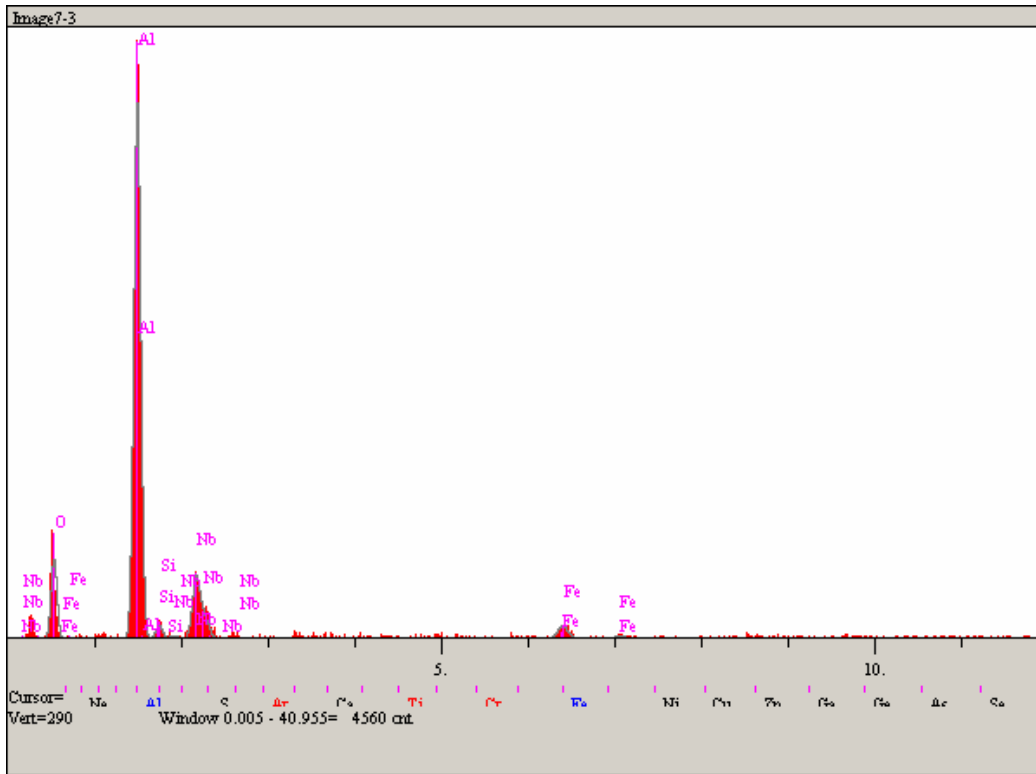


(c)

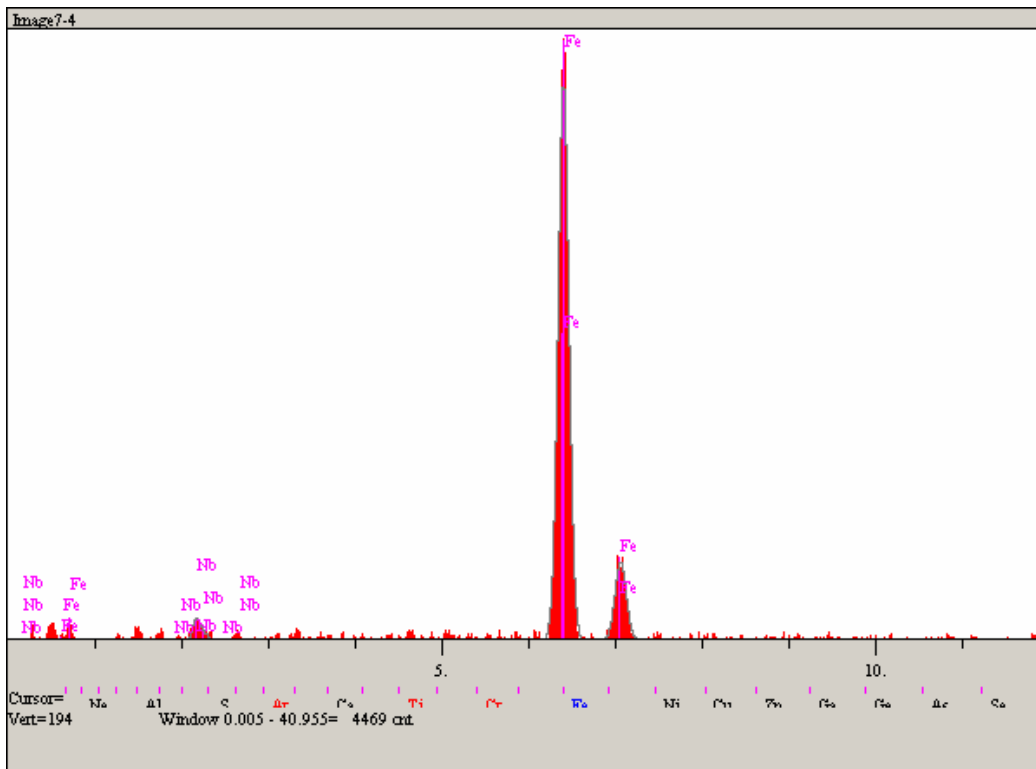


(d)

Şekil 6.30. (Devam)

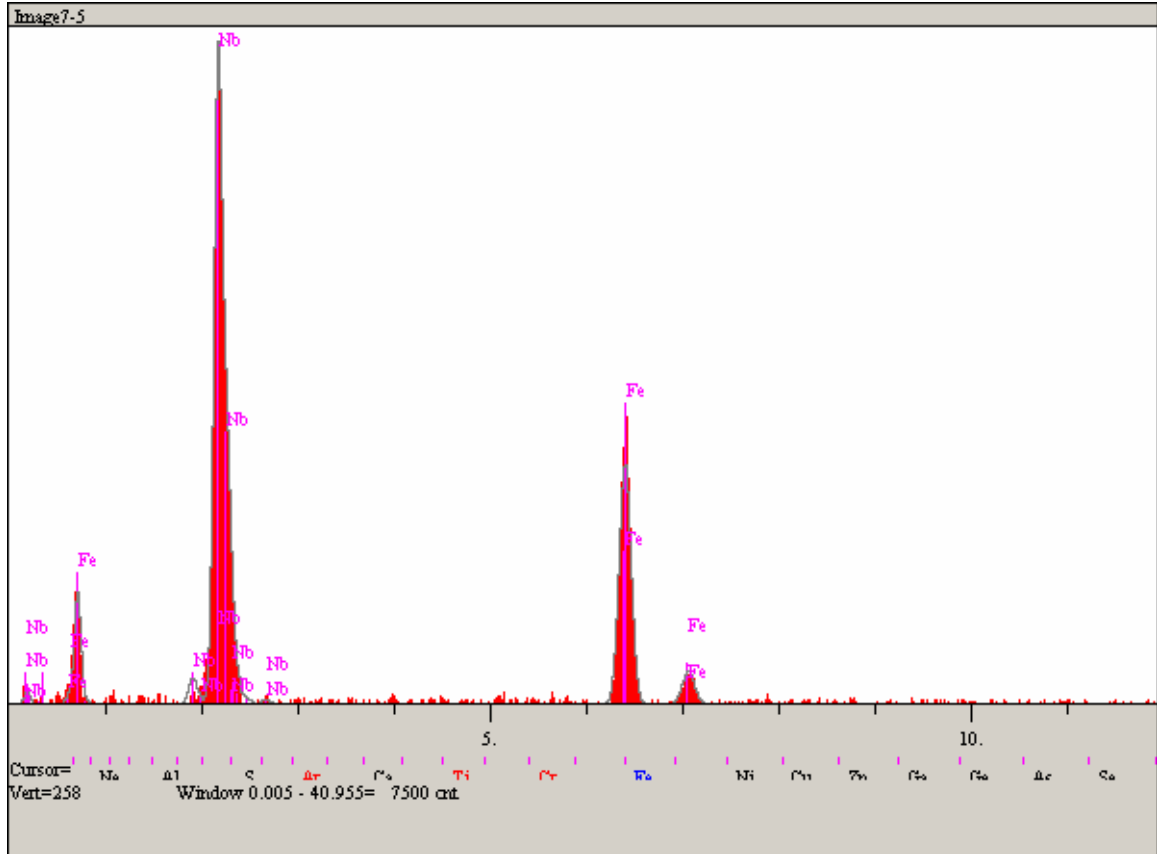


(e)



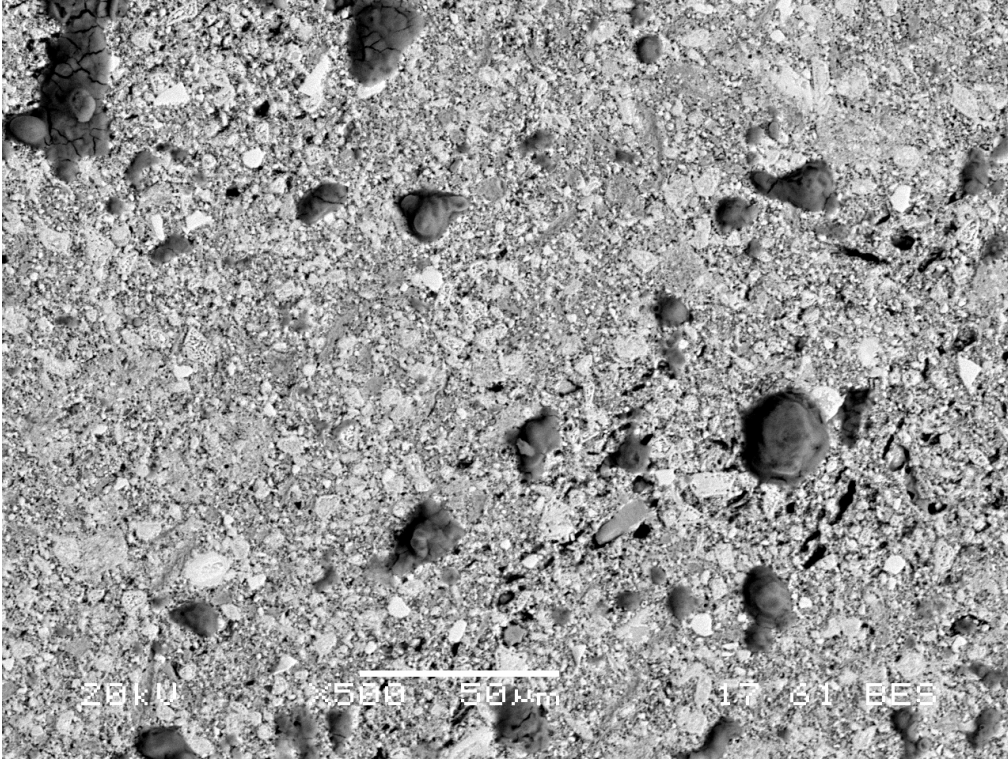
(f)

Şekil 6.30. (Devam)

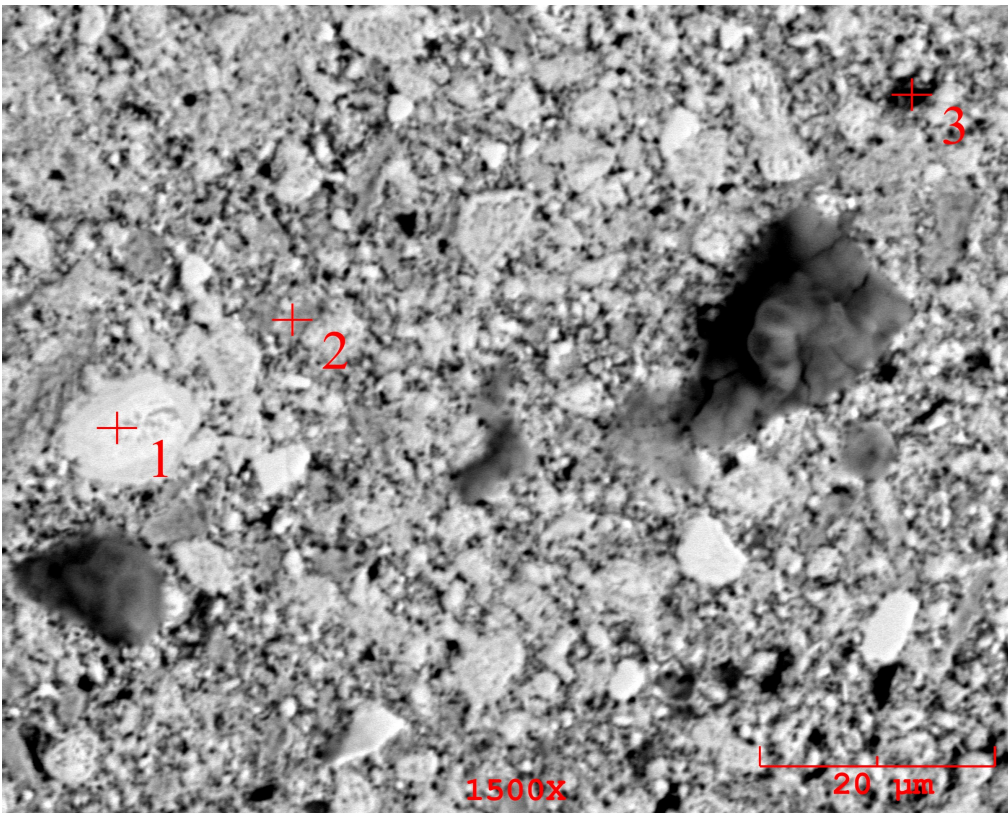


(g)

Şekil 6.30. (Devam)

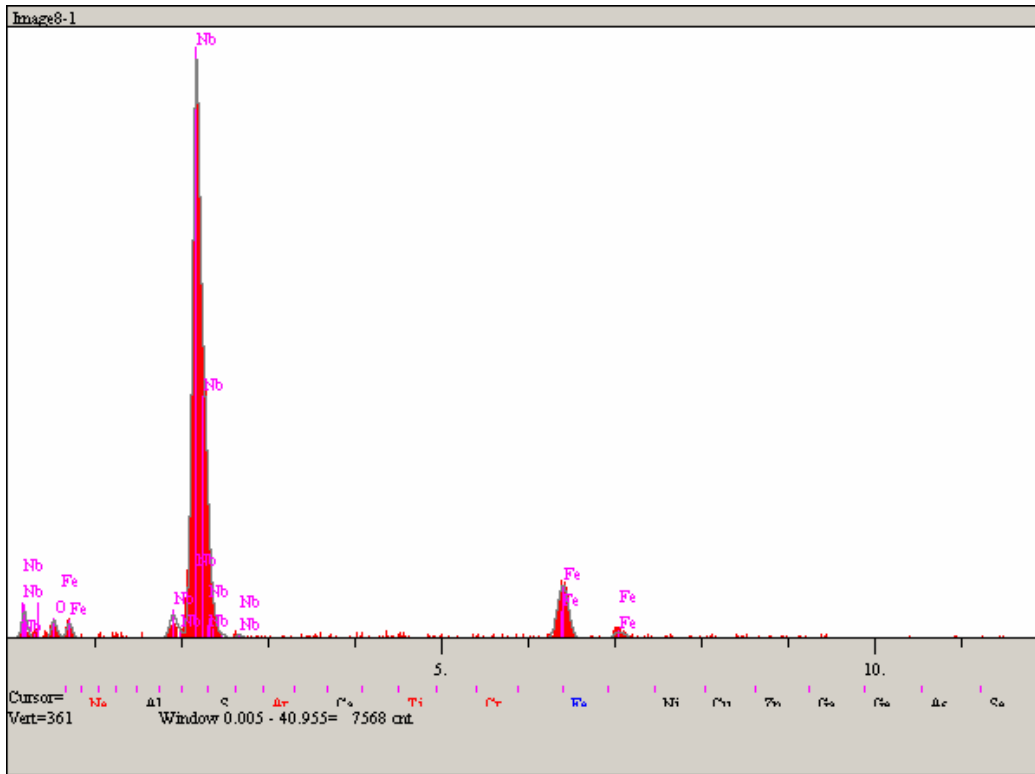


(a)

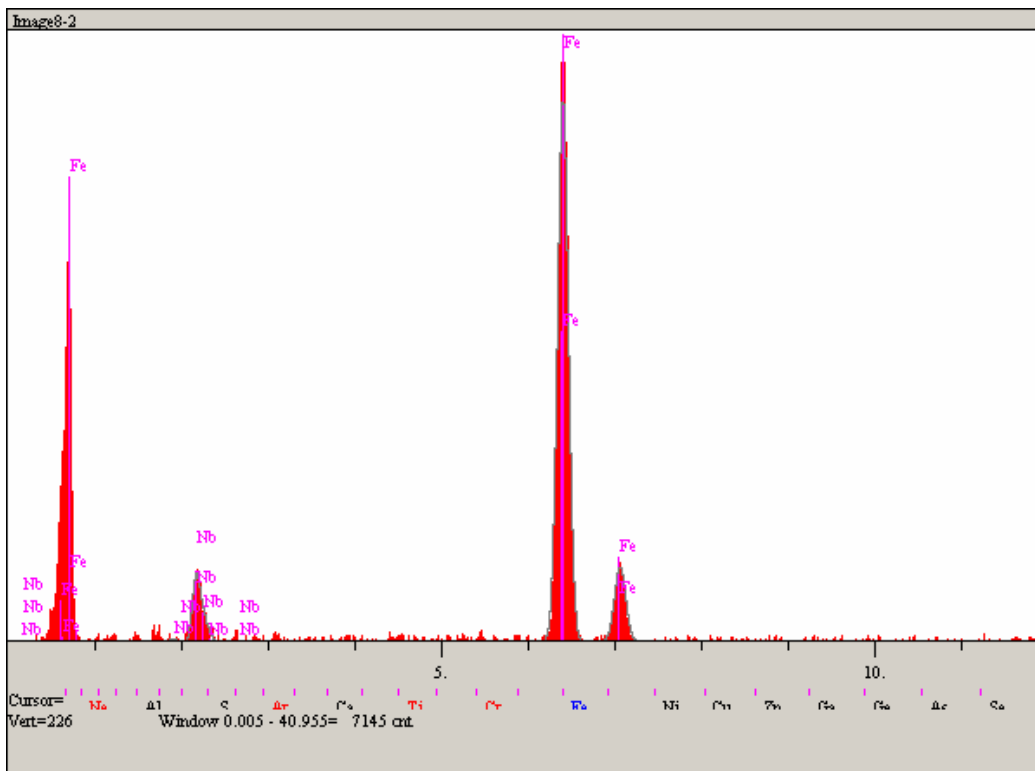


(b)

Şekil 6.31. K2 bileşiminde iki yönlü basınç altında 1050°C’de 60 dakika süreyle sinterlenen numunelerin (a), (b) SEM görüntüsü ve(c-e) EDS analiz sonuçları

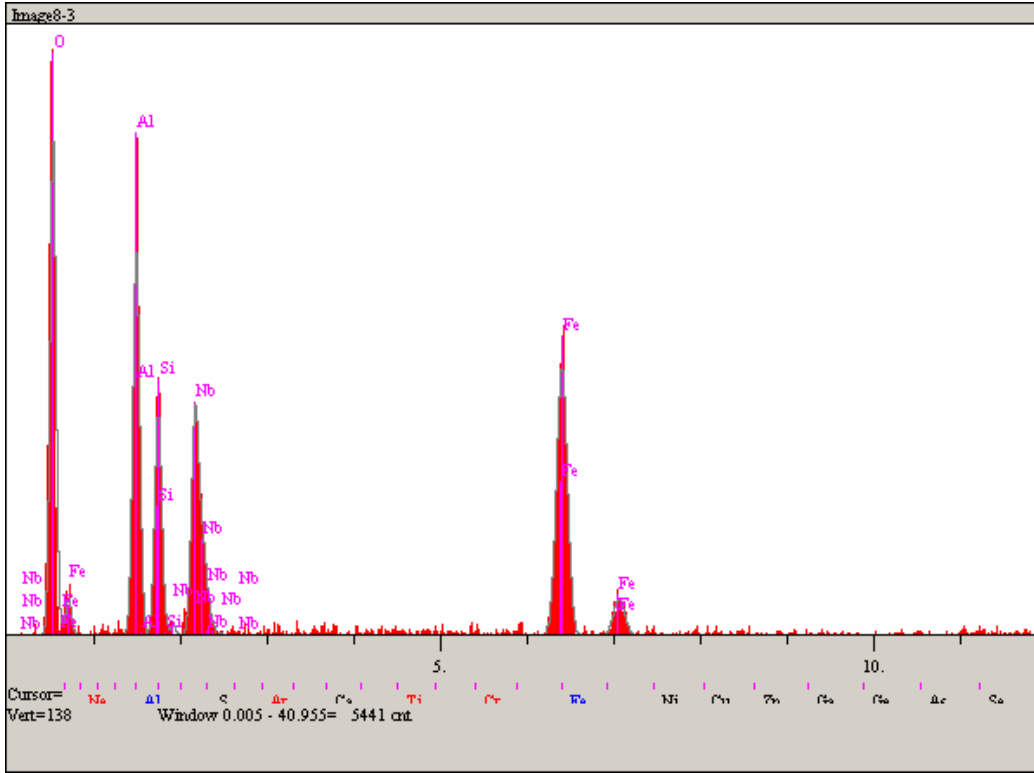


(c)



(d)

Şekil 6.31. (Devam)

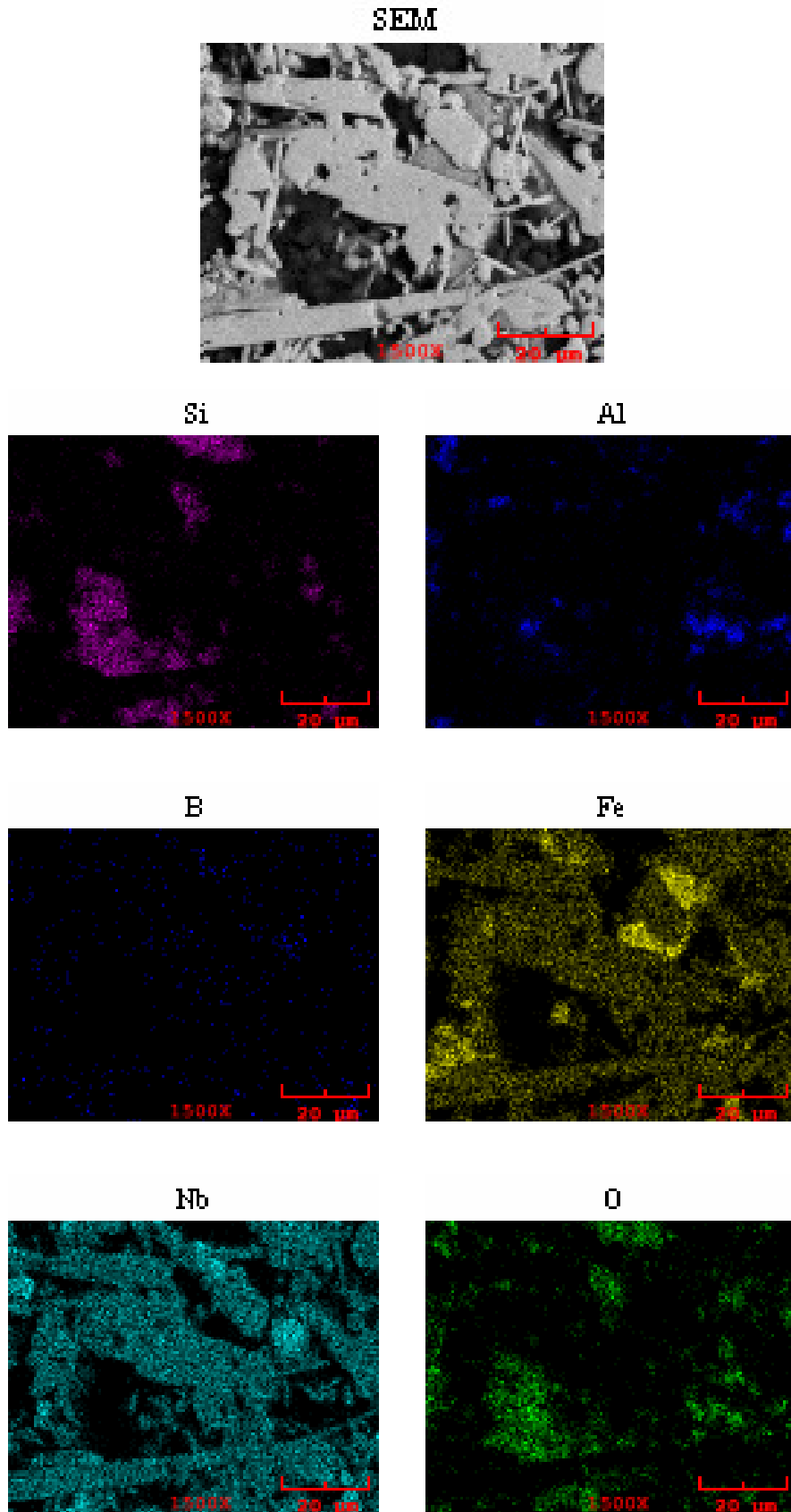


(e)

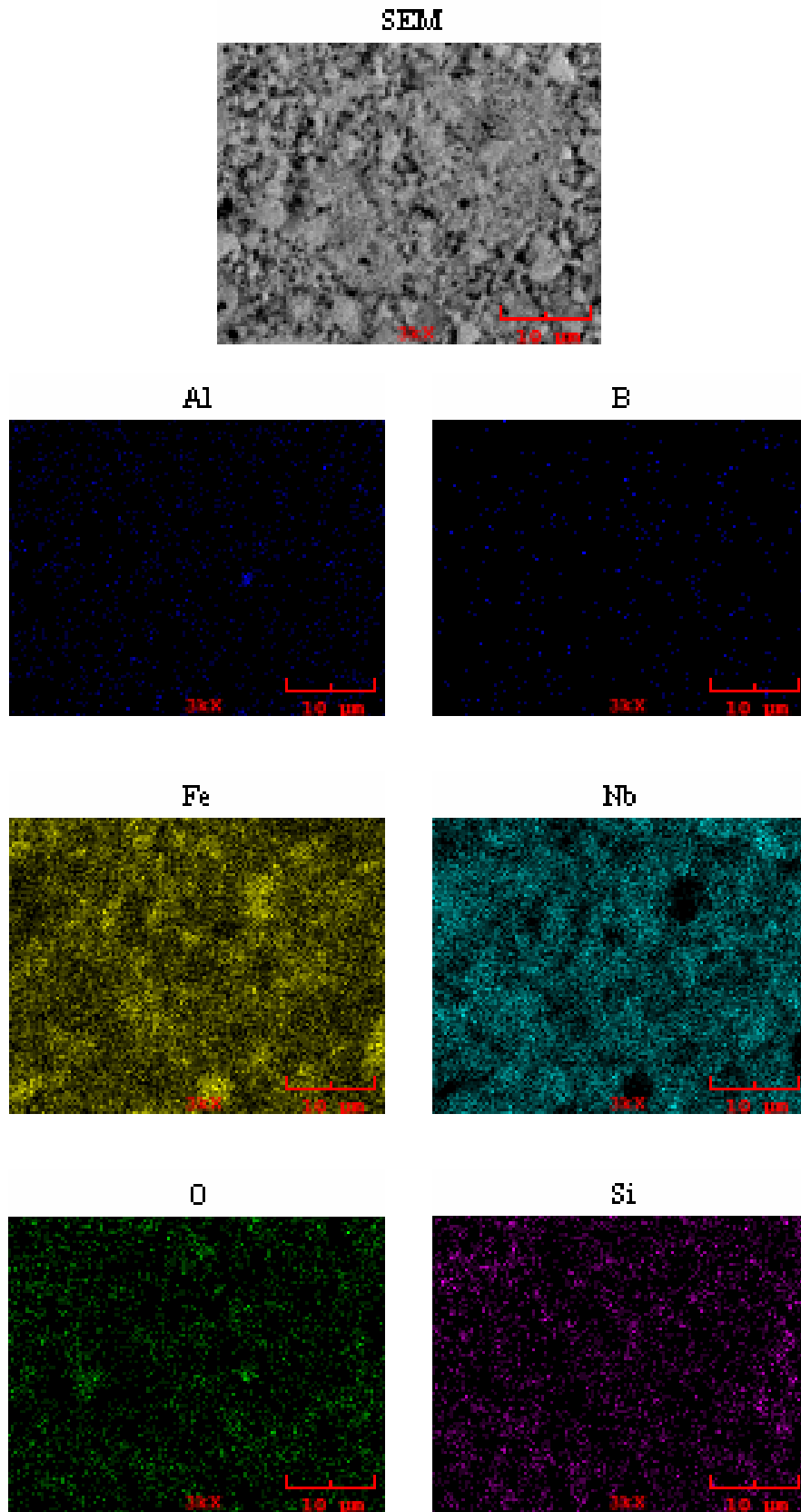
Şekil 6.31. (Devam)

Şekil 6.32.'de 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenen K1 numunesinin noktasal analiz yapılan bölgede elementlerin dağılımını gösteren x-ışını haritası görülmektedir. Haritalarda elementlerin dağılımları EDS analizleri ile ilgili ifade edilen irdelemeleri doğrulamaktadır.

Şekil 6.33'de K2 numunesinin iki yönlü basınç altında 1050°C'de 60 dakika süreyle sinterlenen numunenin noktasal analiz yapılan bölgede elementlerin dağılımını gösteren x-ışını haritası görülmektedir. Elementlerin dağılımları EDS analizleri ile uyum göstermektedir.



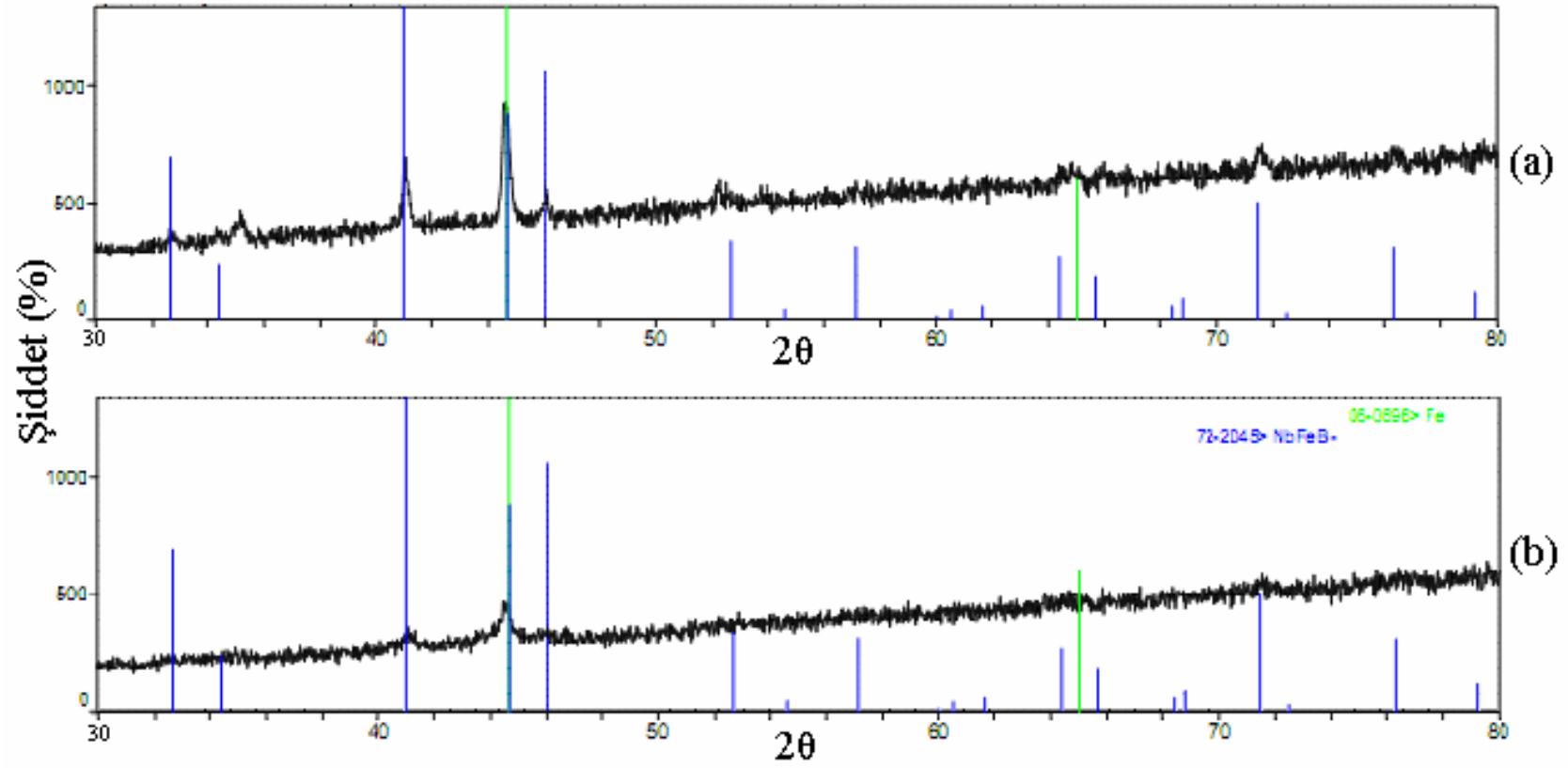
Şekil 6.32. 1350 °C'de 120 dakika süreyle sinterlenen K1 numunesinin noktasal analiz yapılan bölgede elementlerin dağılımını gösteren x-ışını haritası



Şekil 6.33. K2 numunesinin iki yönlü basınç altında 1050°C'de 60 dakika süreyle sintirlene numunenin noktasal analiz yapılan bölgede elementlerin dağılımını gösteren x- ışını haritası

6.4.2. Kompozit malzemelerin faz analizleri

Optimum şart olarak belirlenen ve ara bir bileşim olan K2 numunesinin X-ışınları difraksiyon analizi neticesinde ana bileşenlerden bir tanesi NbFeB fazı, diğeri ise demirdir (Şekil 6.34-a). Muhtemelen beyaz renkte görülen yapılar EDS analizlerinde Nb-Fe-B elementlerini içermesi sebebiyle NbFeB fazıdır. Ayrıca beyaz renkli yapıların (borürlerin) arasında yer alan gri renkteki bölge ağırlıklı olarak EDS analizlerinde demir piki vermekte idi ve faz analizinde de elde edilerek varsayımlar güçlenmiştir. Aynı şekilde 1050°C’ de 60 dakika süreyle iki yönlü basınçla sinterlenerek üretilen numunenin faz analizinde NbFeB fazının varlığı belirlenmiş ancak oluşan faz pikleri diğeri sinterleme şartına nazaran daha az miktarda ve daha düşük şiddetlerde kendini göstermiştir (Şekil 6.34-b).



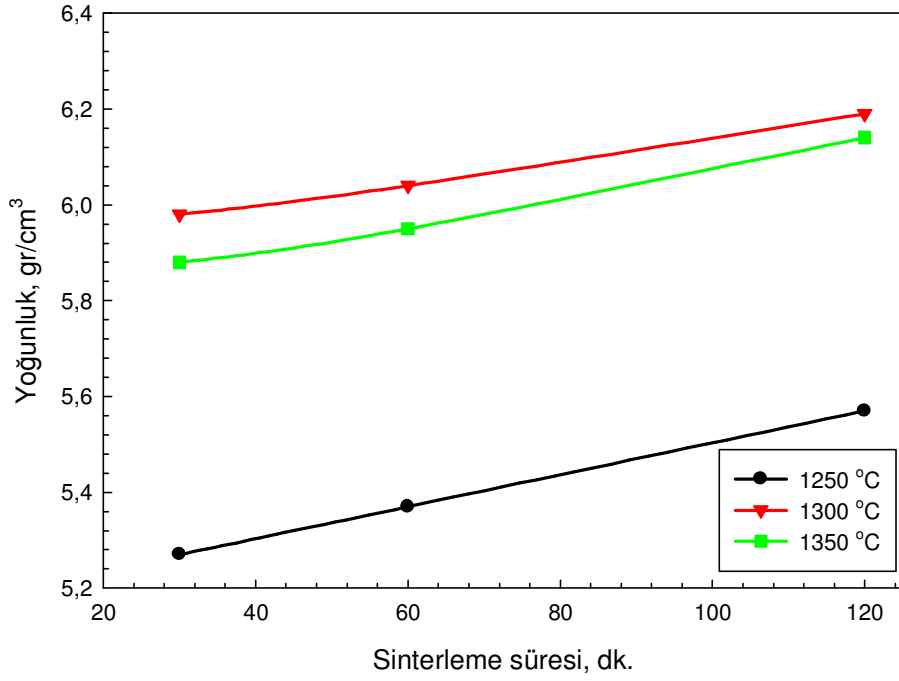
Şekil 6.34. K₂ bileşimindeki numunenin (a) 1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenen, (b) 1050°C’ de 60 dakika süreyle iki yönlü basınçla sinterleme sonrası XRD paternleri

6.4.3. Kompozit malzemelerin yoğunlukları

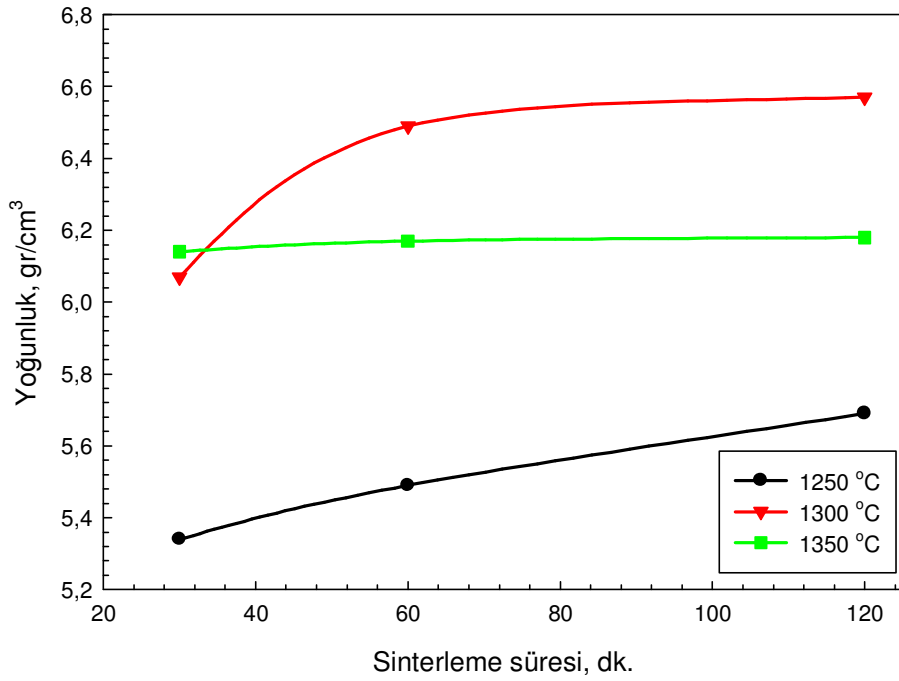
Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen K1, K2 ve K3 bileşiminde üretilen kompozit malzemelerin yoğunlukları Archimet prensibine göre ölçülerek elde edilen değerler Tablo 6.3'de verilmiştir. Elde edilen yoğunluk değerlerinin sinterleme süresinin artışına bağlı olarak arttığı görülmektedir (Şekil 6.35-6.40). Sinterleme sıcaklığının artışına bağlı olarak yoğunluk değişimi artmakla birlikte en yüksek yoğunluk değerleri 1300°C'de elde edilmiştir. Ancak kompozit malzemenin bileşimi değiştiğinde, 1250 ve 1300°C'de en yüksek yoğunluğa bor bileşiminin en düşük olduğu K3 bileşiminde 1350°C'de ise K2 bileşiminde ulaşılmıştır. Bor bileşiminin düşmesiyle yoğunluktaki bu düşüşe mikroyapıda da gözlemlenen camsı fazın artışının yol açtığı düşünülmektedir. 1350°C'de sıvı fazın oluşmaya başladığı ve bu fazın muhtemel poroziteleri doldurmuş olabileceği ihtimali düşünülmektedir.

Tablo 6.3. Kompozit malzemelerin yoğunlukları

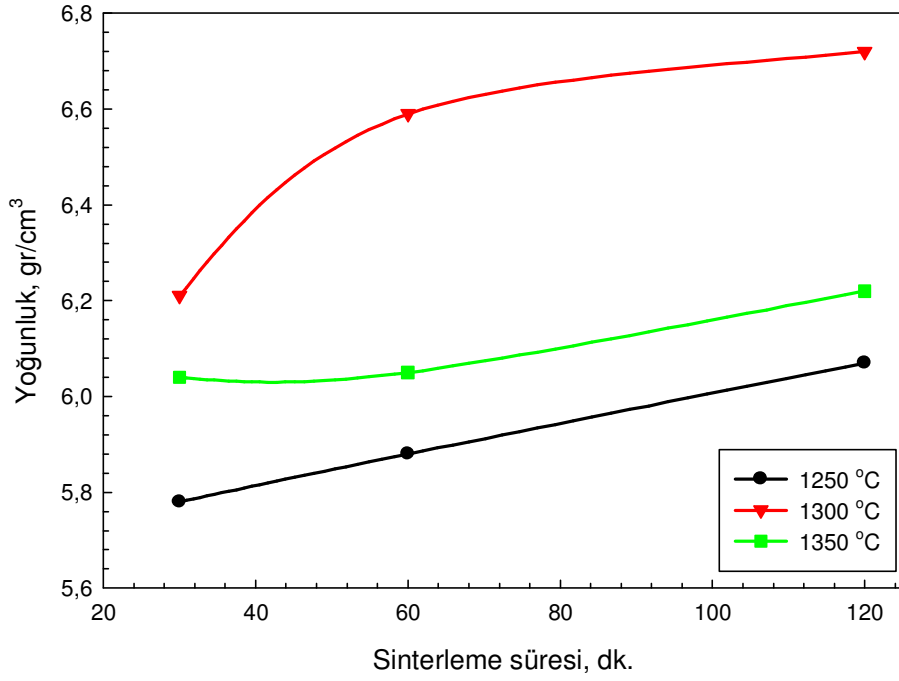
Kompozit Malzeme	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (dk)	Ölçülen Yoğunluk (gr/cm ³)
K1	1250	30	5.27
		60	5.37
		120	5.57
	1300	30	5.98
		60	6.04
		120	6.19
	1350	30	5.88
		60	5.95
		120	6.14
	1400	120	5.81
K2	1250	30	5.34
		60	5.49
		120	5.69
	1300	30	6.07
		60	6.49
		120	6.57
	1350	30	6.14
		60	6.17
		120	6.18
	1400	120	6.22
K2 İki Yönlü Basınç	1000	120	6.18
	1050	60	6.07
K3	1250	30	5.78
		60	5.88
		120	6.07
	1300	30	6.21
		60	6.59
		120	6.72
	1350	30	6.04
		60	6.05
		120	6.22
	1400	120	6.27



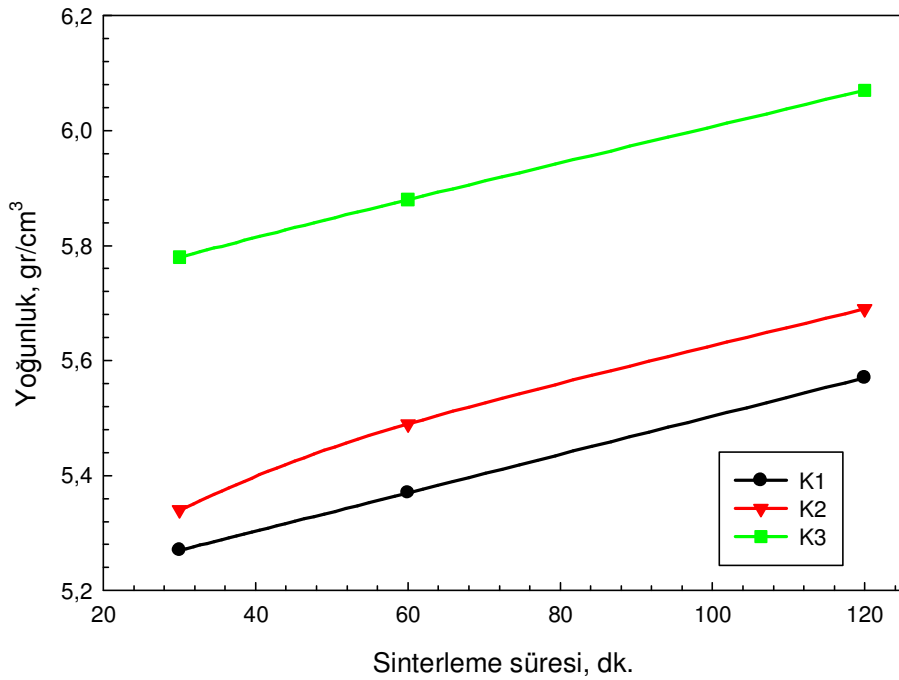
Şekil 6.35. K1 bileşimine sahip numunenin farklı sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi



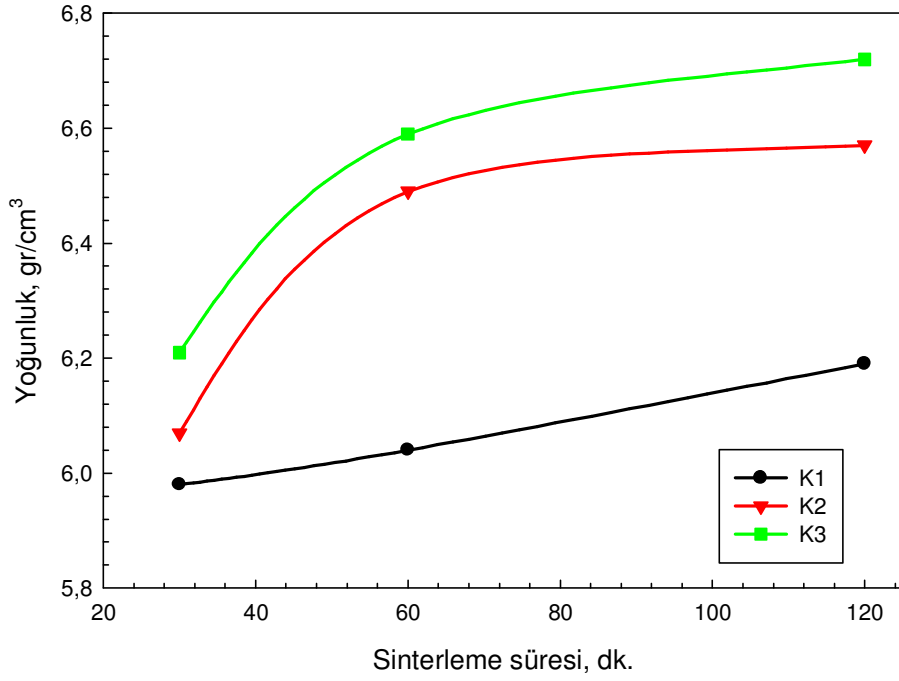
Şekil 6.36. K2 bileşimine sahip numunenin farklı sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi



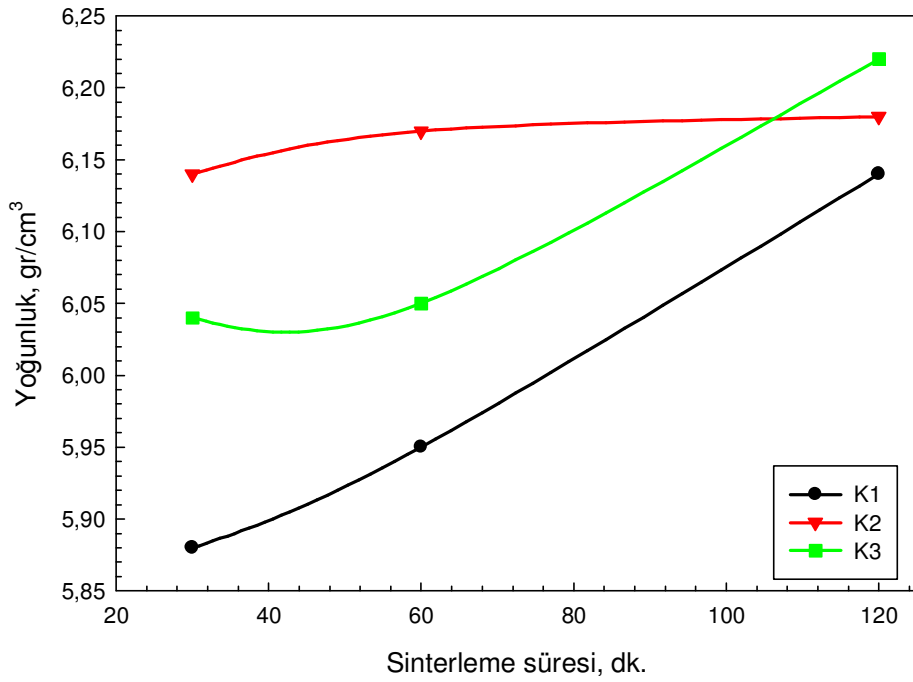
Şekil 6.37. K3 bileşimine sahip numunenin farklı sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi



Şekil 6.38. 1250°C'de sinterlenen numunelerin bileşime ve sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi



Şekil 6.39. 1300°C’de sinterlenen numunelerin bileşime ve sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi



Şekil 6.40. 1350°C’de sinterlenen numunelerin bileşime ve sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi

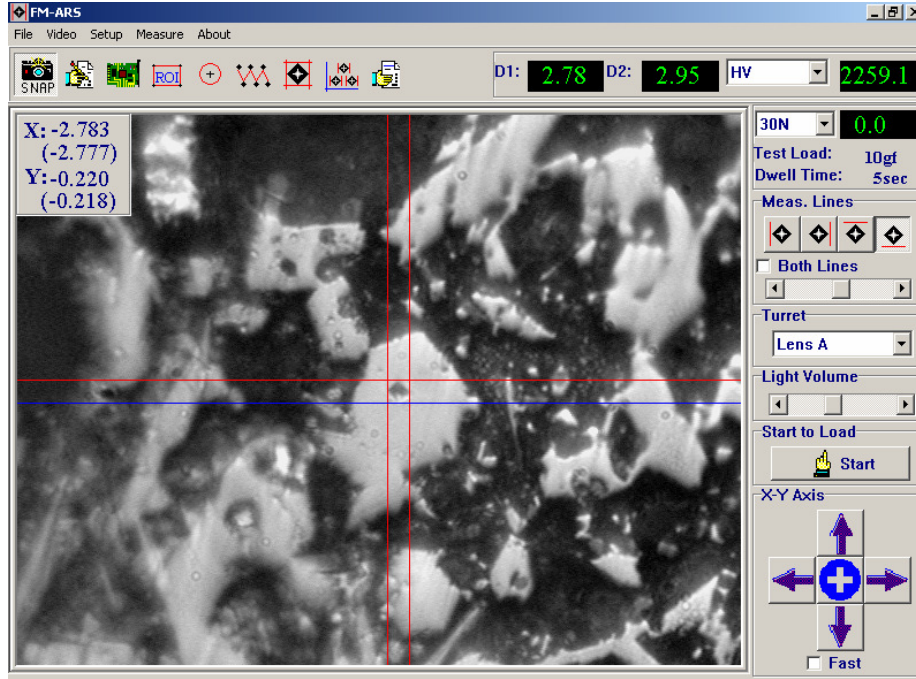
6.4.4. Kompozit malzemelerin sertlikleri

1250, 1300, 1350 ve 1400°C'de 30-120 dakika süreyle sinterlenerek üretilen numunelerin mikro yapısında var olan beyaz renkli borür fazlarının sertlik değerleri $1172 \pm 95 \text{ HV}_{0,001}$ ile $2681 \pm 128 \text{ HV}_{0,001}$ arasında değişim gösterirken bu bölgeler arasında yer alan gri renkte bölgelerde $183 \pm 32 \text{ HV}_{0,001}$ ile $242 \pm 90 \text{ HV}_{0,001}$ arasında değişim göstermektedir. Siyah bölgeden yapılan sertlik incelemeleri sonucunda ise sertlik değerlerinin yaklaşık $322 \pm 157 \text{ HV}_{0,001}$ ile $685 \pm 71 \text{ HV}_{0,001}$ arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Sertlik incelemeleri sonucunda demir olarak değerlendirilen gri bölgeler içerisinde dağılım gösteren borür fazlarının sertliğinin yaklaşık 11 kat daha fazla olduğu görülmüştür. Bu fazlar sayesinde kompozit yapının aşınma direnci konusunda beklentilerimiz yükselmiştir. Tablo 6.4'te beyaz renkte gözlenen fazların bileşim, sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak belirlenen sertlik değerleri, Şekil 6.41-6.43'de ise fazlar üzerinden ölçülen mikrosertlik izlerinin ve ölçüm değerlerinin görüntüleri yer almaktadır.

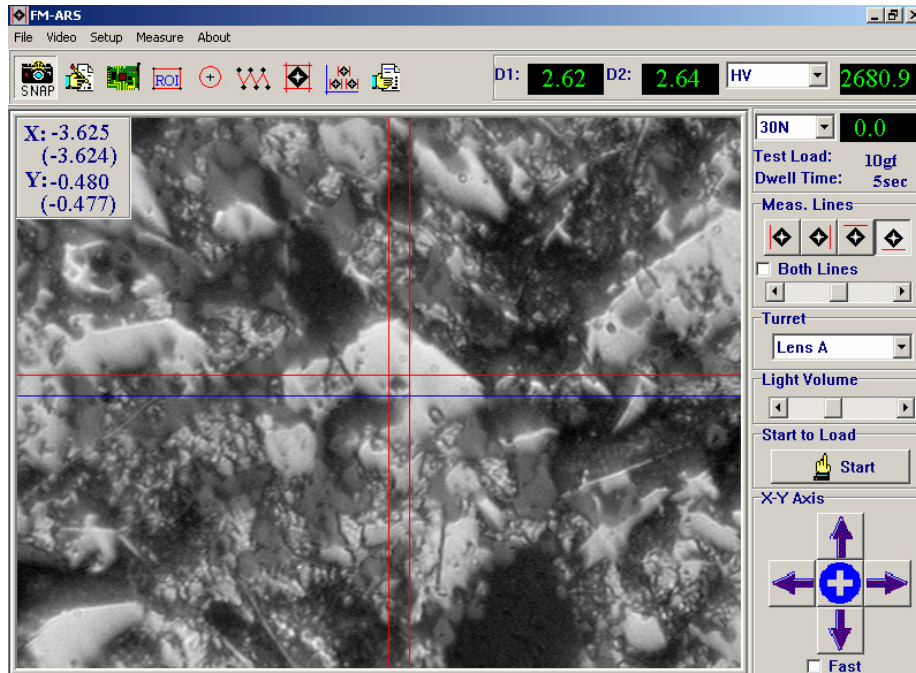
İki yönlü basınçta 1050°C sıcaklıkta sinterlenerek üretilen numunelerde borür tabakalarının sertliği $1950 \pm 157 \text{ HV}_{0,001}$ ve gri bölgelerin sertliği ise $265 \pm 203 \text{ HV}_{0,001}$ olarak belirlenmiştir. Bunun sebebi muhtemelen, sıcak presle yapılan işlemde matrikste dağılım gösteren borür fazlarının küçük boyutlu ve sık olarak dağılım göstermesidir. Bunun yanında siyah renkli camsı faz çok daha küçük boyutlu ve daha az olacak şekilde matriks içerisinde dağılım göstermiştir. Üretilen kompozitte yapı görünüş itibarı ile daha yoğun ve kompakt olarak gerçekleşmiştir. Aynı şekilde 1000°C sıcaklıkta sinterlenerek üretilen numunelerde beyaz bölgelerin sertlikleri $2100 \pm 378 \text{ HV}_{0,001}$ ve gri bölgelerin sertliği ise $291 \pm 196 \text{ HV}_{0,001}$ olarak tespit edilmiştir. Şekil 6.44'de iki yönlü basınçla üretilen numuneler üzerinde ölçülen mikrosertlik izlerinin ve ölçüm değerlerinin görüntüsü yer almaktadır.

Tablo 6.4. Kompozit malzemelerde NbFeB fazlarının sertlik deęerleri

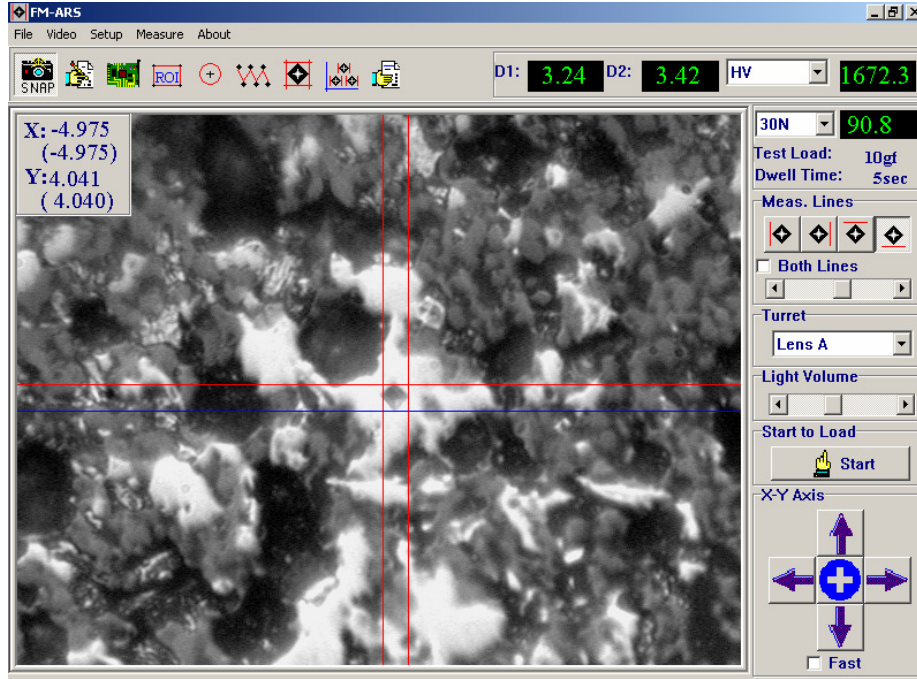
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kompozit Malzeme	Mikrosertlik Deęerleri (HV _{0.001})		
		Sinterleme Süresi (dk)		
		30	60	120
1250	K1	1583 ±152	1741 ±149	2122 ±366
	K2	1730 ±289	1764 ±338	1783 ±346
	K3	1473 ±162	2053 ±423	1815 ±103
1300	K1	2453 ±101	1468 ±113	2305 ±416
	K2	1887 ±67	2097 ±229	1915 ±323
	K3	1855 ±251	1706 ±233	1582 ±298
1350	K1	1992 ±263	2573 ±462	2224 ±177
	K2	1230 ±239	2162 ±281	2681 ±128
	K3	861 ±81	1492 ±162	1843 ±361
1400	K1	±	±	1822 ±193
	K2	±	±	2297 ±222
	K3	±	±	1172 ±95
1050 İki Yönlü Basınç	K2	±	1950 ±157	±
1000 İki Yönlü Basınç	K2	±	±	2100 ±378



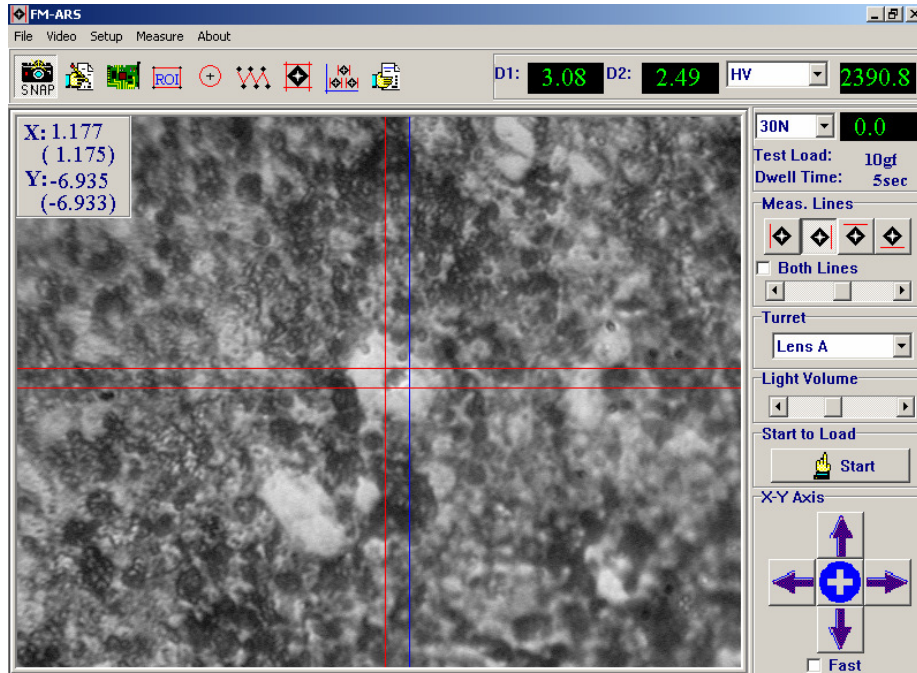
Şekil 6.41. 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenmiş K1 bileşimine sahip numunenin mikrosertlik ölçümü



Şekil 6.42. 1350°C'de 120 dakika süreyle sinterlenmiş K2 bileşimine sahip numunenin mikrosertlik ölçümü



Şekil 6.43. 1350°C’de 120 dakika süreyle sinterlenmiş K3 bileşimine sahip numunenin mikrosertlik ölçümü



Şekil 6.44. 1000°C’de 120 dakika süreyle iki yönlü basınç altında sinterlenen K2 bileşimindeki numunenin mikrosertlik ölçümü

BÖLÜM 7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Deneysel çalışmalarda; ferro-bor, ferro-niyobyum ve saf demir tozları kullanmak suretiyle Fe-Nb-B esaslı kompozit malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Ferro-bor, ferro-niyobyum ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak MA işlemine tabi tutulan tozların faz analizleri, yoğunluk ölçümleri, SEM ve EDS analizleri yapılmıştır. Şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen malzemelerin optik mikroskopta mikroyapı incelemeleri, faz analizleri, SEM ve EDS analizleri, yoğunluk ölçümleri ve sertlik ölçümleri de yapılarak çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

7.1. Sonuçlar

Deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda sıralanmıştır.

- 1250°C’de üretilen numunelerin mikroyapıları incelendiğinde beyaz renkli borür fazlarının kısmi olarak oluştuğu ve oluşan bu fazların boyutlarının küçük olduğu ve bununla birlikte yapının küçük fakat çok sayıda boşluklar içerdiği saptanmıştır. Makro seviyede gözle yapılan incelemede kompakt görülmesine rağmen mikro seviyede incelemelerde (optik ve SEM incelemelerinde) üretilen numunelerin sinterlemesinin yeterli olmadığı saptanmıştır.
- 1300 ve 1350°C sıcaklıklarda elde edilen numunelerin mikroyapı incelemelerinde sürenin artışına bağlı olarak beyaz renkte gözlenen ve borür fazı olduğu düşünülen alanların genişlediği ve oluşan borür fazlarının sıcaklık ve sürenin artışına bağlı olarak büyüdüğü saptanmıştır.

- Elde edilen numunelerde özellikle 1350°C ve 120 dk süreyle sinterlenen numunelerde borür fazlarının çubuksu şekil aldığı da tespit edilmiştir.
- 1400°C sıcaklıkta üretilen numunelerin makro (gözle) incelemelerinde K3 bileşimindeki numune bütünlüğünü koruyamamış, deformasyona uğramış ve yüzeyinde kabarcıklar oluşmuştur.
- 1400°C’de üretilen numunelerde borür fazları 1300 ve 1350°C’de üretilen numunelere göre daha büyük (yaklaşık 4-5 kat) borür fazlarını oluşturmuştur. Ayrıca oluşan camsı fazların boyutu artmıştır.
- Mikroyapı incelemeleri bileşim değişimi açısından ele alındığında, bileşimde yer alan bor miktarı arttıkça beyaz renkli borür fazlarının miktarının arttığı ve boyutunun küçüldüğü belirlenmiştir. Bununla birlikte mikroyapıda siyah renkli görülen oksit esaslı bölgelerin bor miktarının artışıyla azaldığı tespit edilmiştir.
- İki yönlü presleme işlemi ile üretilmiş numunelerde geneleksel toz metalurjisi ile üretilen numunelere göre çok daha düşük sıcaklıklarda beyaz renkli borür fazlarının varlığı tesbit edilebilmiştir. Bu numunelerde camsı faz ya da oksit esaslı siyah renkli bölgeler çok küçük boyutlarda homojen dağılmış bir yapı sergilemektedir.
- İki yönlü presleme işlemi ile üretilmiş numunelerde edilen borür fazlarının miktarı geleneksel yöntemlere göre çok daha az ve ince yapılıdır.
- Bileşim değişimine bağlı olarak bor miktarı azaldıkça Nb-Fe-B esaslı beyaz bölgelerin çubuksu yapıdan ziyade taneli şekilde oluştuğu tespit edilmiştir.
- SEM incelemelerinde gri renkli bölgelerin Fe esaslı olduğu belirlenmiştir. Siyah renkte olan bölgelerin Si-Al-O elementlerini içerdiği ve cam esaslı bir yapı olduğu düşünülmektedir.

- Sinterlenmiş numunelerde görülen fazlara ait EDS analizleri ile sıcak preste görülen EDS analizleri benzer sonuçlar vermiştir. Ancak elde edilen mikroyapı çok daha ince, homojen dağılımlı ve kompakt bir yapı sergilemektedir.
- K2 numunesinin x-ışınları difraksiyon analizi neticesinde ana bileşenlerden bir tanesi NbFeB fazı, diğeri ise demir olduğu belirlenmiştir.
- 1050°C' de 60 dakika süreyle iki yönlü basınçla sinterlenerek üretilen numunenin faz analizinde NbFeB fazının varlığı belirlenmiş ancak oluşan faz pikleri diğ er sinterleme şartına nazaran daha az miktarda ve daha düşük şiddetlerde kendini göstermiştir.
- Sinterleme sıcaklığının artışına bağlı olarak yoğunluk değişimi artmakla birlikte en yüksek yoğunluk değerleri 1300°C' de elde edilmiştir.
- 1250, 1300, 1350 ve 1400°C' de 30-120 dakika süreyle sinterlenerek üretilen numunelerin mikro yapısında var olan beyaz renkli borür fazlarının sertlik değerleri $1172 \pm 95 \text{ HV}_{0,001}$ ile $2681 \pm 128 \text{ HV}_{0,001}$ arasında değişim gösterirken bu bölgeler arasında yer alan gri renkte bölgelerde $183 \pm 32 \text{ HV}_{0,001}$ ile $242 \pm 90 \text{ HV}_{0,001}$ arasında değişim göstermektedir.
- İki yönlü basınçta 1050°C sıcaklıkta sinterlenerek üretilen numunelerde borür tabakalarının sertliği $1950 \pm 157 \text{ HV}_{0,001}$ ve gri bölgelerin sertliği ise $265 \pm 203 \text{ HV}_{0,001}$ olarak belirlenmiştir. Aynı şekilde 1000°C sıcaklıkta sinterlenerek üretilen numunelerde beyaz bölgelerin sertlikleri $2100 \pm 378 \text{ HV}_{0,001}$ ve gri bölgelerin sertliği ise $291 \pm 196 \text{ HV}_{0,001}$ olarak tespit edilmiştir.
- Mekanik özellikler öncelikle düşünüldüğü taktirde 1350°C' de 120 dakika süreyle sinterlenen malzemelerde tüm analiz ve testler açısından oldukça iyi özelliklere ulaşılmıştır.

7.2. Öneriler

- Farklı bileşimler kullanılarak yapılacak çalışmalar çeşitlendirilebilir.
- Üretilen numunelerin aşınma özelliklerinin, korozyon ve oksidasyon dirençlerinin incelenmesi faydalı olacaktır.
- İki yönlü yönlü basınç altında sinterlenen malzemeler için daha yüksek sıcaklıklarda ve sürelerde çalışmalar yapılmasında fayda vardır.

KAYNAKLAR

- [1] LICHERIA, R., ORRU, R., CAO, G., CRIPPAC, A., SCHOLZC, R., “Self-propagating Combustion Synthesis and Plasma Spraying Deposition of TiC–Fe Powders”, *Ceramics International*, 29 (2003) 519-526.
- [2] CONTRERASA, L., TURRILLASB, X., MAS-GUINDALA, M.J., VAUGHANC, G.B.M., KVICKC, A., RODRIGUEZA, M.A., “Synchrotron Diffraction Studies of TiC/FeTi Cermets Obtained by SHS”, *Journal of Solid State Chemistry*, 178 (2005), 1595-1600.
- [3] ANAL, A., BANDYOPADHYAY, T.K., DAS, K., “Synthesis and Characterization of TiB₂-reinforced Iron-based Composites”, *Journal of Materials Processing Technology*, 172 (2006), 70–76.
- [4] KON, Ö., “Termo-reaktif Difüzyon(TRD) Yöntemiyle TiBCN Kaplanmış WC-Co Kesici Takımların ve Çeliklerin Aşınma Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006
- [5] ANGIN, M.H., “Ferro Bor Ön Fizibilite Etüdü”, Eti Holding, Ankara, 2003
- [6] LIZUMI, K., SEKIYA, C., OKADA, S., KUDOU, K., SHISHIDO, T., “Mechanochemically assisted preparation of NbB₂ powder”, *Journal of the European Ceramic Society* 26 (2006) 635–638
- [7] YEH, C.L., “Preparation of Niobium Borides NbB and NbB₂ by Self-propagating Combustion Synthesis”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 420, Issues 1-2 (2006), 111-116.
- [8] http://www.micronmetals.com/niobium_diboride.htm, Mayıs 2009
- [9] PAZARLIOĞLU, S.S., “Çeliklerin Niobyum Borür Kaplanması ve Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006
- [10] <http://www.turktoz.gazi.edu.tr/makale.htm>, Mayıs 2009
- [11] GÖKÇE, A., “Yapısal Uygulamalar İçin Alüminyum Esaslı Malzemelerin Toz Metalurjisi Kullanılarak Geliştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007

- [12] GERMAN, R.M., “Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri”, SARITAŞ, S., TÜRKER, M., DURLU, N., Türk Toz Metalurjisi Derneği, Ankara, 2007
- [13] BAKSAN, B., GÜRLER, R., “Toz Metalurjisinin Savunma Sanayiinde Uygulanması”, Osmangazi Üniversitesi, Metalurji Enstitüsü, Eskişehir, 2003
- [14] ULUTAŞ, A., “Değişik Oranlardaki Cu, FeCr ve FeMn Alaşımlarının Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006
- [15] KILINÇ, Y., “Demir Bazlı Süperalaşımların Mekanik Alaşımlama Metodu ile Üretilmesi ve Özelliklerinin Araştırılması”, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 1999
- [16] ÖZKAN, O.T., KINIKOĞLU, S., TAŞAR, M.S., “Seramik Hammaddelerine Uygulanan Kimyasal Analiz ve Fiziksel Test Metotları”, TÜBİTAK-MAM Proje Notları, s. 2, 1979.
- [17] ERGÜT, Ş., “Seyitömer Termik Santral Atık Uçucu Küllerinin Sinterleşme Karakterizasyonu”, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran 1994.
- [18] YILMAZ, Ş., “Volkanik Bazalt Kayaçlarından Cam-Seramik Malzeme Üretim Koşullarının Araştırılması Ve Özelliklerinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Temmuz 1997.
- [19] DEMİRKIRAN, A.Ş., “Porselen Üretiminde Kuvars Yerine Zeulit İlavesi Etkisinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006
- [20] YOSHITOMI, K., NAKAMA, Y., OHTANI, H., HASEBE, M., “Thermodynamic Analysis of the Fe–Nb–B Ternary System”, ISIJ International, Vol. 48 (2008), No. 6, pp. 835–844

ÖZGEÇMİŞ

Yasin YILMAZ, 30.07.1982 de Sakarya'da doğdu. İlköğrenimini Mehmet Akif Ersoy İlköğretim okulunda ve 21 Haziran İlköğretim okulunda tamamladı. Orta öğrenimini Sakarya Birinci End. Meslek Lisesinde yaptı. Önlisans öğrenimini Dumlupınar Üniversitesi, Osmaneli Meslek Yüksek Okulu, Kaynak Teknolojisi programında yaptı. 2007 yılında Sakarya Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi bölümünden mezun oldu. Halen Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü'nde yüksek lisans eğitimini sürdürmektedir.