

T.C.

AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**DEMİR ALAŞIMI PARÇALARIN TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Lutfulloi KAROMATULLOZODA

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZİRAN 2018

ANTALYA

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**DEMİR ALAŞIMI PARÇALARIN TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Lutfulloi KAROMATULLOZODA

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZİRAN 2018

ANTALYA

T.C.

AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DEMİR ALAŞIMI PARÇALARIN TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Lutfulloi KAROMATULLOZODA

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Bu tez Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi
tarafından FYL-2018-3636 nolu proje ile desteklenmiştir**

HAZİRAN 2018

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**DEMİR ALAŞIMI PARÇALARIN TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

LUTFULLOI KAROMATULLOZODA
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Bu tez/...../201..... tarihinde jüri tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Remzi VAROL

Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Doç. Dr. H. Erdem ÇAMURLU (Danışman)

ÖZET

DEMİR ALAŞIMI PARÇALARIN TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Lutfulloi KAROMATULLOZODA

Yüksek Lisans Tezi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. H. Erdem Çamurlu

Haziran 2018 80 sayfa

Bu çalışmada, toz metalurjisi ile Fe ve Fe-2Ni parçalar üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Fe ve Fe-2Ni tozları 0-120 dakika aralığında öğütülmüştür. Öğütelen tozlara soğuk pres ve ılık sıkıştırma uygulayarak ham parçalar üretilmiştir. Sinterleme işlemi argon atmosferinde 1120 °C’de 30 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmemiş ve sinterlenmiş olan parçalar 3 nokta eğme testi, sertlik ve yoğunluk ölçümleri ve mikroyapı incelemelerine tabi tutulmuştur.

Öğütme sonucunda tozların topaklanarak parçacık boyutunun büyüdüğü görülmüştür. Ilık sıkıştırma işlemi sonrasında, soğuk preslemeye kıyasla ham parçaların dayanım ve sertlik değerlerinde önemli artış sağlanmıştır. Soğuk presleme ile 40-60 HB10 aralığında olan sertlikler, ılık sıkıştırma ile 120-160 HB10 aralığına yükselmiştir. Ham dayanım değerleri ise 2-30 MPa aralığından, 40-180 MPa aralığına yükselmiştir. Ham ve sinterlenmiş parçaların yoğunluklarında ise % 2 daha artış sağlanmıştır. Artan öğütme süresi ile, ham ve sinterlenmiş parçaların sertlik ve dayanım değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. Ilık sıkıştırma uygulandığında bu düşüşün, soğuk preslenmiş numunelere kıyasla daha az olduğu görülmüştür. Optik mikroskop incelemelerinde, Ni partiküllerinin Fe içinde tam olarak çözünmediği, artan öğütme süresi ile nikelin genel olarak daha iyi dağıldığı anlaşılmıştır.

ANAHTAR KELİMELER: Toz metalürjisi, Demir alaşımı, Ilık sıkıştırma, Mekanik alaşımlama

JÜRİ: Prof. Dr. Remzi VAROL

Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Doç. Dr. H. Erdem ÇAMURLU

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF IRON ALLOY PRODUCED BY POWDER METALLURGY

Lutfulloi KAROMATULLOZODA

MSc Thesis in Mechanical Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. H. Erdem Çamurlu

June 2018 80 pages

In this study, Fe and Fe-2 Ni samples were produced by powder metallurgy and they were characterized. Fe and Fe-2 Ni powders were milled in 0-120 minutes range. Milled powders were compacted by cold pressing and warm compaction to produce green samples. Produced green samples were sintered under argon atmosphere at 1120°C for 30 minutes. Sintered and non-sintered samples were subjected to 3 point bending tests, hardness and density measurements, and microstructure examinations.

As a result of milling, it was seen that the particle size of powders increased by agglomeration. As compared to cold pressing, warm compaction provided a significant increase in the strength and hardness of raw samples. Hardness values of cold pressed samples were in 40-60 HB10 range and they increased to 120-160 HB10 range as a result of warm compaction. Raw strengths of samples increased from 2-30 MPa to 40-180 MPa range. Density values of raw and sintered samples increased by 2%. Strength values of raw and sintered samples decreased as a result of increasing milling time. It was seen that when warm compaction was applied, the decrease of strength values were much less as compared to cold pressed samples. In optical microscope studies it was seen that Ni particles were not completely dissolved in Fe and that dispersion of Ni was better as a result of increased milling time.

KEYWORDS: Powder metallurgy, Iron alloy, Mechanical alloying, Warm compaction.

COMMITTEE: Prof. Dr. Remzi VAROL

Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Doç. Dr. H. Erdem ÇAMURLU

ÖNSÖZ

Tez konumum seçiminden, tezimin teslim edilmesine kadar geçen süre boyunca ayrıldığı zaman ve verdiği desteğin yanı sıra tecrübe ve bilgileri ile tezime katkılarından dolayı tez danışmanım sayın Doç. Dr. H. Eredem ÇAMURLU' ya teşekkürü bir borç bilirim.

Üç yıl boyunca yüksek lisans bursu vererek akademik çalışmalarımı ve özellikle yurtdışında eğitim görmemi sağlayan, burs süresince takıldığım her konuda beni cevapsiz bırakmayan Yurtdışı Türkler ve Akraba Topluluklar Başkanlığı' a teşekkür ederim.

Labarotuar çalışmalarda ve eğitim süresince desteklerini hiçbir zaman ersgemeyen Arş.Gör. Fatih GÜVEN, yüksek lisans sınıf arkadaşım Medine Ayşe DERE'yi ve yurtdışındaki bütün tanışmış olduğum arkadaşlarımı teşekkür ederim.

Parçacık boyut analizlerini gerçekleştirmiş olan Prof. Dr. Mustafa ÜBEYLİ ve Araş. Gör. Emre ÖZER'e teşekkür ederim.

Şimdiye kadar desteklerini esirgemeyen Aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca çalışmalarım boyunca gösterdiği anlayış ve hoşgörülü ile destek olan eşim Suman GAFUROVA ve çocuğum İhsan KAROMATULLOZODA' ya teşekkürü etmek benim için büyük onurdur.

Bu tezi FYL-2018-3636 nolu proje ile desteklenmiş olan Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	v
ABSTRACT.....	vi
AKADEMİK BEYAN	x
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1 Toz Metalurjisi	3
2.2.1 Öğütme	4
2.2.2 Elektroliz.....	4
2.2.3 Kimyasal indirgeme.....	4
2.2.4 Atomizasyon	4
2.3 Toz şekillendirme işlemleri	5
2.3.1 Soğuk presleme.....	5
2.3.2 Soğuk izostatik presleme	5
2.3.3 Ilık sıkıştırma	6
2.4 Sinterleme	6
2.5 Tam yoğunluk işlemleri.....	8
2.5.1 Sıcak Presleme.....	8
2.5.2 Sıcak İzostatik Pres.....	9
2.6 Mekanik Alaşımlama.....	9
2.6.1 Mekanik alaşımlamanın uygulamaları.....	10
2.7 Demir toz metalurjisi	11
2.7.1 Saf Demir.....	12
2.7.2 Demir Bakır Alaşımları	14
2.7.3 Demir Fosfor Karbon Alaşımları.....	16
2.7.4 Demir-Bakır-Nikel-Karbon	17
3. MATERYAL VE METOT	20
3.1. Kullanılan Tozlar ve Özellikleri.....	20
3.2. Numunelerin hazırlanması.....	22
3.2.1. Soğuk presleme ve ılık sıkıştırma işlemleri.....	22

3.2.2. Öğütme işlemi uygulanmadan sinterlenmiş olan numuneler	24
3.2.3. Öğütme işlemleri	24
3.2.4. Sinterleme işlemleri	25
3.3. Numunelerin karakterizasyonu	25
3.3.1. Yoğunluk ölçümleri	25
3.3.2. Üç Nokta eğme testleri	25
3.3.3. Sertlik ölçümleri	25
3.3.5. Metalografik incelemelerde kullanılan numunelerin hazırlanması	25
3.3.6. Dağlama işlemleri	26
3.3.4. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri	26
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	27
4.1. Soğuk presleme basıncının etkisi	27
4.2. Öğütme işlemi uygulanmamış olan numunelerin sonuçları	28
4.2.1. Soğuk presleme sonrası özellikler	28
4.2.2. Sinterleme sonrası özellikler	29
4.3. Öğütme işlemi ve öğütülmüş tozların özellikleri.....	35
4.4. öğütme işlemi uygulanmış ve soğuk preslenmiş numuneler	45
4.5. Öğütme işlemi uygulanmış, soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş numunelerin sonuçları.....	49
4.6. Ilık sıkıştırma uygulanmış numunelerin sonuçları	58
4.7. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş numunelerin sonuçları	62
5. SONUÇLAR	69
6. KAYNAKLAR	77
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “**Demir Alaşımı Parçaların Toz Metalurjisi ile Üretimi ve Karakterizasyonu**” akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

...../...../.....

Lutfulloi KAROMATULLOZODA

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

m : metre

kg : kilogram

s : saniye

HB : Sertlik Brinell

cm³ : Santimetre Küp

MPa : Mega paskal

°C : Derece Santigrat

Kısaltmalar

SEM : Scanning Electronic Microscope (Taramalı Elektron Mikroskop)

T/M : Toz metalurjisi

DA : Demir alaşım

Fe : Demir

Ni : Nikel

C : Karbon

F : Fosfor

Cu : Bakır

Mg : Magnezyum

ABD : Amerika Birleşik Devletleri

CIP : Cold Isostatic Pressing

HIP : Hot Isostatic Pressing (Sıcak izostatik pres)

MA : Mekanik alaşımlama

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Toz metalürjisi ile üretilmiş olan çeşitli dişliler ve parçalar.....	3
Şekil 2.2. Sinterlemede partiküller arası bağların	7
Şekil 2.3. Kaynaştırma ve kırılma süreci.....	10
Şekil 2.4. Saf demir (a) NC100.24, (b) ASC100.29 iki malzemenin yoğunlukları 7.10 g/cm ³ ve 1120°C' de 30 dakika sinterlenmiştir.....	13
Şekil 2.5. Alaşım elementlerinin dayanımın etkisi.....	14
Şekil 2.6. (A) ASC100.29 +% 2 Cu ve (b) ASC100.29 +% 4 Cu mikroyapıları, her iki malzemenin yoğunluk 7.10 g/cm ³ ve 1120°C'de 30 dakika sinterlenmiştir.....	15
Şekil 2.7. Karbon içeriğinin sinterlenmiş demir-bakır malzemelerin özellikleri NC100.24, yoğunluk 7.10 g/cm ³ ve 1120°C'de 30 dakika sinterlenmiştir.....	16
Şekil 2.8. Fosfor içeriğinin sinterlenmiş fosfor-karbon malzemelerin özellikleri NC100.24 yoğunluk 7.0 g/cm ³ ve 1120°C'de 30 dakika sinterlenmiştir.....	17
Şekil 2.9. Eklenen nikel ve bakır üzerine değişen oranların etkisi. Sinterlenmiş demir malzemelerin özellikleri; yoğunluk 7.0 g/cm ³ ve 1120°C'de 30 dakika sinterlenmiştir.....	18
Şekil 2.10. Distaloy HP, Yüksek performanslı 1120 °C sinterlenmiş ve soğutulmuş mikroyapı.....	19
Şekil 3.1. Demir tozunun parçacık boyut dağılımı.....	20
Şekil 3.2. Demir tozunun taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikrografı.....	21
Şekil 3.3. Nikel tozunun parçacık boyut dağılımı.....	21
Şekil 3.4. Nikel tozunun taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikrografı.....	22
Şekil 3.5. Bu çalışmada kullanılmış olan kalıbın çizimi ve boyutları.....	23
Şekil 3.6. Bu çalışmada üretilen parçaların çizimi ve boyutları.....	23
Şekil 4.1. Soğuk presleme basıncının ham parçanın yoğunluğu üzerindeki etkisi.....	27
Şekil 4.2 Soğuk preslenmiş olan parçaların optik mikroskop mikrografları (a) Fe, (b) Fe-2Ni (dağlanmış mikroyapılar).....	29
Şekil 4.3. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe numunenin optik mikroskop mikrografları (a) dağlanmamış, (b) dağlanmış.....	30

Şekil 4.4. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe numunenin taramalı elektron mikroskobu mikrografları (a) 1000X, (b) 5000X.....	31
Şekil 4.5. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe numunenin enerji dağılımlı spektrometre analizleri (a) incelenen bölge, (b) spot 1'in analizi, (c) spot 2'nin analizi.....	32
Şekil 4.6. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-2 Ni numunenin optik mikroskop mikrografları (a) dağlanmamış, (b) dağlanmış.....	33
Şekil 4.7. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2 Ni numunenin taramalı elektron mikroskobu mikrografları.....	33
Şekil 4.8. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-2Ni numunenin enerji dağılımlı spektrometre analizleri (a) incelenen bölge, (b) spot 1'in analizi, (c) spot 2'nin analizi.....	34
Şekil 4.9. Öğütülmemiş Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	35
Şekil 4.10. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı	36
Şekil 4.11. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	36
Şekil 4.12. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	37
Şekil 4.13. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	37
Şekil 4.14. Öğütülmemiş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	38
Şekil 4.15. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı	38
Şekil 4.16. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	39
Şekil 4.17. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	39
Şekil 4.18. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe-2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı.....	40
Şekil 4.19. Öğütülmemiş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	40

Şekil 4.20. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	41
Şekil 4.21. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	41
Şekil 4.22. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	42
Şekil 4.23. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	42
Şekil 4.24. Öğütülmemiş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	43
Şekil 4.25. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	43
Şekil 4.26. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	44
Şekil 4.27. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	44
Şekil 4.28. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği.....	45
Şekil 4.29. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 60, (d) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının soğuk preslenmesi ile üretilmiş Fe parçaların optik mikroskop mikrografları.....	47
Şekil 4.30. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ile üretilmiş Fe parçaların optik mikroskop mikrografları.....	48
Şekil 4.31. Öğütülmemiş ve çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ile elde edilmiş parçaların sertlik değerleri.....	48
Şekil 4.32. Öğütülmemiş ve çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ile elde edilmiş parçaların eğme dayanımı değerleri.....	49
Şekil 4.33. Fe tozu ile üretilmiş olan parçaların sinterleme öncesi ve sonrası % teorik yoğunluk değerleri.....	50
Şekil 4.34. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe parçaların optik mikroskop mikrografları.....	51

Şekil 4.35. Fe-2Ni tozu ile üretilmiş olan parçaların sinterleme öncesi ve sonrası % teorik yoğunluk değerleri.....	53
Şekil 4.36. (a) öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe-%2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları.....	54
Şekil 4.37. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe-%2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar).....	55
Şekil 4.38. Onbeş dakika öğütülmüş (a) Fe, (b) Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar).....	56
Şekil 4.39. Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların sertlik değerleri.....	57
Şekil 4.40. Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların eğme dayanımı değerleri.....	57
Şekil 4.41. (a) Öğütülmemiş, (b) 30, (c) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının ılık sıkıştırılması ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar).....	59
Şekil 4.42. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozların ılık sıkıştırılması ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar).....	60
Şekil 4.43. ılık sıkıştırma uygulanmış olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri.....	61
Şekil 4.44. ılık sıkıştırma uygulanmış olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri.....	61
Şekil 4.45. ılık sıkıştırma ve ılık sıkıştırma-sinterleme işlemleri sonrasında Fe numunelerin yoğunluk değerleri.....	63
Şekil 4.46. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları.....	64
Şekil 4.47. ılık sıkıştırma uygulanmış, sinterlenmemiş ve sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin yoğunluk değerleri.....	65
Şekil 4.48. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları.....	66

Şekil 4.49. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 60, (d) 120 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar).....	67
Şekil 4.50. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin sertlik değerleri.....	68
Şekil 4.51. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin eğme dayanımı değerleri.....	68
Şekil 5.1. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş olan Fe tozlarının taramalı elektron mikroskobu mikrografları.....	69
Şekil 5.2. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş olan Fe tozlarının parçacık boyut dağılımı grafikleri.....	70
Şekil 5.3. Çeşitli sürelerle öğütülmüş olan Fe tozlarının soğuk presleme ve ılık sıkıştırma sonrasındaki ham % teorik yoğunluk değerleri.....	71
Şekil 5.4. Çeşitli sürelerle öğütülmüş olan Fe-2Ni tozlarının soğuk presleme ve ılık sıkıştırma sonrasındaki ham % teorik yoğunluk değerleri.....	71
Şekil 5.5. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri.....	72
Şekil 5.6. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri.....	72
Şekil 5.7. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri.....	73
Şekil 5.8. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri.....	73
Şekil 5.9. Ilık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri.....	74
Şekil 5.10. Ilık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri.....	74
Şekil 5.11. Ilık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri.....	75
Şekil 5.12. Ilık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri.....	75

ÇİZELGELER DİZİNİ

Tablo 3.1. Öğütme işlemi uygulanmamış olan numunelerin bileşimleri.....	24
Tablo 3.2. Öğütme işlemi uygulanmış olan numunelerin bileşimleri ve öğütme süreleri.....	24
Tablo 4.1. Soğuk presleme basıncının ham parçaların yoğunluğu üzerindeki etkisi.....	27
Tablo 4.2. Öğütme işlemi uygulanmadan soğuk preslenmiş olan numunelerin ham yoğunluk ve ham dayanım değerleri.....	28
Tablo 4.3. Öğütme işlemi uygulanmadan soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	29
Tablo 4.4. Soğuk preslenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	46
Tablo 4.5. Soğuk preslenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	46
Tablo 4.6. Soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	50
Tablo 4.7. Soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan Fe-2 Ni numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	52
Tablo 4.8. Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe numunelerin öğütme süresi, dayanım, yoğunluk değerleri.....	58
Tablo 4.9. Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresi, dayanım, yoğunluk değerleri.....	58
Tablo 4.10. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	62
Tablo 4.11. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri.....	65

1. GİRİŞ

Malzemelerin son ürün haline getirilmesi için uygulanan birçok imal yöntemi geliştirilmiştir. Metalik malzemelerin üretilmesi için yaygın olarak iki ana işlem grubu uygulanmaktadır. Birinci grup, malzemelerin eritme ve döküm ile üretilmesidir. İkinci ise talaşlı imalat, plastik şekillendirme, birleştirme yöntemleri ile malzemeyi nihai ürüne dönüştürmek için uygulanır. Mikron boyutlu toz malzemeyi, ertime işleminin uygulanmadan, son ürün haline getirmeyi amaçlayan Toz Metalürjisi (T/M) ise diğer bir imal yöntemi olarak karşımıza çıkmaktadır (Yılmaz 2006).

Toz metalürjisi yönteminin kullanılmasının başlıca 3 ana nedeni vardır. Bunlar: ekonomiklik, zorunluluk ve üstünlüktür. Yüksek erime sıcaklığına sahip metallerin parça haline getirilmesi için toz metalürjisi zorunlu olarak uygulanmaktadır. Aynı parçanın yüksek miktarda üretiminde, toz metalürjisi diğer imal yöntemlerine kıyasla daha ekonomik olabilmektedir. Üretilen parçaların mikroyapı ve mekanik özelliklerinin üstünlüğü, toz metalürjisinin seçilmesinin diğer bir nedenidir (German 2005).

Toz metalürjisi (T/M); sık kullanılan malzeme üretim teknolojilerinden birisidir. Bu yöntem kullanılarak, hassas ve yüksek performanslı parçalar, net şekilli olarak üretilmektedir. (Uygur 2007). Toz metalürjisi yöntemi temel olarak; tozların şekillendirilmesi (sıkıştırılması, preslenmesi) ve daha sonra sinterleme aracılığıyla partiküllerin birbirine kaynaması, yani yüksek yoğunlukların elde edilmesi aşamalarını içermektedir. T/M yöntemi ile malzeme üretilirken malzeme kaybını en aza indirir, iyi boyut tolerans sağlar, geniş alaşım sistemleri izin verir. T/M'nin bazı avantajları verimli olması, ekonomik olması, diğer yöntemlere kıyasla daha az enerji sarfiyatına neden olması ve seri üretime uygun olmasıdır (Yılmaz 2006).

Günümüzde T/M ürünler, bir gramın altındaki parçalardan 30 ton ağırlıktaki parçalara ve yılda milyonlarca adede kadar parça üretebilmektedir. T/M ile üretilen malzemeler, % 70-80 gibi bir oranla en yaygın otomobil endüstrisinde; çeşitli motor, süspansiyon, transmisyon ve fren parçaları olarak kullanılmaktadır. T/M yöntemi ile Avrupada, 2014 yılında yaklaşık 3 milyar € 'lık satış değeri ile yaklaşık 175.000 ton yapısal parça üretilmiştir. Küresel otomotiv platformlarının % 50'sinden fazlası Avrupa'da veya AB şirketlerinde geliştirilmektedir (EPMA-The European PM Industry Roadmap 2015).

Demir alaşımı parçalar, metalürjisi yöntemi ile otomotiv, havacılık ve makine imalatı gibi endüstriler için yataklar, supap yuvaları, darbe emiciler, bujiler, piston kolları, dişliler gibi uygulamalar için üretilmektedir (German 2005, Salak 1995). Yüksek dayanım istenilen demir alaşım malzemelerde, karbon çoğunlukla kullanılan temel alaşım elementi olup sertliği arttırmaktadır (Uygur 2007).

Bu yüksek lisans tezin amacı, demir alaşımı parçaların mekanik alaşımlama ve sonrasında toz metalürjisi yöntemleri kullanılarak üretilmesi ve karakterize edilmesidir. Nikel (Ni) alaşım elementi, toz halinde demir (Fe) tozları ile yüksek enerjili bilyalı değirmende öğütülerek (mekanik alaşımlama), demir ile karışması sağlanmıştır.

Mekanik alaşımlama ile elde edilmiş olan demir alaşımı tozlardan, toz metalürjisi yöntemi ile parçalar üretilmiştir. Toz metalürjisi işleminin bu çalışmada uygulanmış olan basamakları ılık, soğuk presleme ve sintelemedir. Mekanik alaşımlama ile elde

edilmiş olan demir alaşımı tozlar, ılık ve soğuk presleme ile mekanik testler için uygun olan boyutlarda şekillendirilmiştir. Soğuk presleme veya ılık sıkıştırma sonrasında argon atmosferi altında sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sonrasında mikroyapı incelemeleri ve mekanik testler uygulanmıştır.

2. KAYNAK TARAMASI

2.1 Toz Metalurjisi

Toz metalurjisi özellikle aynı parçanın çok sayıda net şekilli olarak çabuk ve kolay bir şekilde üretilmesi, seri üretime uygun ve aynı zamanda ekonomiklik getiren bir üretim yöntemidir (German 1996).

Günümüze kadar geçmişte bronz, altın, bakır gibi metal tozları, bununla birlikte birçok oksit formunda toz (örn. boya) mürekkepte, seramikte, kozmetik amaçlı ve boya imalarında kullanılmıştır. 18. yüzyılında metallerin sinterlenmesi platin tozunun üretilmesi Avrupada Fransa, Rusya, İngiltere’de ve 1900’lü yıllarda Amerika Birleşik Devletlerinde uygulanmıştır (Salak 1995).

Toz metalürjisi, metalik malzeme imal metotlarındanndır. Toz metalurjisi yöntemiyle parça üretimi günümüzde çok yaygın olarak kullanılmaktadır ve çeşitli alanlarda kullanılarak, bildiğimiz klasik üretim yöntemlerine örneğin döküm ve talaşlı yöntemlerine alternatif olmaktadır. T/M ile özellikle otomotiv endüstrisinde kullanılan çeşitli miller, biyel kolları, burç gib parçalar ve diğer makine parçaları üretilmektedir. Bununla birlikte, bağlantı aparatları, ferrit parçalar gibi elektriksel parçalar üretilmektedir. Bunlara ek olarak refrakter metaller, yüksek sıcaklık malzemeleri ve uçak parçaları üretilmektedir. Toz metalurjisi temel olarak birkaç basamaktan oluşan işlemlerle olmakta; tozların üretimi, karıştırılması, şekillendirilmesi ve sinterlemesini içermektedir (James 1991; Salak 1995).

Toz metalurjisi yönteminde; yüksek verimlilik, ikinci ek talaşlı işlem gerekmemesi, eritme kayıplarının az olması, metal olmayan malzemelerin metal malzemeler içerisine homojen olarak yayılması, uygun toleransta ve yüzey kalitesinde parça üretilmesi ve seri üretim yapabilmemesi avantajlardır.



Şekil 2.1. Toz metalürjisi ile üretilmiş olan çeşitli dişliler ve parçalar (Höganäs 2017)

Toz metalurjisi yönteminde; toleransların talaşlı imalata göre daha kaba olması, tozların kalıp içerisinde akışkanlıklarının sınırlı olması, çok karmaşık olan parçaların üretiminin sınırlı olması ve tozların pahalı olması dezavantajlardır (Çınar 2018).

2.2 Metal tozlarının üretimi

Toz metal üretilmesi için birkaç yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemler mekanik; (öğütme, talaşlı üretim, mekanik alaşımlama), kimyasal (ısıl bozunma, gazla bozunma, sıvıdan çökeltme, gazdan çökeltme), buharlaştırma ve özel üretim olarak söylenebilir. Günümüzde sık kullanılan ana toz üretim yöntemleri öğütme, elektroliz, kimyasal indirgeme ve atomizasyon şeklindedir. Seçilen toz üretim yöntemi; tozların şekli, boyutu, mikroyapısı, maliyet ve diğer birçok özelliklerinin ortaya çıkmasını sağlar.

2.2.1 Öğütme

Demir alaşımları, demir-krom, demir-silisyum gibi kırılğan malzemeler mekanik olarak bilyeli değirmenlerde öğütülerek toz üretimi sağlanabilmektedir. Ancak öğütmede çoğu sünek metal kolayca kırılmadığı için bu yöntemle toz üretimine uygun değildir. Sünek tanecikler, öğütme sırasında kırılmak yerine birbirleri ile soğuk olarak kaynaklanır ve bunun neticesinde partiküller toplanarak büyümektedir (Salak 1995; Yılmaz 2006).

2.2.2 Elektroliz

Elektroliz yönteminde elektrolitik bir banyo kullanılmaktadır. Katoda elektrik akımı verilir ve tozların çökmesi veya katotta toplanması sağlanır. Bu yöntem yaygın olarak bakır tozlarına uygulanmaktadır. Elde edilmiş olan toz yıkama, kurutma ve öğütme basamaklarına tabi tutulur. Asal gaz ortamında kurutma, oksitlenmeyi önler. Yüksek saflık ve iyi sıkıştırılabilir tozların üretilmesi bu yöntemin avantajlarıdır (German 1996).

2.2.3 Kimyasal indirgeme

Bir metalin indirgenmesi, elektron alması olayıdır. İndirgeme ile toz üretiminde, yüksek sıcaklıktan faydalanılır. Oksitlerin indirgenmesinde, karbon, hidrojen, magnezyum gibi malzemeler yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemle üretimde örneğin oksit formunda bir toz öğütme, kok ile karıştırma ve ısıtılarak karbotermik indirgeme işlemi sonucunda sünger metal elde edilebilir. Bu işlemin uygulanabilmesi için, karbonun metal oksiti indirgeyebilmesi gerekmektedir. Sünger şekilli partiküller yumuşak ve kolay sıkıştırılabilir yapıdadır. Bu da ham mukavemeti artırır. Refrakter metallerin (tungsten, molibden), bakır ve ferro metallerin üretimi, hidrojen indirgemesi ile gerçekleştirilebilmektedir (Salak 1995; Sarççek 2012).

2.2.4 Atomizasyon

Sıvı haldeki metalin, basınçlı bir akışkan yardımıyla parçalanması işlemi atomizasyon için genel bir tanım olarak verilebilir. Atomizasyonda sıvı metal küçük damlacıklara dağıtılıp hızlıca soğutulur. Bu işlemde temel amaç erimiş metalin merkezci kuvvetle veya, gaz jeti, su jeti vb. etkenler kullanarak çok küçük parçacıklara dönüştürmektir. Su ve gaz atomizasyonu, en yaygın kullanılan atomizasyon yöntemleridir. Günümüzde

hava, azot ve argon sıklıkla kullanılan gazlardandır ve sıvı ortam olarak en çok su en tercih edilmektedir.

Gaz atomizasyon ile üretilen tozlar küresel veya küresele yakın şekle sahip olurlar. Partikül tane boyutu genellikle 15 – 300 mikron civarındadır. Su atomize tozlar genel olarak karmaşık şekilli olmaktadır. Su atomizasyon yöntemiyle elde edilen tozların ortalama tane boyutu 5 – 800 mikron civarındadır (German 2005).

Bu yöntemin sınırlaması, eritilebilen malzemeler için uygulanabilir olmasıdır. Atomizasyon, demir, pirinç, bronz, çeşitli alaşımlı çelikler, bakır, alüminyum, gibi çeşitli ve önemli metal tozlarının üretilmesini sağlamaktadır (Salak 1995; Sarççek 2012).

2.3 Toz şekillendirme işlemleri

Tozların şekillendirilmesi, istenilen şekildeki parçaların elde edilmesi için uygulanan bir işlemdir. Elde edilen şekilli parça daha sonra sinterleme işlemine tabi tutulabilir. Genelde uygulamalarda tozlar basınçsız veya statik veya dinamik basınçla şekillendirme işlemi ile şekillendirilir. Toz şekillendirme işlemleri iki ana gruba ayrılabilir. Brinci grup; tozların dökülmesi, akıtma (tapping) ve titreşme, sulu çamurda döküm ve enjeksiyonlu kalıplamadır. İkinci grup ise tozların dövülmesi, soğuk ve izostatik presleme, ekstrüzyon, haddeleme ılık sıkıştırma vb işlemlerdir. Tozların sıkıştırma işlemi yüksek basınç altında gerçekleşerek gözenekleri azaltırılır. Ancak tozları sıkıştırarak şekil verdiğinde parçacıklarda deformasyon olur. Birçok sıkıştırma yöntemi bulunmaktadır. Sıkıştırma yöntemi fonksiyona göre kullanılmaktadır ve en yaygın kullanılan bir kalıpta tozu tek yönlü sıkıştırma veya çift yönlü sıkıştırma ile toz doldurup sıkıştırma (Salak 1995).

2.3.1 Soğuk presleme

Soğuk presleme uygulamalarda kullanılan ana yöntem sayılır. Soğuk presleme işlemi kalıba toz dodurulması ve sonradan tozu basınç uygulanarak istenilen ham parçayı kalıptan çıkartılması bir yöntemdir. Ham numuneyi kalıptan çıkarıldıktan sonra sıkıştırma basınçla bir artış olur ve demir tozlar için % 0.05 ile % 0.2 arasında değişir (Salak 1995). Soğuk pres ile preslenen ham parçaların tam yoğunluğu % 75-85' e kadardır. Genelde bu, istenilen yoğunluğa ulaşabilmesi için kullanılan faktörlerden kaynaklanır. Önemli faktörler, tozun tipi, şekli, üretim yöntemi, parçacık boyutlar ve dağılımı, tozun kimyasal özellikleri; önalaşımlama, harmanlama ve yağlayıcılarıdır. Çelik tozları için, yaygın olarak ham parçada tam yoğunluk % 80 ila % 85 elde etmek için 400 MPa basınç uygulanır. Soğuk preslemenin avantajı yüksek sıkıştırma basıncı, seri üretim ve boyutsal kontrol, mekanik veya hidrolik presler ile parça üretimidir. Soğuk preslemenin sınırları pres kapasitesine bağlı olarak; boyut kısıtlamaları, sürtünmeden kaynaklanan yükseklik-çap sınırlamaları, çatlama ve kalıp ve zımbalarda yüzey bozulmasıdır (ASM Handbook 1998).

2.3.2 Soğuk izostatik presleme

İzostatik presleme, kalıplarda tek eksenli sıkıştırma ile karşılaştırıldığında daha homojen yoğunluk sağlar. Bu yöntemler, her yönde basınç uygulamak için esnek

kalıplara dayanır, bu da sürtünmeyi azaltır ve kompakt şekillerin sıkıştırılmasını sağlar. Soğuk İzostatik Presleme (CIP), bir sıvı ortamdan izole etmek için esnek bir membran kullanır. Standart kalıp malzemeleri; lateks, neopren, ürean, polivinil klorür ve diğer elastomerik bileşiklerdir ve tozlar yoğunlaştıkça kalıpta sürtünme etkileri en az indirilir. Ayrıca, basınç kalıba ve parçaya her yönden eşit olarak etki ettiğinden, boyut limitinin olmadığı söylenebilir. Fakat parçanın boyutu, soğuk presin haznesi ile sınırlıdır. Soğuk izostatik presleme soğuk presle kıyaslandığında, soğuk izostatik presleme, minimum sürtünme etkilerinden dolayı daha iyi yoğunluklara ulaşabilir. Soğuk izostatik preslerde 415 MP'a kadar basınç uygulanabilir (ASM Handbook 1998).

Soğuk izostatik preslemenin (CIP) bir başka avantajı, malzemenin kirlenme riskinin daha düşük olmasıdır. Örneğin, merdaneli rulolar ve sement karbürler ve yüksek alaşımlı çelikler, büyük döner parçalar, soğuk izostatik presle başarılı bir şekilde üretilmişler. Küçük parçalar da üretebilir ve daha sonra istenilen koşullarda sinterlenebilir. Soğuk izostatik pres ile 10 kg' a kadar parça üretebilir ve normal soğuk presleme ile kıyaslandığında büyük avantajdır. Üretilen çelik tozların yoğunluk 6,5-7,0 g/cm³ arasındadır. Demir alaşımın (Fe – P 0.45 - C 1.05) soğuk izostatik pres ile üretilmiştir ve malzemenin yapısı 99% perlit ve 1% ferrit, ayrıca 190 HV sertlik, dayanım 400 MPa, ve 6,6 g/cm³ yoğunluk değerlerine ulaşmıştır (Salak 1995).

2.3.3 Ilık sıkıştırma

Ilık sıkıştırma ham yoğunluğun artırılmasında diğer bir yöntemdir. Ilık sıkıştırma işleminde toz ve kalıp önce ısıtılmalıdır. Ilık sıkıştırma yöntemi ile demir tozu 180 °C derece uygulandığında yoğunluğun %2.5 arttığı belirtilmiştir (German 2005). Ilık sıkıştırma işleminde, artan sıcaklık ile polimer bağlayıcı eriyerek yapışır. Bu da ham dayanımın artmasına ve yoğunluğun yükselmesini sağlar. Genelde toz üretim uygulamalarda toz ve kalıp sıcaklığı 150 °C ve sıkıştırma için 700 MPa basınç uygulanır. Bu sıcaklık ve basınç çelik tozunda uygulandığında yoğunluk %1-3 arttırılmıştır (James ve Narasimhan 2006). Daha yüksek ham yoğunluklara ulaşılabilir. Bu da sinterleme sonrasındaki özellikleri iyileştirir. Örnek olarak, çelik alaşım (Fe₂Ni₂Cu 0.9Mo,0.8C) oda sıcaklığında presleme, 1300 °C ve 50 dakika sinterleme sonunda 7,31 g/cm³ yoğunluk verirken, 150° C ılık sıkıştırma ve sinterleme ile 7.32 g/cm³ yoğunluk vermektedir (German 2005). Oda sıcaklığında sıkıştırma biraz sertlik (103 HRB -101 HRB) ve tokluk artışı (23.5J-23.1J) sağlar. Çok yüksek sıcaklıkla, ılık sıkıştırma yapılırsa, polimerlerin bozulmasından dolayı sinterlenmiş özelliklerin azalmasına sebep olur (ASM Handbook 1998; Xiaoa vd. 2009; Rawers 1999).

2.4 Sinterleme

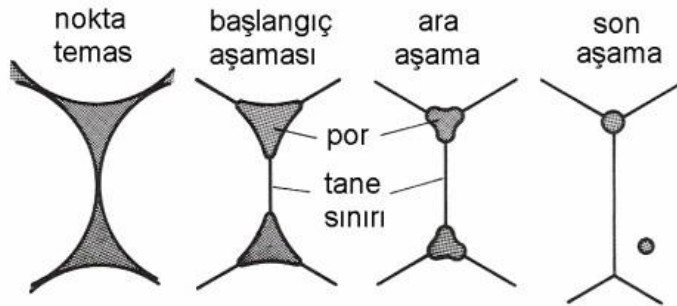
Sinterleme, toz metalurjisi ile parça üretiminde belki de en önemli ve teknik açısından en zor işlemdir. Sinterleme işlemi doğru ayarlandığında ve gerçekleştirildiğinde sonuç olarak sinterlenen malzeme istenilen fiziksel ve mekanik özellikleri elde edilir. Sinterleme, düşük gözenekli veya tam yoğunluklu parça üretimi sağlamak ve daha iyi özellikler kazandırmak için ham parçalara uygulanır. Basıncsız olarak uygulanabildiği gibi, bazı durumlarda sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, toz dövme veya ekstrüzyon gibi termomekanik bir işlemdir. Tek bileşenli sistemlerde sinterlenmenin sıcaklığı erime noktası veya katılma sıcaklığının 2/3-3/5'i kadardır. Çok bileşenli toz karışımlar genellikle, en düşük ergime noktasına sahip bir bileşenin erime noktasında veya buna

yakın sıcaklıkta sinterlenir. Bu nedenle, sinterleme işleminin malzemenin yapısal veya gerekli özellikleri kazanması, oksidasyon ve diğer reaksiyonlara girmemesi için koruyucu veya indirgeyici atmosferde veya vakum fırınlarında sinterleme işlemi yürütülmektedir. Sinterleme toz partiküllerini yüksek sıcaklık altında bir araya getiren bir ısıl işlemdir. Katı hal sinterleme, bileşenlerin ergime noktasının altındaki sıcaklıklarda gerçekleşir. Birçok durumda sıvı faz sinterleme uygulanır ve yoğunlaşma sıvı bir fazın oluşması ile meydana gelir (Salak 1995).

Sinterleme işlemi, artan sıcaklığa bağlı ve zamana göre üç aşamaya ayrılabilir. İlk aşamada tozların dağılımına bağlı olarak, tozun ergitme noktasının % 20-40'ında başlar ve parçacıklar arasında temas bulunur. Bu temasların sayısı ve alanı biraz artar ve metalik bir boyuna dönüşürler. İndirgeyici bir atmosferde daha fazla sıcaklık artışıyla, belirli yüzey oksitleri azaltılır ve sonuç olarak, parçacıklar arasındaki metalik olmayan temas, metalik bir boyuna daha etkili bir şekilde değişir. İkinci aşama, yüzey, hacim ve tane sınırı ile metal atomların daha yüksek hareketliliğinin bir sonucu olarak boynun büyümesi ile karakterize edilir ve işlem difüzyonla gerçekleşir. Parçacıkların yapıları, gözenekleri şekil değiştirmeye başlar. Gözenekler küresel hale gelir ve kısmen kapanır (Salak 1995).

Sıvı faz sinterlemede, harmanlanmış tozların kullanımı düşük erime sıcaklığına sahip olan tozunun daha düşük sıcaklıkta sıvılaşması ile sıvı fazın oluşmasını sağlar, böylece sinterleme sırasında partiküllerin arasında bir sıvı bulunur. Bu sıvı, ham bir parçanın partiküllerinin düzenlenmesine ve yoğunlaşmasına yardımcı olabilir. Sermetler tipik olarak bu teknikte üretilir. Bu teknikle neredeyse gözeneksiz mikro yapılar elde edilebilir. Geçici sıvı faz sinterlemesi sıvı faz sinterlemesinin bir alt sınıfı sınıfıdır. Burada, tozların bir karışımı, yukarıdaki gibi daha düşük bir erime noktasına sahip fazı içerir. Bu durumda sıvı sadece kısa bir süre için mevcuttur. Bu işlem yoğunlukta bir artış elde etmek için kullanılır. Örneğin, yüksek alaşımlı çelik veya takım çeliğinde kullanılabilir ve ham yoğunluğunu% 80'den% 95'e kadar artırır.

Sinterlemenin son aşaması kapalı gözenekler ile gerçekleşir ve gözenek boyutunu artar. Gözenek tane sınırından ayrıldığında küresel olur. Sinterleme vakumda veya katı içinde çözünen gaz ortamında yapılmamışsa tam yoğunlaşma mümkün olmayabilir (Salak 1995).



Şekil 2.2. Sinterlemede partiküller arası bağların oluşumu (German 1984)

Toz metalurjisinin en komplike yanlarından biri sinterlemedir. Sinterleme ham parçayı yüksek performanslı parçaya dönüştürmektedir. Bu nedenle T/M'nin en önemli aşamalarından birisidir. Sinterlemesi sırasında parçacıklar arası bağlanma, boyut değişimi ve mikroyapının önemli miktarda irileşmesi gibi birçok önemli olay gerçekleşir. Sinterlenmiş ürünlerin %70'i sıvı fazlı sinterleme ile üretilmektedir (German 2005).

2.5 Tam yoğunluk işlemleri

Yüksek yoğunluk, yüksek performanslı parçalar için bir gerekliliktir. Gözeneksiz bir yapı, yani tam yoğunluk sağlamak için farklı sinterleme yöntemleri; basınç destekli yöntemler uygulanır. Çoğu zaman, basınçsız sinterlemenin yeterli olmadığı durumlarda, gözeneklerin ortadan kaldırılması için basınç ve sıcaklığının birlikte uygulanması gerekmektedir.

Petrokimyay havacılık biomedikal, metal işleme, savunma gibi uygulamalardaki yüksek performanslı malzemeler, gözeneksiz mikroyapılardır. Genelde tek sinterleme işlemi ile istenilen özelliklere ulaşılamaz, çünkü gözenekler büyük veya gaz ile dolu ise gözeneklerin giderilmesi zor olabilir, ek işlem gerekir ve maliyeti artar. Pek çok malzeme, sıcaklığı artınca daha yumuşak, sünek hale gelir ve pekleşmeden şekil değiştirir (Howard ve Sanderow 1998).

Toz metalurji endüstrisinin sürekli gelişmektedir ve yüksek yoğunlukları ulaşabilmesi özellikle çelikler için çalışmalar yapılmaktadır. Alaşım tasarımı, sıvı faz sinterleme, teçhizat iyileştirme (presleme yöntemleri) faktörlerindeki gelişmeler ile, üretilen malzemelerin özelliklerinde hayati gelişmeler sağlanmıştır. Tam yoğunluk, toz metalürjisi yönteminin geleceği için önem arz etmektedir. Toz metalürjisinde yüksek yoğunluklara ulaşmak için sıkıştırma yoğunluklu, sinterleme ağırlıklı ve birleşik yöntemler aşağıdaki gibidir (Rutz ve Hanejko 1994).

- Sıcak sıkıştırma
- Sıcak kalıp sıkıştırması
- Çift presleme ve çift sinterleme (DPDS)
- Yüksek hızlı sıkıştırma (HVC)
- Soğuk İzostatik Presleme (CIP)
- Toz dövme (PF)
- Yüksek sıcaklık sinterleme (HTS)
- Sıvı faz sinterleme (LPS)
- Katkılı üretim (AM)
- Sıcak izostatik presleme (HIP)

2.5.1 Sıcak Presleme

Büyük metal parça üretimi, ısıtılmış kalıplarda tozun tek eksenli olarak sıkıştırılması ile gerçekleştirilebilir. Sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulanması ile yüksek yoğunluklara ulaşılabilir. Yine de sıcak izostatik preslemeye kıyasla yoğunluk daha düşük olabilir. Basınçsız sinterlemeye kıyasla uygulanan basınç sayesinde tam

yoğunluklara ulaşmak daha kolaydır. Grafit, SiC veya takım çelikleri gibi kalıp malzemeleri kullanılmaktadır. Koruyucu atmosfer altında grafit kalıp kullanılarak 2200 °C gibi sıcaklıklara ulaşmak mümkün olmaktadır. Parçalarda kalan gözeneklilik, sıcak preslenmiş metal parçaların kullanımını kısıtlamaktadır çünkü gözenek, özelliklerin tam yoğun malzemeden daha düşük olmasına neden olmaktadır (Lynn ve German 1998).

2.5.2 Sıcak İzostatik Pres

Sıcak izostatik presler (HIP), geçtiğimiz on yıllarda, çok çeşitli metal veya seramiklerden üretilen karmaşık ve son derece özel bileşenlerin üretimi için geliştirmiş prestir. Sıcak izostatik presler ile üretilen malzemeler şu anda çok sayıda sanayi sektöründe kullanılmaktadır. (Örneğin; havacılık, açık deniz, enerji ve tıbbi sektörler) (Epma 2017).

Sıcak İzostatik Pres, yüksek basınçlı bir fırında tozları veya sinterlenmiş parçaları yoğunlaştırma işlemidir. Çelikler ve süper alaşımlar için yaygın olarak uygulanır. İşlem genelde basınç (100-200 MPa) ve 900 ila 1250 °C arasındaki sıcaklıklarda gerçekleşir. Sıcak izostatik presler gaz ile çalışır ve basıncı izostatik olarak % 100 yoğunlaşma sağlamak için tüm yönlerden eşit olarak uygular. Bu durum birçok fayda sağlar ve birçok uygulamada dövme, döküm ve işleme gibi geleneksel işlemlerle üretilen parçalara ve yüksek performans gerekliliklerine bir alternatif haline gelmiştir.

HIP sayesinde çok çeşitli bileşen tipleri üretilebilir. Üretilebilen ürünler arasında, 30 tona kadar ağırlığa sahip petrol ve gaz parçaları gibi büyük ve net şekle yakın net metal bileşenler veya çap olarak 1 metreye kadar net şekilli pervaneler bulunmaktadır. Aynı şekilde HIP küçük kesme takımları yapmak için de kullanılabilir 100 gramdan daha az ağırlığa sahip yarı-mamul ürünler veya diş destekleri gibi çok küçük parçaların üretilmesini sağlar (Epma 2017).

HIP' in ana avantajı, HIP-işlenmiş olabilen, yüksek uzunluk-çap oranına sahip olan çok büyük bileşenlerin üretilebilmesidir. HIP'den önce yer alan aşamaların sırası, kapsülün hazırlanması, tozla doldurma, kaynaklama, tahliye ve sızdırmazlıktan oluşur (Richter vd, 1985). HIP işleminden sonra kapsül çıkarılmalıdır. Bu nedenle, bu süreç kitle üretimi için daha fazla zaman alıcıdır ve ekonomik değildir. Bununla birlikte, bileşenlerde tam yoğunluk sağlamak için çok yaygın olarak uygulanan bir teknolojidir (Ahlfors 2014).

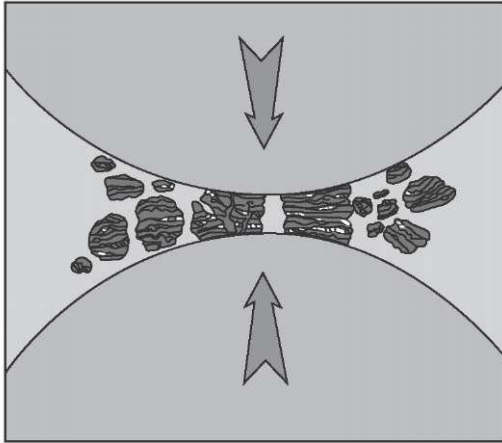
2.6 Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama, metal tozlarının yüksek enerjili ortamda öğütülmesi ve karıştırılması ile, katı çözeltilerin üretilmesi işlemidir. Bu işlem sırasında, yeterince eksotermik olan reaksiyonların gerçekleşmesi de sağlanabilmektedir. Mekanik alaşımlama genelde metal parçaların geliştirilmiş özelliklere ulaşabilmesi, daha düşük maliyetlerle üretilmesine izin verir. Mekanik alaşımlamada önemli bir avantaj, döküm gibi yöntemlerle elde edilemeyen alaşım ve mikro yapıların üretilebilmesidir.

Mekanik alaşımlamada genellikle yüksek enerjili bilyalı değirmende veya atritörde toz parçacıklarının tekrarlı bir şekilde deformasyona uğraması, birbirine bağlanması, bağların kırılması ve yeniden oluşmasını içerir (Şekil 2.2). Mekanik alaşımlama ile

eritme ile elde edilmesi zor olan elementlerin alaşımlanması sağlanabilmektedir. Yüksek sıcaklığa ihtiyaç duymadan katı çözeltilerin elde edebilmesi için mekanik alaşımlama kullanılabilir. Birbiri içinde az oranda çözünen sistemlerde, metallere birinin diğerinde son derece ince bir dağılımı sağlanabilir. Mekanik alaşımlama işlemi, çözünmesi zor olan alaşım elemanlarına uygulanabilir (The-Crankshaft Publishing 2018).

Mekanik alaşımlama işlemi ile saf demir tozlarının öğütülmesi sırasında stearik asit eklemenin etkisi kapsamlı olarak incelenmiştir (Kasapoğlu 2014). Bu çalışmada, %1, 3, 5 oranlarında stearik asit, -150,+106 mikron, -150 mikron ve -45 mikron parçacık boyutuna sahip olan demir tozlarına eklenmiştir ve 15-60 ve 60-480 dakika öğütme süreleri uygulanmıştır. Stearik asit miktarı %3 olduğunda öğütülen demir tozunun parçacık boyutunun küçüldüğü, %5 olduğunda ise tekrar büyüdüğü görülmüştür. Öğütme işlemi ile, ezilen Fe parçacıklarının pul şeklini aldığı belirtilmiştir. %3 stearik asit kullanılarak yapılan deneylerde, artan öğütme süresi ile parçacık boyutunun küçüldüğü görülmüştür. Bu çalışmada herhangi bir alaşım elementi eklenmesi amaçlanmamıştır ve öğütülmüş olan tozlar sinterlenmemiştir ve mekanik özellikleri incelenmemiştir.



Şekil 2.3. Kaynaştırma ve kırılma süreci (The-Crankshaft Publishing 2018).

2.6.1 Mekanik alaşımlamanın uygulamaları

Bazı oksitler başka bir metal ile bağlanırken, oksitler metallere çözünmez. Mekanik alaşımlama başlangıçta bu oksitlerin metallere dağıtılması için bir araç sağlamak üzere geliştirilmiştir. Örnek olarak dağıtılmış toryum oksit veya irityum oksit (Y_2O_3) ile güçlendirilmiş, nikel bazlı süper alaşımlar verilebilir. Bu süper alaşımlar, yüksek sıcaklıklarda mükemmel mukavemete ve korozyon direncine sahiptir ve bu alaşımlar jet motoru türbin kanatçıklar gibi uygulamalarda kullanılabilir. Bu alaşım sınıfı, oksit-dağılımla dayanımı artırılmış nikel tabanlı malzemeler olarak bilinir. (The-Crankshaft Publishing 2018).

Mekanik alaşımlama ile üretilen MA754 (Ni, %20 Cr, %0.3 Al, %0.5 Ti, %0.6 Y_2O_3 irityum oksit) gaz türbini kanatlarında ve türbin kanatlarında ve oksitleyici veya korozyon atmosferindeki diğer uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu alaşımın MA754, kullanım sıcaklığı yaklaşık 1100 °C'dir ve askeri motorlarda kullanılır. Levha, çubuk ve tel

olarak üretilir. Demir esaslı alaşım MA956 (Fe-%20 Cr-%4.5 Al-%0.5 Ti-%0.5 Y₂O₃), aşındırıcı ortamlar; uçak ve endüstriyel gaz türbini yanma sistemlerinde, elektrik üretim ekipmanlarında kullanılmaktadır (The-Crankshaft Publishing 2018).

Pirometalurji ile sıvı veya katı çözünmeyen sistemlerin, örneğin, bakır-kurşun veya bakır-demir sistemleri gibi genelde işlenmesi zordur. Bu durumlarda mekanik alaşım, katı fazda homojen bir dağılım elde etmek için bir yol sağlar. Mekanik alaşımlama ayrıca niobyum ve kalay arasındaki büyük erime noktası farkı nedeniyle geleneksel olarak üretilmesi zor olan süperiletken intermetalik niobyum-kalay bileşiği Nb₃Sn'yi üretmede kullanılmıştır (Pei-Heng, Jian-Liang vd. 2005; M. Sherif El-Eskandarany 2015).

2.7 Demir toz metalurjisi

İndirgeme yöntemiyle üretilen en eski tozlar, demir tozudur ve T/M endüstrisinde en çok kullanılan ve üretilen toz, demir tozudur. Sünger demir üretimi için yöntem Höganäs firmasında 20. yy. başlarında uygulanmıştır. Bu yöntem benzer metotları 1960 yıllarda A.B.D ve Sovyetler Birliği de kullanılmışlardır. Demir alaşım tozlarının üretiminde öne çıkan bir diğer yöntem su atomizasyon yöntemidir. Su atomizasyon yöntemi ile üretilen demir alaşım tozlarında ergimiş metal su jetine maruz bırakılmaktadır ve işlem sırasında küçük damlacık paçacıklara bölünmektedir. Damlacıklar işlem sırasında hızlı bir şekilde katılaştır (Höganäs Handbook 2013).

Demir alaşım tozların preslenmesi genellikle takım çeliklerden üretilen kalıplarda 300-800 MPa arasında basınç uygulanmasıyla gerçekleştirilmektedir. Presleme işlemi genel olarak üç basamaktan oluşmaktadır. Birinci basamakta kalıbın iç yüzeyine ve zımbaların dış yüzeyinde molycote, çinko stearat ve parafin gibi yağlayıcılar kullanılır ve sonradan tozlar kalıba doldurur. İkinci basamakta tozlar, alt ve üst zımba yardımıyla kalıbın içinde basınca maruz bırakılarak sıkıştırılır. Preslenmiş ham parça son basamakta kalıp içerisinden çıkartılır. Tozların sıkıştırılması genelde presleme işlemi ile gerçekleşir. Presleme işlemi tek yönlü veya çift yönlü presle gerçekleştirilir. Mühendislik alanında bir çok tür pres kullanılmaktadır. Toz metalurjisinde kullanılan alan ve fonksiyona göre tek yönlü ve çift yönlü presler kullanılmaktadır. Tek yönlü preslerde zımbalardan birisi sabit durumdayken basınç tek bir zımbaya alt veya üst zımba ile aktarılmaktadır. Zımbalar çift yönlü preslerde iki yönden alt ve üst parçaya basınç uygulayacak şekilde hareket etmektedir. Sıkıştırılan tozlar presleme işlemi geçtikten sonra şekil verilmiş numune olur. (ASM Handbook 1998, German 1996).

Demir esaslı toz alaşımlarında sinterleme işlemi genelde 1100-1150 °C arasındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Geleneksel sinterleme işlemi üç adımdan oluşmaktadır. İlk aşamada ön ısıtma işlemi gerçekleştirilir. Sinterleme sıcaklığından daha düşük bir sıcaklıkta parçadaki polimerlerin, yani yağlayıcı ve bağlayıcıların giderilmesi sağlanır. İkinci aşamada, parçalar sinterleme sıcaklığına ısıtılır, yoğunlaşma işleminin çoğu bu sıcaklıkta gerçekleşir. Artan sıcaklık ile varsa alaşım elementlerinin difüzyonu, yoğunluğun artması ve özelliklerin gelişmesi sağlanır. Sinterleme işlemi, koruyucu atmosferler altında ya da vakum altında gerçekleştirilebilir (German 1996).

Demir toz metalurjisi ile üretilen malzemelerle ilgili, literatürde çeşitli çalışmalar bulunmaktadır. Literatürdeki bir çalışmada %10-%30 aralığında nikel içeren FeCuNi

alaşımları mekanik alaşımlama ile oluşturulmuş ve manyetik özellikleri incelenmiştir (Younes vd. 2017).

Mekanik alaşımlama işleminin uygulandığı diğer bir çalışmada FeSiP alaşımı oluşturulmuş ve manyetik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada, alaşımı Fe-3Si-0.75P (ağırlıkça%) toz metalurjisi ile mekanik alaşımlama ile elde edilmiştir. İşlem sırasında metal tozu 1, 3, 6 ve 9 saat sürede alkol içinde ıslak öğütülmüştür. Daha sonra 600 MPa basınç altında soğuk sıkıştırma işlemi uygulanmışlardır ve son olarak, sıkıştırmış olan numuneler 1 saat boyunca 1150 °C'de sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Bu çalışmada sonuçlar olarak, alaşımın manyetik özellikleri üzerinde öğütme süresinin güçlü bir etkisini gösterilmiş ve öğütme süresi ile tane boyutunda bir azalma olduğu ve dolayısıyla manyetik özelliklerde artış olduğu belirtilmiştir. (Pelegrini vd. 2015.)

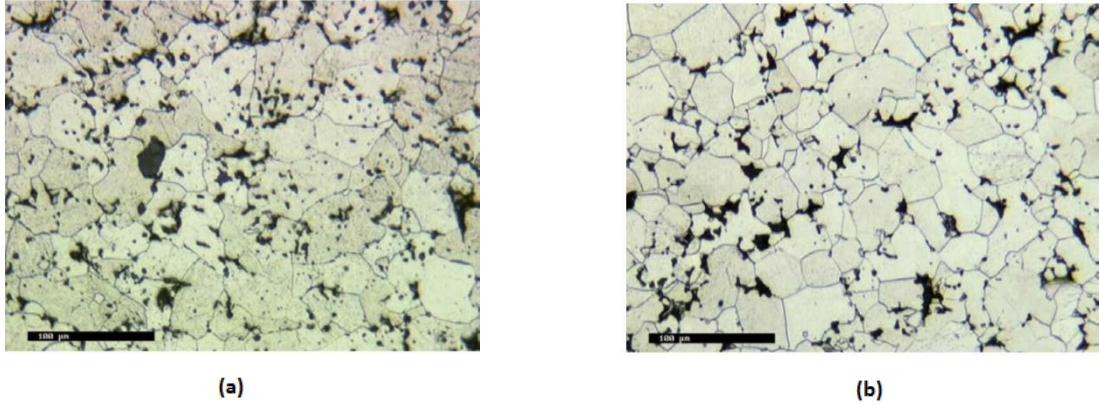
Mekanik Alaşımlama ile üretilen toz demir-nikel alaşımlarında faz dönüşümleri başka çalışmada araştırılmıştır. Bu çalışmada mekanik alaşımlama ile üretilen Fe-Ni alaşımlarında faz dönüşümleri X-ışını kırınımı ve Mössbauer spektroskopisi yöntemleri ile araştırılmıştır. Alaşımların ısıtma ve soğutma sırasında % 12-26 konsantrasyon aralığında olan faz dönüşümlerinin kritik sıcaklıkları belirlenmiştir. (Cherdyntsev vd. 2008).

Diğer çalışmada dişli üretimi araştırılmıştır. Bu çalışmada toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş demir esaslı (Fe-0.8C-2.0Cu-1.5Ni-1.8Mo-0.2B (%Ağ)) metal matrisli kompozitin dişli üretimi için mekanik davranışları incelenmiştir. MMK ılık sıkıştırma yöntemi ile argon atmosferinde sinterlenmiştir. Tozlar 650 MPa basınç altında 160°C'de preslenmiştir. Üretilen ham numune çeşitli sıcaklıklarda (1050, 1150 ve 1250°C) ve sürelerde (30, 60 ve 90 dk.) sinterlenerek sertlik ve aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin aşınma yüzeyleri ve mikroyapıları taramalı elektron mikroskopunda (SEM), enerji dağılım spektroskopisinde (EDS) ve X-ışını difraksiyon yöntemi ile (XRD) analiz edilmiştir. Sonuçlar göstermiştir ki artan sinterleme sıcaklık ve süresine göre üretilen numunelerin sertlik ve aşınma direnci artmıştır. Sinterleme sıcaklığı etkisi sinterleme süresinden daha yüksek çıkmıştır. En yüksek sertlik ve aşınma direnci 1250 °C'de 90 dk sinterlenen kompozit numunelerde elde edilmiştir (Gün vd. 2016).

Diğer çalışmada mekanik alaşımlama yöntemi ile Fe-Nb-B tozları öğütülerek amorf ve nanoyapılı malzeme üretilmesi için karışım hazırlanmışlar. Bu çalışmada mekanik alaşımlama ile hazırlanmış bileşeni X-ışını kırınım, diferansiyel taramalı kalorimetre, taramalı elektron mikroskopu incelemeleri yapılmıştır. Mekanik alaşımlama yönteminin amorf ve nanoyapılı Fe-Nb-B malzemelerin üretimi için alternatif bir teknik olabileceği belirtilmiştir. (Bonastre vd. 2001).

2.7.1 Saf Demir

Saf Demir, 1930'ların sonlarından itibaren toz metalurjisi yöntemleri ile ilk kez Avrupa ve Amerika Birleşik Devletleri'nde üretilmiştir. Yumuşak manyetik uygulamalar için kendinden yağlamalı rulmanlar ve sinterlenmiş yapısal elemanlar için saf demir tozları kullanılmıştır. Şekil 2.3'te, 7.10 g/cm³ yoğunluğa sıkıştırılmış sade bir toz demir tozunun (Höganäs NC100.24) mikro yapısını gösterilmektedir (Höganäs Handbook 2013).



Şekil 2.4. Saf demir (a) NC100.24, (b) ASC100.29 iki malzemenin yoğunlukları 7.10 g/cm^3 ve 1120°C ' de 30 dakika sinterlenmiştir (Höganäs Handbook 2013).

Karşılaştırılabilir yoğunluklara ve aynı sinterleme koşullarına rağmen, iki malzeme, hem tane boyutu hem de gözenek yapısı açısından önemli ölçüde farklılık gösterir. NC100.24 malzemesi, ASC100.29 malzemesinden daha küçük bir tane boyutuna ve daha iyi bir şekilde dağılmış gözenek yapısına sahiptir. ASC100.29'u NC100.24 ile hemen hemen aynı yoğunluğa sıkıştırmak için oldukça düşük bir sıkıştırma basıncı yeterli olmuştur. Tane büyüklüğü, saf demirin fiziksel özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olan bir parametredir. Azaltılmış tane büyüklüğü ile, mukavemet genellikle artar, fakat artan tane büyüklüğü ile süneklik ve yumuşak manyetik özellikler gelişir. Böylece, yüksek yoğunluklu yumuşak manyetik uygulamalar için ASC100.29 iyi bir seçimdir. Öte yandan, NC100.24, sıkıştırmadan sonra üstün ham dayanımı nedeniyle, yüksek gözenekliliğe ve karmaşık düşük-orta mukavemetli yapısal parçalara sahip kendinden yağlamalı rulmanlar için daha uygundur. Sinterlenmiş saf demir ile 200 N/mm^2 'nin üzerinde dayanım seviyelerine ulaşmak için 7.2 g/cm^3 'ün üzerindeki yoğunluklar gereklidir (Hoganas Handbook 2015).

Demir alaşımlarında Ni mukavemeti ve tokluğu artırır (Şekil 2.3). Tane küçültme etkisine sahiptir. Genelde Ni-Cr, Ni-Mo, ve Ni-Cr-Mo şeklinde kullanılır. Krom kadar olmasa da sertleştirilebilirliği artırır. Düşük bakır ve fosfat ile beraber deniz suyu korozyonuna karşı direnci artırmak için Ni kullanılır (Euro PM 2011).

Demir alaşımlarının sinterleme yöntemiyle istenilen mukavemet özelliklerine ulaşabilmesi için çeşitli yollar vardır. En önemli özellikler şunlardır:

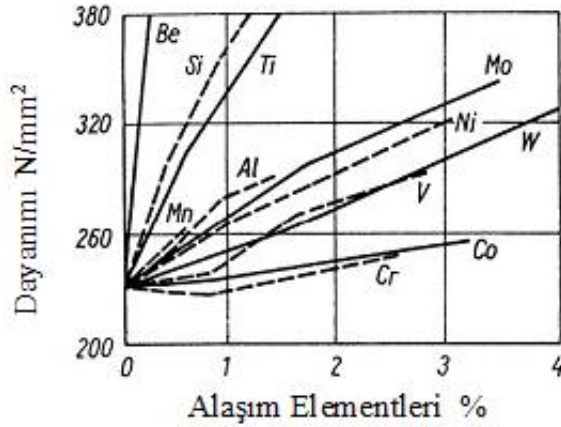
- Yoğunluk
- Sinterleme koşulları
- Alaşım elementleri
- Isıl işlem koşulları

Yukardaki belirten özellikler mümkün olduğu kadar standart sınırları geçmeden kontrol edilmelidir. Çünkü küçük hatalar bile kabul edilemez ve sinterleme sırasında sinterlenmiş parçaların toz parçacık boyutları, şekilleri bozulabilir ve beklenen sonuçlar elde edilemez.

Yoğunluk, sinterlenmiş parçaların mekanik özelliklerinden birisidir; çünkü çekme, yorulma, uzama ve darbe mukavemetlerinde sinterlenmiş yoğunluk, yaklaşık olarak doğrusal olarak artmaktadır.

Yoğunluk sinterlemede sıkıştırma esas alınmaktadır ve yağlama ve bağlamaya bağlıdır. Genelde sıkıştırmada aşırı yük uygulaması büyük risk getirir, bundan dolayı basınç 650 N/mm^2 'den fazla olmamalıdır. Maksimum basınç uygulandığında seri üretim koşulları altında ($600 - 650 \text{ N / mm}^2$) $7.1 - 7.2 \text{ g / cm}^3$ 'e kadar olan yoğunluklar elde edilebilmektedir.

Demir alaşım metalürjisinde, sinterleme en yaygın işlem olarak $1120 - 1150 \text{ }^\circ\text{C}$ arasında gerçekleştirilir. $1250-1350 \text{ }^\circ\text{C}$ 'lik sinterleme sıcaklıkları, alaşım elementlerinin homojenizasyonunu hızlandırır ve krom, manganez gibi oksijene duyarlı alaşım elementlerini kullanırken fayda sağlar.

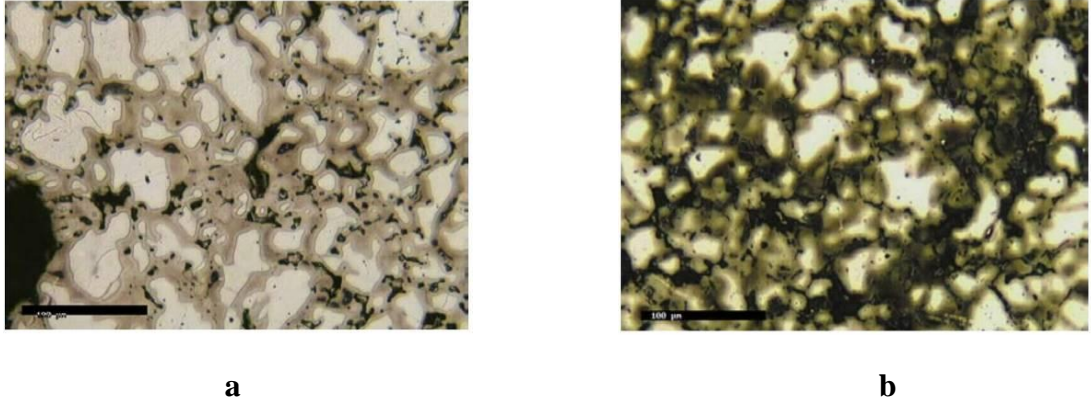


Şekil 2.5. Alaşım elementlerinin dayanımın etkisi (Höganas Handbook 2013).

2.7.2 Demir Bakır Alaşımları

Demire bakır eklenmesi birkaç yönden fayda sağlamaktadır. Bakır, $1083 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de demirin katı hal sinterleme sıcaklığının altında eriyerek demir parçacıklarının arasına kolaylıkla yayılır. Bakır, α -demir (ferrit) içinde sadece % 0.4'e kadar, γ -demir (östenit) 'de yaklaşık olarak % 9 ağırlık oranda çözünebilir. Demir-bakır alaşımları, sinterlemeden sonra düşük sıcaklıkta tavlama ile çökelti sertleştirilebilir ve işlem sinterleme fırınının soğutma bölgesini geçerek belli bir derecede gerçekleştirir. Bakır demir tozuna genelde 1.5 – 4% ağırlık arasında ilave edilir.

Şekil 2.5'te % 2 ve 4 oranında bakır içeren iki demir-bakır malzemenin mikroyapılarını gösterilmektedir. Numunenin yoğunluğu yaklaşık 7.10 g/cm^3 ve 30 dakika $1120 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiştir. Görülebileceği gibi, bakır sinterlemeden sonra demir matrisinde dağılmamaktadır. Daha yüksek bakır yoğunluğuna sahip bölgeler, mikrograflarda, tane sınırları boyunca kahverengimsi olarak görünmektedir.

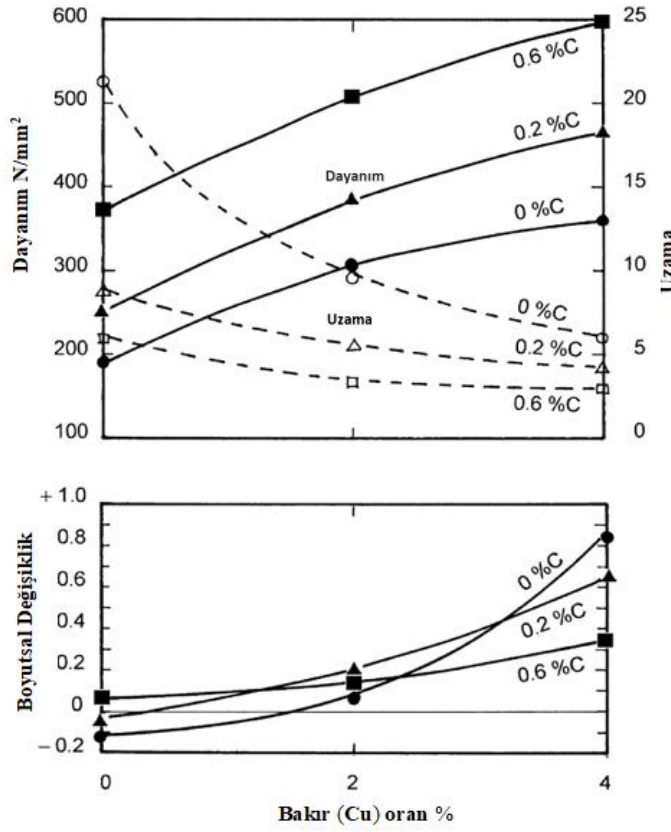


Şekil 2.6. (A) ASC100.29 +% 2 Cu ve (b) ASC100.29 +% 4 Cu mikroyapıları, her iki malzemenin yoğunluğu 7.10 g/cm^3 ve 1120°C 'de 30 dakika sinterlenmiştir (Höganäs Handbook 2013).

Bakır içeriği ağırlıkça yaklaşık% 2.5'ten daha fazla olduğunda, sinterleme sırasında parça boyutsal olarak büyür. Sinterleme sırasında, bakır içeren yapısal parçaların boyutsal stabilitesini korumak için, demir-bakır tozu karışımına uygun miktarlarda grafit ilave edilir. Sinterleme sırasında grafitin karbonlama etkisi, bakırın büyüme üreten etkisini önler. Bu grafit ilavelerinin bir başka yararlı etkisi de dayanımda ek bir artıştır. Şekil 2.6 karbon katkılarının sinterlenmiş demir-bakır malzemelerin çekme mukavemeti, uzaması ve boyutsal değişikliklerine olan etkisini gösterir.

Demir esaslı toz metal parçaların talaşlı işlenebilirliği incelenmiştir (Yılmaz 2006). Bu çalışmada bir demir-bakır alaşımı (Fe-%0.6C-%2Cu) referans kullanılmıştır ve üç çeşit yoğunlukta ve dört çeşit bakır miktarı içeren örnekler toz metalürjisi ile üretilmiştir. Tek etkili kalıpta 210, 350 ve 700 MPa basınçlarla sıkıştırma sonucunda 6.0-6.5 ve 7.1 g/cm^3 ham yoğunluklar elde edilmiştir. Sinterleme sonrası işleme incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Yoğunluktaki artışla ve bakır oranındaki artışla, işlenebilirliğin iyileştiği belirtilmiştir.

Bakır oranının, demir esaslı yapısal toz metal malzemelerin mekanik özellikleri ve delinebilirliğine etkisi incelenmiştir (Yılmaz ve Varol, 2011). Demir-esaslı Toz Metal (TM) bakır çeliği kullanılmış (FC-0208) ve bakır oranı % 1-4 arasında değiştirilmiştir. Presleme için 700 MPa basınç uygulanmıştır ve sinterleme işlemi 1120°C 'de endotermik atmosferde gerçekleştirilmiştir. %3 ve 4 oranında Cu kullanıldığında, eğme dayanımı değerlerinin bakırsız alaşıma kıyasla arttığı görülmüştür. Sonrasında numuneler üzerinde delik delme talaşlı imalat testleri gerçekleştirilmiştir. Bakır miktarının artması ile, yüzey pürüzlülüğünün azaldığı, kesme kuvvetlerinin arttığı, takım aşınmasının azaldığı belirlenmiştir.

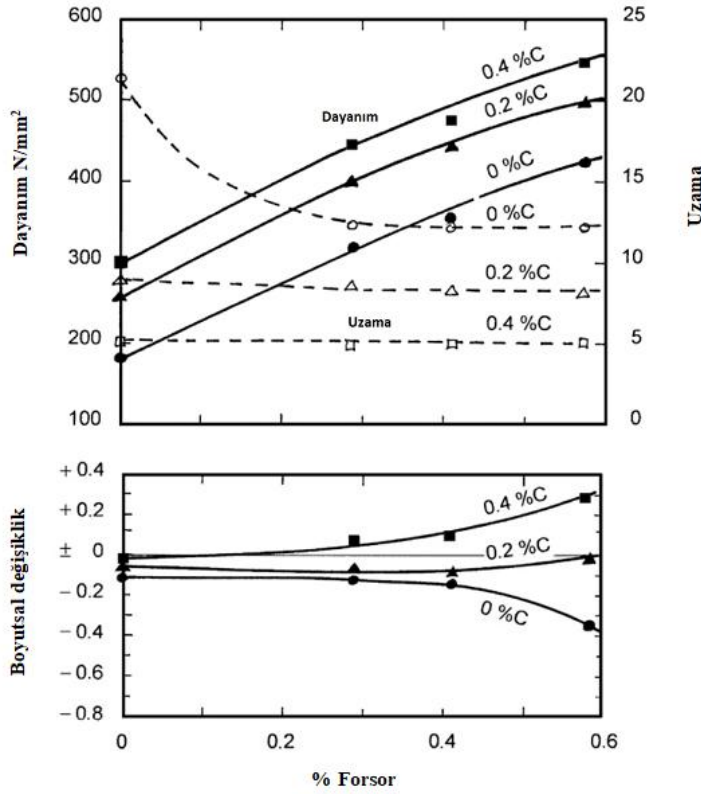


Şekil 2.7. Karbon içeriğinin sinterlenmiş demir-bakır malzemelerin özelliklerine etkisi. NC100.24. yoğunluk 7.10 g/cm^3 ve 1120°C 'de 30 dakika sinterlenmiştir (Höganäs Handbook 2013).

2.7.3 Demir Fosfor Karbon Alaşımaları

Geleneksel çelik üretiminde fosfor, istenmeyen bir elementtir. Çünkü fosfor, çeliği kırılğan hale getirir. Demirin toz metalürjisinde, fosforun potansiyel olarak güçlü bir dayanım artırıcı alaşım elementi olduğu kanıtlanmıştır. Genelde fosfor, demir tozuna çok ince öğütülmüş Fe_3P tozu olarak eklenir. Fe_3P diğer fosfor bileşikleriyle karşılaştırıldığında, nispeten yumuşaktır ve sıkıştırma sırasında kalıba ve zımbalara daha az zararlıdır.

Fosfor (P) ve demir (Fe) 1050°C 'de sinterlenince, sinterleme sırasında, sıkıştırmanın gözenek sistemine hızla sızarak sinterleme işlemini hızlandıran ötektik bir eriyik oluşturur. Şekil 2.7'deki şema, dayanım, uzama ve boyutsal değişime karşı, fosforun karbonun etkisini göstermektedir.

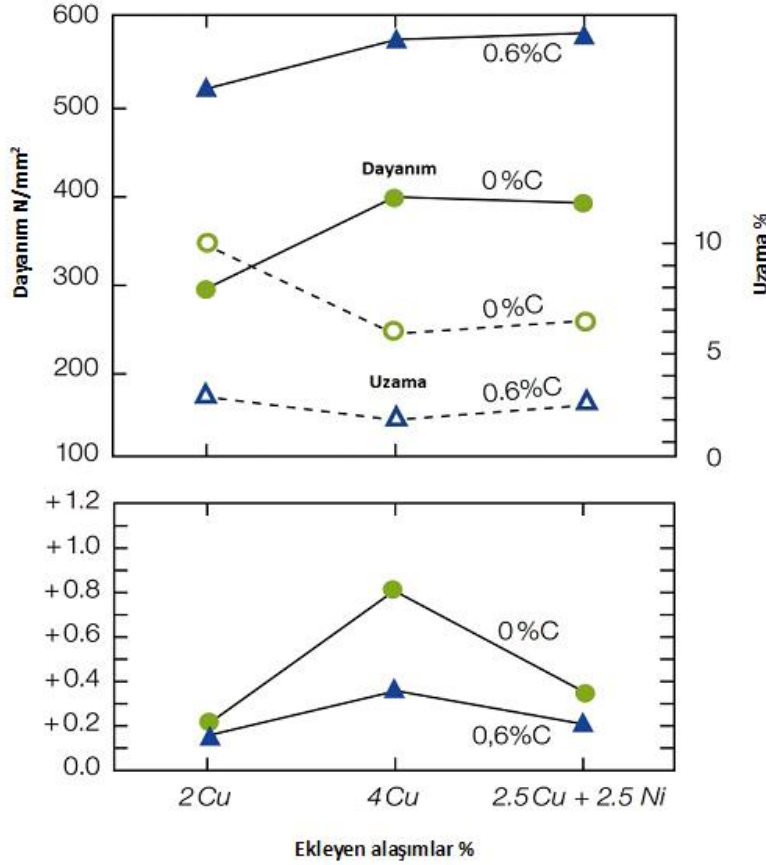


Şekil 2.8. Fosfor içeriğinin sinterlenmiş fosfor-karbon malzemelerin özelliklerine etkisi. NC100.24, yoğunluk 7.0 g/cm^3 ve 1120°C 'de 30 dakika sinterlenmiştir (Höganäs Handbook 2013).

2.7.4 Demir-Bakır-Nikel-Karbon

Demir esaslı malzemede nikel ekleyince çekme mukavemetini artmaktadır. Demir-bakır ve demir-bakır-karbon alaşımlarına göre nikel eklenmesi, çekme mukavemeti ve uzaması üzerinde bakır içeriğinin artırılması ile yaklaşık olarak aynı etkiye sahiptir. Bakırın bir kısmının nikel ile değiştirilmesi temel avantaj olabilir. Sinterleme sırasında boyutsal değişimin azalması nikel ile sağlanmaktadır. Şekil 2.8'de farklı miktarlarda bakır ve nikel içeren karışımlardan yapılmış sinterlenmiş parçaların çekme mukavemeti, uzaması ve boyutsal değişimi karşılaştırılmıştır (Höganäs Handbook, 2013).

Nikel, çeliklerde katı çözültü dayanım arttırmada ve sertleşebilirlik arttırmada kullanılmaktadır. Nikel, mangana benzer şekilde östenit alanını arttırmaktadır. Demirin içinde nikelin difüzyonuna kıyasla, nikel içinde demirin difüzyon katsayısı daha büyüktür. Bunun sonucunda, nikelce zengin bölgeler, toz metalürjisi ile üretilen parçalarda bulunabilir. Nikel partikül içeren toz metalürjisi parçalarının $1100 - 1200^\circ\text{C}$ aralığında sinterlenmesi tavsiye edilmiştir (Salak 2005).



Şekil 2.9. Eklenen nikel ve bakır üzerine değişen oranların etkisi. Sinterlenmiş demir malzemelerin özellikleri; yoğunluk 7.0 g/cm³ ve 1120°C'de 30 dakika sinterlenmiştir (Höganäs Handbook 2013).

2.75. Demir-Bakır-Nikel-Molibden-Carbon

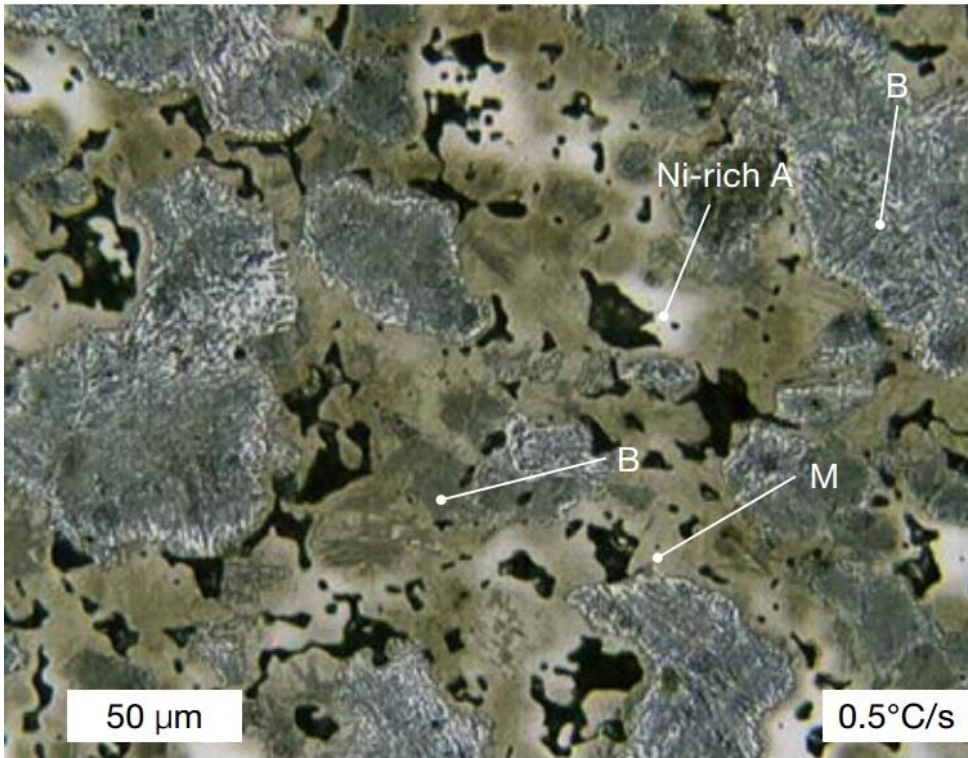
Yüksek mukavemetli ve yüksek hassasiyetli uygulamalar için yapısal parça üretebilmesi için Höganäs Mo, Ni, ve bakır içeren bileşim çeşitli malzeme üretilmiştir. Bu homejen malzemeler bazıları Astaloy™ ve diğerleri önalaşım Distaloy® ticari marka adlandırılmıştır. Bu malzemeleri uygun bir miktarda grafit eklenince yüksek mukavemet özellikleri ulaşabiliriz. Bir kaç Astaloy ve Distaloy malzeme bulunmaktadır.

Astaloy Mo, % 1.5 Mo içeren homojen atomize alaşımlı demir tozudur. Yüksek sıkıştırılabilirliğe sahiptir (alaşımsız atomize demir tozundan sadece biraz daha düşüktür) ve ham dayanımı sahiptir. Genelde % 0,2 - % 0,6 karbon eklenince mükemmel sertleşebilirliğe sağlanacak. Astaloy 85 Mo, ise % 0,85 Molibden içeren bir karışımdır.

Distaloy SA, % 1.75 Ni, % 1.5 Cu ve % 0.5 Mo'nun difüzyonla bağlandığı sünger demir sınıfı SC100.26'ya dayanmaktadır. Sünger demir tozuna dayanan bu malzeme yüksek ham güce sahiptir. Uygun miktarlarda grafit ile karıştırıldığında, sinterleme sonrası yüksek mukavemet sağlar ve sonraki ısıl işlemlere uygundur.

Distaloy DC (Dimensional control), Boyutsal Kontrollü % 2 Ni ve% 1.47 Mo içerir ve% 1.5 Mo ile homojen bir şekilde alaşımlı atomize demir tozu olan Astaloy Mo'ya Ni-tozun difüzyon ile bağlanmasıyla üretilir. Bu malzeme özellikle çok sınırlı bir şekilde kısıtlanmış boyut dağılımı elde etmek için tasarlanmıştır. Kompakt yoğunluğa bakılmaksızın sinterlenmiş bileşenler. Bu, malzemeyi, iç yoğunluk değişimleri ile karmaşık şeklin bileşenleri için ideal hale getirir. Karıştırılan grafit ile, bu malzeme sinterlemeden sonra nispeten yüksek bir bainit ve bazı martensitleri ortak bir bant fırınının soğutma bölgesinde düşük soğutma hızlarında ($0.5 - 0.8 \text{ } ^\circ \text{C} / \text{s}$) oluşturduğundan yüksek mukavemeti sağlar.

Distaloy HP (High Performance), Yüksek performanslı % 4 Ni,% 2 Cu ve% 1.41 Mo içerir ve % 4 Ni ve % 2 Cu, Astaloy Mo ile üretilir. Yüksek nikel içeriği nedeniyle bu malzeme grafit verimle karıştırılır. Yaklaşık olarak % 2 - 3 oranında östenit tutulacak. Nikel ve bakırın kombinasyonu, sıfıra yakın bir boyutsal değişim ile sonuçlanır. Yüksek alaşım içeriğinden dolayı, malzeme sinterlemeden sonra çok yüksek mukavemete sahiptir. Bant fırınlarındaki yaygın sinterleme koşulları ve soğutma oranları, martensit ve bainitin bir mikro yapısını oluşturur. Çekme mukavemeti değerleri 950 ile $1000 \text{ N} / \text{mm}^2$ (sinter yoğunluğu $7.0 \text{ g} / \text{cm}^3$) arasında elde edilebilir.



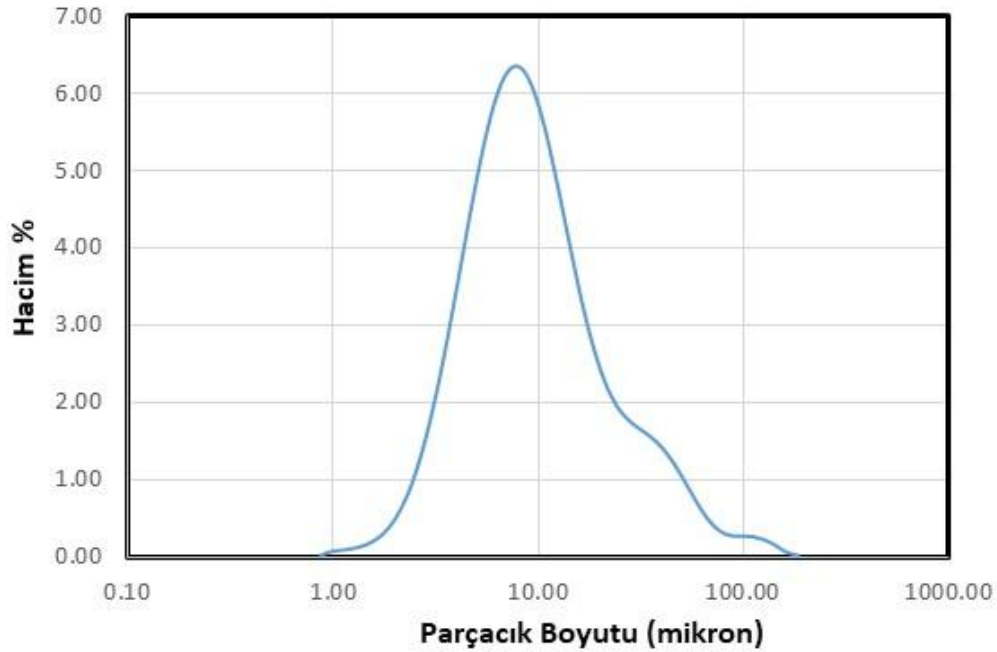
Şekil 2.10. Distaloy HP, Yüksek performanslı 1120 °C sinterlenmiş ve soğutulmuş mikroyapı (Höganäs Handbook 2013).

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Kullanılan Tozlar ve Özellikleri

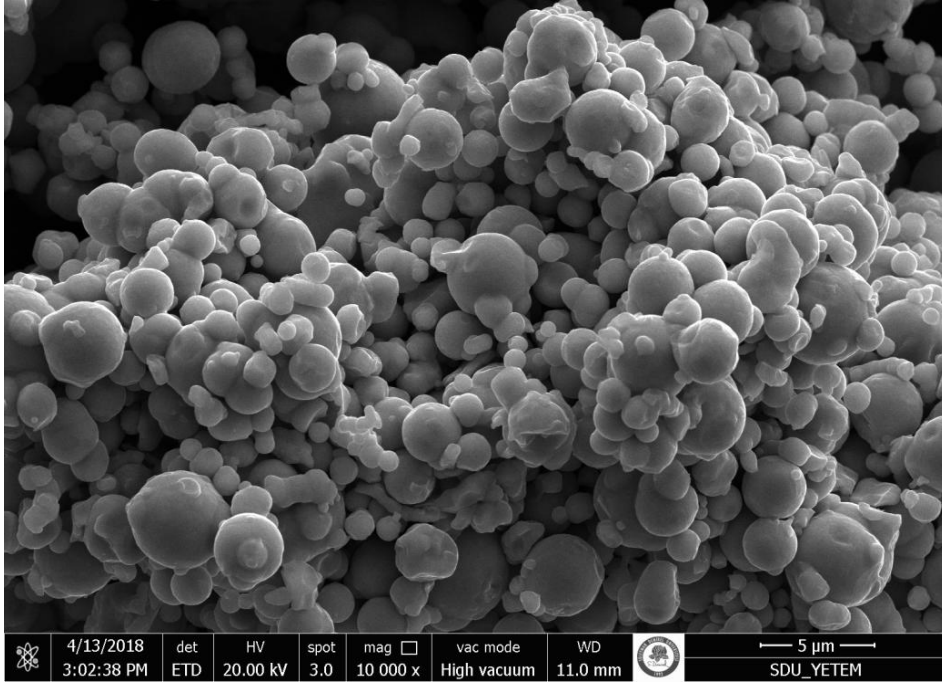
Demir alaşım üretimi için gerekli olan saf demir ve nikel tozları Merck markadır ve sırasıyla 1.03815.1000 ve 1.12277.1000 kod numaralı ürünlerdir. Ürünlerin saflıkları > %99'dur. Her ikisi için de spesifikasyonda belirtilen parçacık boyutu <10 mikrondur. Her iki toz da, parçacık boyut ölçümlerine ve taramalı elektron mikroskobu incelemelerine tabi tutulmuştur.

Şekil 3.1'de sunulan parçacık boyut dağılımında görüldüğü gibi demir tozunun partiküllerinin ortalama değeri 10 mikrondan küçüktür.



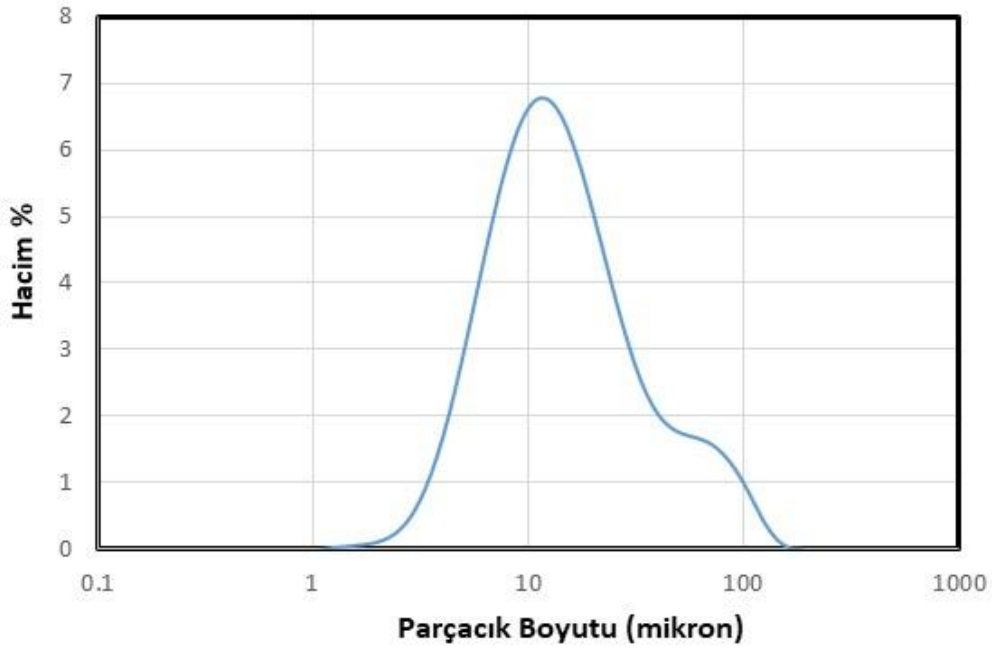
Şekil 3.1. Demir tozunun parçacık boyut dağılımı

Taramalı elektron mikroskobu incelemelerinde demir tozunun küresel şekilli ve genelde 2-4 mikron boyutlarındaki partiküllere sahip olduğu görülmüştür (Şekil 3.2). Taramalı elektron mikroskobu incelemeleri, parçacık boyut ölçümlerini destekler niteliktedir.



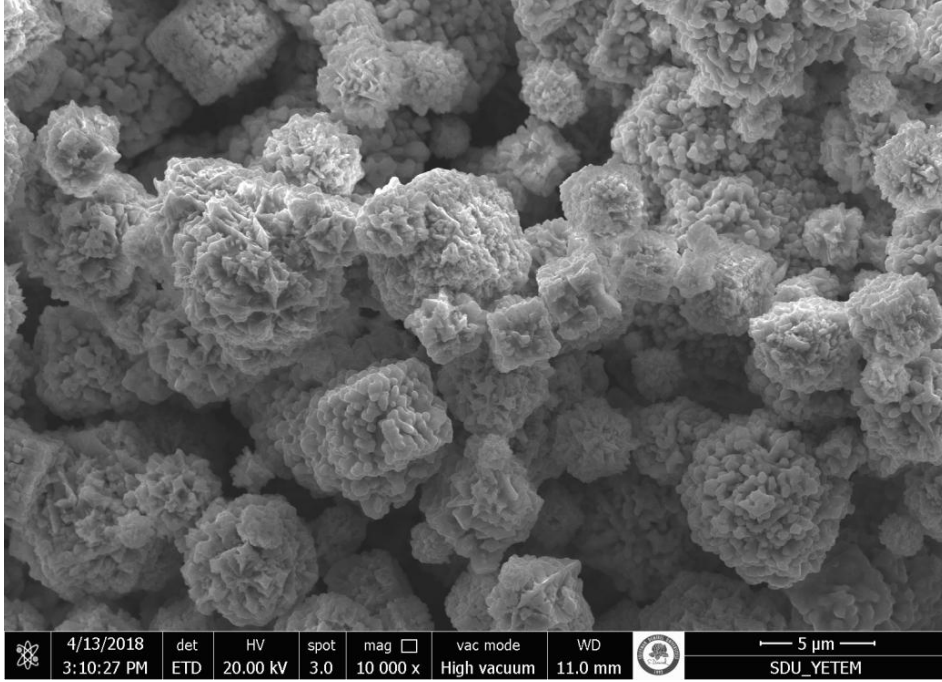
Şekil 3.2. Demir tozunun taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikrografı

Şekil 3.3'te sunulan parçacık boyut dağılımında görüldüğü gibi nikel tozunun partiküllerinin ortalama değeri 10 mikrondan az miktarda büyük olup 14.2 mikrondur.



Şekil 3.3. Nikel tozunun parçacık boyut dağılımı

Taramalı elektron mikroskobu incelemelerinde nikel tozunun küresele yakın şekilli toplardan oluştuğu ve partikül (topak) boyutunun spesifikasyonda belirtilen değer olan 10 mikron civarında olduğu görülmüştür (Şekil 3.4).

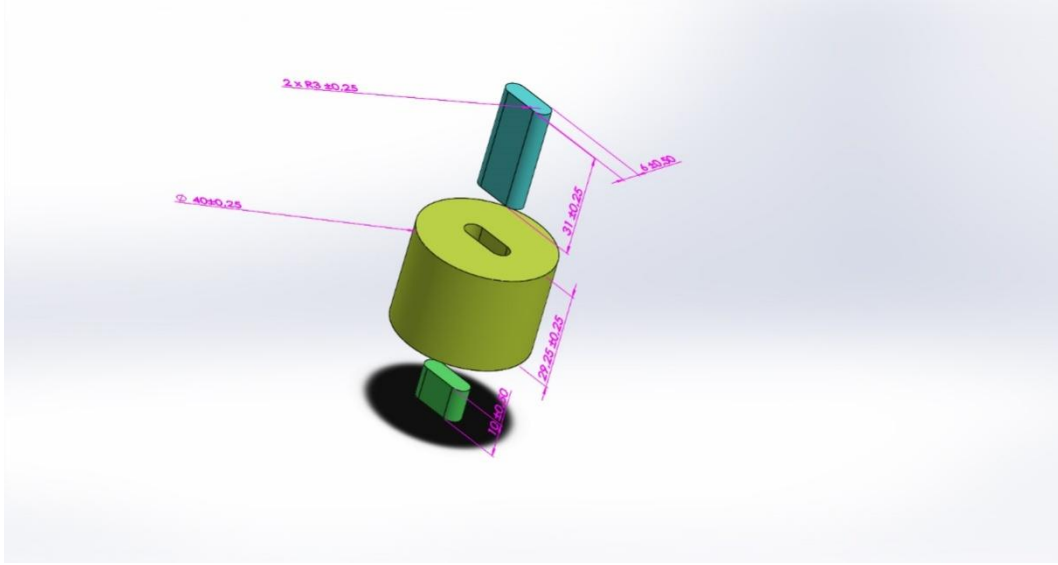


Şekil 3.4. Nikel tozunun taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikrografı

3.2. Numunelerin hazırlanması

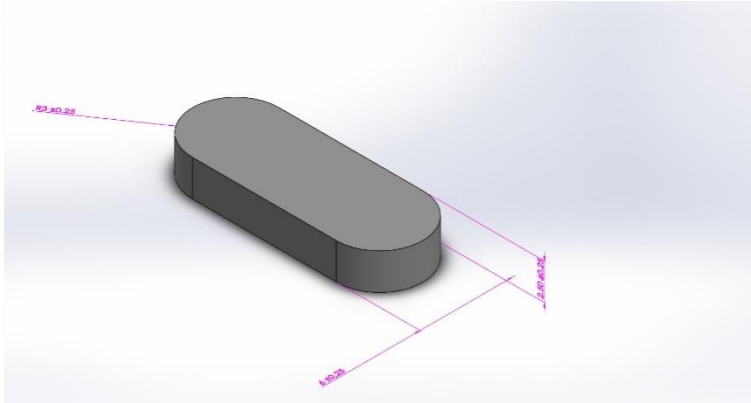
3.2.1. Soğuk presleme ve ılık sıkıştırma işlemleri

Demir ve demir-nikel toz karışımları, takım çeliğinden imal ettirilmiş olan kalıplar ve 30 ton kapasiteli tek yönlü pres kullanılarak preslenerek ham parçalar üretilmiştir. Kalıpların iç yüzeyleri ve zımbaların dış yüzeylerinde yağlayıcı olarak stearik asit kullanılmıştır. Kullanılmış olan kalıp ile, 6.0 mm genişliğinde, 16.0 mm uzunluğunda, uçları 3 mm yarıçaplı ham numuneler üretilmiştir. Kalıba koyulan toz karışımlarının miktarı ayarlanarak 2.5 mm kalınlığında numunelerin elde edilmesi sağlanmıştır. Bu çalışmada kullanılan olan kalıbın çizimi ve boyutları Şekil 3.5'te sunulmaktadır.



Şekil 3.5. Bu çalışmada kullanılmış olan kalıbın çizimi ve boyutları

Soğuk presleme ile üretilen numuneler için 5.3 ton (600 MPa) basınç kullanılmıştır. Hazırlanan parçalarda çatlak oluşmaması için 600 MPa basınca çıkış sırasında, her 100 MPa basınç değerinde 10 sn süre ile beklenmiş, sonrasında basınç düşürülmüş ve basınç yeniden arttırılarak preslemeye devam edilmiştir. Üretilen parçaların çizimi ve boyutları Şekil 3.6’da sunulmaktadır.



Şekil 3.6. Bu çalışmada üretilen parçaların çizimi ve boyutları

Ilık sıkıştırma üretilen numunelerde, kalıp içinde tozlar sıcak pres cihazında 20 dakikada 150 dereceye ısıtılmış ve 10 dk bekletilmiştir. Kalıbın ve zımbanın iç ve dış yüzeylerinde yağlayıcı olarak Molycote kullanılmıştır. Isıtma ve bekletme sırasında parçaya 650 MPa basınç uygulanmıştır. Isıtma sırasında kalıp ve pres parçalarının termal genişlemesinden dolayı basınç kendiliğinden 700 MPa’ya ulaşmıştır.

3.2.2. Öğütme işlemi uygulanmadan sinterlenmiş olan numuneler

Öğütme işlemine tabi tutulmamış olan tozlar Radwag AS 220 model, 0.1 mg hassasiyetindeki terazide tartılmıştır. Tartılan tozlar agat havanda el ile karıştırılmıştır. Bu başlık altında üretilmiş olan numunelerin bileşimleri Tablo 3.1’de sunulmuştur.

Tablo 3.1. Öğütme işlemi uygulanmamış olan numunelerin bileşimleri

Toz kodu	Tozların Bileşimi	Fe (g)	Ni (g)
Fe 1-1	Saf Demir	1.7365	-
FN 1-1	Demir + Nikel	1.7075	0.035

3.2.3. Öğütme işlemleri

Öğütme işlemleri öncesinde tozlar Radwag AS 220 model, 0.1 mg hassasiyetindeki terazide tartılmıştır. Toplam 12 gram olacak şekilde tartılan toz karışımları, paslanmaz çelik kavanoz ve 6 mm çaplı ve toplam 120 gr ağırlığındaki çelik bilyalar ile (bilya / toz oranı: 10) yüksek enerjili bilyalı değirmende (Retsch PM100) öğütülerek mekanik alaşımlamaya tabi tutulmuştur. Mekanik alaşımlama için uygulanmış olan toplam süreler 15, 30 60 ve 120 dakikadır. Öğütülmüş olan tozlar Tablo 3.2’de sunulmaktadır. Öğütme işlemi argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Tozların ısınmasının engellenmesi amacıyla öğütme sırasında değirmen 1 dakika çalışacak ve 2 dakika bekleyecek şekilde ayarlanmıştır.

Tablo 3.2. Öğütme işlemi uygulanmış olan numunelerin bileşimleri ve öğütme süreleri

Toz kodu	Tozların Bileşimi	Öğütme süresi (dk)	Fe (g)	Ni (g)
FO 1-1	Saf Demir	15	1.7425	-
FeO4-1	Saf Demir	30	1.7425	-
FeO 2-1	Saf Demir	60	1.7425	-
FeO 3-4	Saf Demir	120	1.7425	-
FNO1-1	Demir + %2Nikel	15	1.7075	0.035
FNO 4-1	Demir + %2Nikel	30	1.7075	0.035
FNO 2-1	Demir + %2Nikel	60	1.7075	0.035
FNO 3-2	Demir + %2Nikel	120	1.7075	0.035

3.2.4. Sinterleme işlemleri

Üretilen numunelerin sinterleme işlemleri argon gaz atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemi Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Malzeme laboratuvarında bulunan Elektra Rezistans marka atmosfer kontrollü boru tipi fırında yapılmıştır. Tüm numunelerin sinterleme işlemleri 1120 °C'de 30 dakika bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sıcaklığına ısıtma hızı 5 °C / dakikadır. Soğutma işleminde sıcaklık 800 °C'ye inene kadar 5 °C / dakika hız uygulanmıştır. Sonrasında fırın kendiliğinden soğumaya bırakılmıştır.

3.3. Numunelerin karakterizasyonu

3.3.1. Yoğunluk ölçümleri

Sinterlenen numunelerin, sinterleme sırasında yoğunlaşmadan dolayı boyut küçülmesi gerçekleşmektedir. Sinterleme sonrasında numunelerin tekrar ağırlık, kalınlık, uzunluk ve genişlik değerleri ölçmüştür. Ayrıca sinterlenen numunelerin Arşimet prensibi kullanarak yoğunluklarını bulabilmek için numuneler kuru ve su içinde askıda tartılmıştır.

3.3.2. Üç Nokta eğme testleri

Sinterlenen numuneler, yüzeyleri zımparalama işlemi yapıldıktan sonra 3 nokta eğilme testi için hazırlanmıştır. Numuneler, öğütülmüş ve öğütülmemiş, soğuk preslenmiş ve ılık sıkıştırılmış, sinterleme öncesi ve sinterlenmiş olarak 3 nokta eğilme testine tabi tutulmuştur. Bu test için Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Malzeme laboratuvarında bulunan SHİMADZU marka 50 kN kapasiteli universal çekme/basma cihazı kullanılmıştır. Şekil 3.5'te boyutları verilen numunelere uygulanan 3 nokta eğme testinde alt mesnetler arası açıklık 10 mm'dir. Her numunenin deney sonrasında gerilme ve birim şekil değiştirme diyagramı elde edilmiştir. Bu diyagramlardan numunelerin 3-nokta eğme dayanımı ve % şekil değişimi değerleri belirlenmiştir.

3.3.3. Sertlik ölçümleri

Sertlik ölçümleri öğütülmüş ve öğütülmemiş, soğuk preslenmiş ve ılık sıkıştırılmış, sinterleme öncesi ve sinterlenmiş numuneler için yapılmıştır. Sertlik ölçümleri Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Malzeme laboratuvarında bulunan Bulut Makine marka DigiRock model sertlik ölçme cihazı ile Brinell 10 yöntemine göre 62.5 kg yük ve 2.5 mm çaplı bilya kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her numuneden altı tane sertlik ölçümü alınmıştır ve ölçülen değerleri ortalama ve standart sapma değerleri hesaplanarak değerlendirilmiştir.

3.3.5. Metalografik incelemelerde kullanılan numunelerin hazırlanması

Sinterlenmiş ve sinterlenmemiş olan numunelerin mikroyapılarının incelenmesi için optik mikroskop kullanılmıştır. Demir alaşımli numunelerin sırasıyla 600, 1200, 2500,

4000 grit silisyum karbür zımparalarla, Forcipol 2V model, Metkon marka döner tablalarda, yüzeylerindeki pürüzler gidene kadar zımparalanmıştır. Optik mikroskop incelemeleri öncesinde, zımparalanmış olan numunelerin yüzeyleri 1 mikron elmas partikülleri içeren pasta ile çizik kalmayana kadar parlatılmıştır.

3.3.6. Dağlama işlemleri

Parlatılan numuneler %2'lik nital çözeltisine (2 ml nitrik asit + 98 ml etil alkol) daldırılıp 2-4 saniye bekleterek dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Numunelerin dağlanan yüzeyi su ile temizlenip kurutulmuştur.

3.3.4. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri

Optik mikroskop incelemeleri Akdeniz Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Malzeme laboratuvarında bulunan maksimum 1000 büyütme kapasiteli Nikon marka, Eclipse LV 150 model optik mikroskop ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin çeşitli bölgelerinden 50-1000 büyütme aralığında görüntüler alınmıştır ve incelenmiştir.

Kullanılmış olan başlangıç tozlarının, farklı sürelerde öğütülmüş olan tozların ve sinterlenmiş olan parçaların taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri ise Süleyman Demirel Üniversitesi Enerji Araştırmaları Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan FEI marka, Quanta FEG 250 model taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. SEM incelemeleri sırasında Enerji Dağılımlı Spektrometre (EDS) ile noktasal elemental analizler gerçekleştirilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

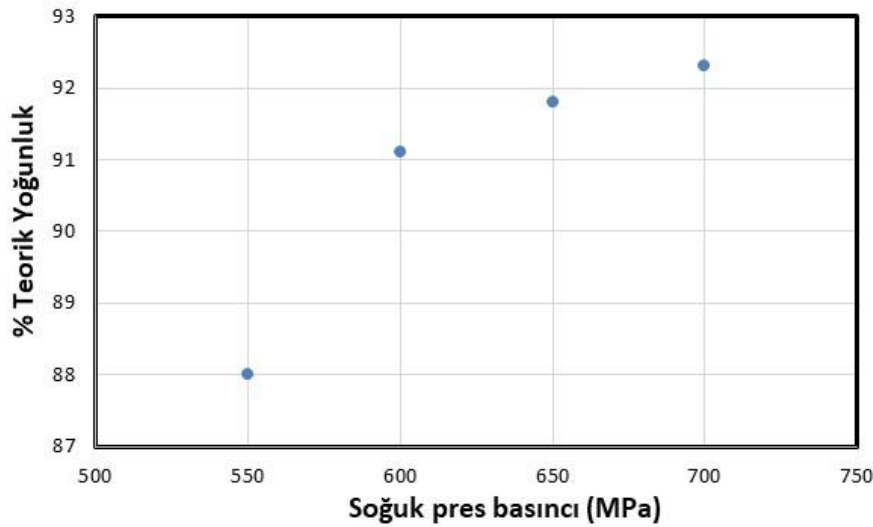
4.1. Soğuk presleme basıncının etkisi

Çalışmanın ilk aşamasında, ham numuneler soğuk presleme yöntemi ile üretilmiştir. Soğuk presleme basıncının parçanın yoğunluğu ve özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesi amacıyla 550-700 MPa arasındaki basınçlarda saf demir tozlarına soğuk presleme yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.1 ve Şekil 4.1'de sunulmaktadır.

Tablo 4.1 ve Şekil 4.1'de görüldüğü gibi, sıkıştırma basıncının artması ile, % teorik yoğunluk değerleri artmaktadır. En yüksek % 92.3 teorik yoğunluğa (geometrik) 700 MPa basınçta ulaşılmıştır. Fakat yüksek basınçlarda parçada yatay çatlak oluşması nedeniyle, parçaların üretiminde 600 MPa'dan daha yüksek basınç uygulanmamasına karar verilmiştir. Bu çalışmada üretilmiş olan numunelerin soğuk presleme işlemi 600 MPa basınç ile gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4.1. Soğuk presleme basıncının ham parçaların yoğunluğu üzerindeki etkisi

Basınç (Mpa)	Yük (ton)	Teorik yoğunluk	Taban alanı (mm ²)	Kalınlık (mm)	Geometrik yoğunluk	% teorik yoğunluk (geometrik)
550	4.9	7.87	88.26	2.8	6.92	88.0
600	5.3	7.87	88.26	2.7	7.18	91.1
650	5.7	7.87	88.26	2.65	7.23	91.8
700	6.2	7.87	88.26	2.65	7.27	92.3



Şekil 4.1. Soğuk presleme basıncının ham parçanın yoğunluğu üzerindeki etkisi

4.2. Öğütme işlemi uygulanmamış olan numunelerin sonuçları

Öğütme işlemi uygulanmamış olan tozlar, soğuk preslenmiş ve sonrasında sinterlenmiştir. Bu işlemler sonrasındaki numunelerin özellikleri aşağıdaki bölümlerde sunulmuştur.

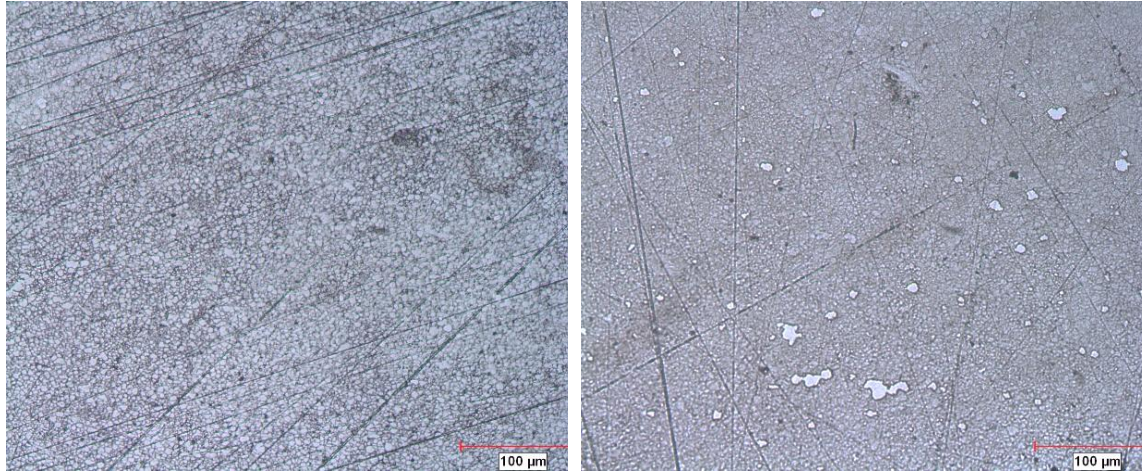
4.2.1. Soğuk presleme sonrası özellikler

Soğuk presleme sonrası sinterlenmemiş olan numuneler yoğunluk ve sertlik ölçümlerine ve 3-nokta eğme testlerine tabi tutulmuştur. Sonuçlar Tablo 4.2’de sunulmaktadır. Fe ve Fe-2Ni tozlarının preslenmesi ile elde edilmiş olan parçaların ham yoğunluk değerleri teorik yoğunluklarının % 85’i civarında olmuştur. Ham dayanım değerleri ise sırasıyla 22.5 ve 31.9 MPa olmuştur. Bu numunelerin sertlik ölçümleri sırasında kırılması nedeniyle, sertlik değerleri belirlenememiştir.

Tablo 4.2. Öğütme işlemi uygulanmadan soğuk preslenmiş olan numunelerin ham yoğunluk ve ham dayanım değerleri

Numune	% Teorik Yoğunluk (Geometrik)	% Teorik Yoğunluk (Suda)	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
Fe	91.25	84.70	22.5	4.63
FN	91.04	84.50	31.9	1.91

Ham parçaların dağlama işlemi uygulanmış olan optik mikroskop mikrografları Şekil 4.2’de sunulmaktadır. Her iki numunede de Fe tanelerinin yapısı görülmektedir. Bununla birlikte, Fe-2Ni numunesinde nikel parçacıkları beyaz partiküller olarak görülmektedir. Havanda karıştırma işlemi ile, nikel partiküllerinin demir partikülleri içinde homojen karışmadığı anlaşılmaktadır.



(a)

(b)

Şekil 4.2. Soğuk preslenmiş olan parçaların optik mikroskop mikrografları (a) Fe, (b) Fe-2Ni (dağlanmış mikroyapılar)

4.2.2. Sinterleme sonrası özellikler

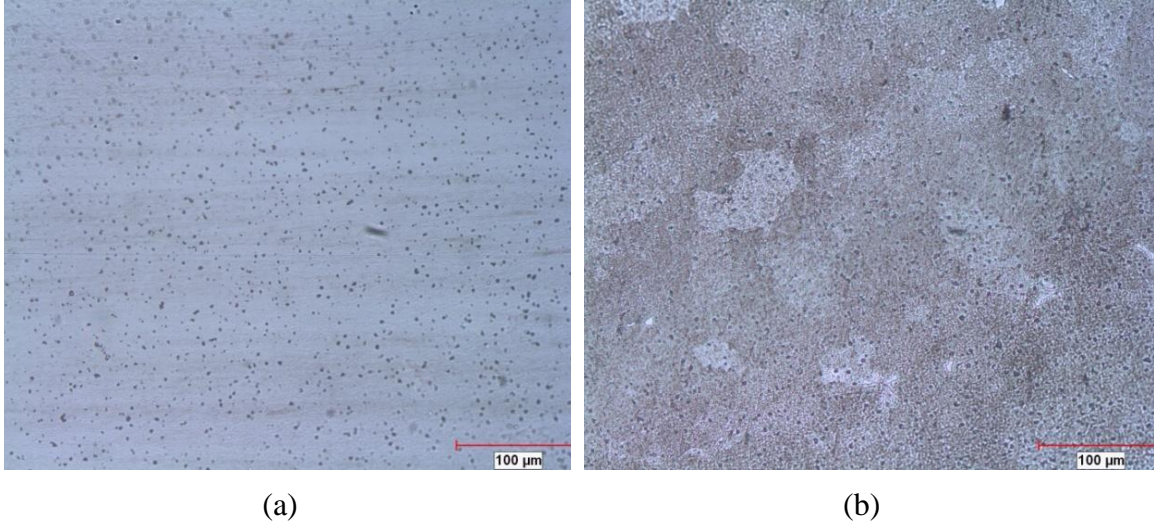
Öğütme işlemi uygulanmadan soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri Tablo 4.3'te sunulmaktadır. Sinterlenmiş olan numunelerin % teorik yoğunluklarının % 97-98 değerlerinde olduğu hesaplanmıştır. Suda askıda tartılarak hesaplanan teorik yoğunluk değerleri, geometrik olarak hesaplanan yoğunluk değerlerinden düşük olmuştur.

Tablo 4.3. Öğütme işlemi uygulanmadan soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

Numune	% Teorik Yoğunluk (Geometrik)	% Teorik Yoğunluk (Suda)	Sertlikler ortalama (HB10)	Sertlik std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
F 1-1	98.38	89.51	74.80	3.57	*	*
F 1-2	98.80	90.63	70.03	2.15	896.85	51.55
FN 1-1	97.40	93.38	88.70	4.06	896.85	35.17
FN 1-2	97.10	90.07	86.70	1.05	732.47	23.15

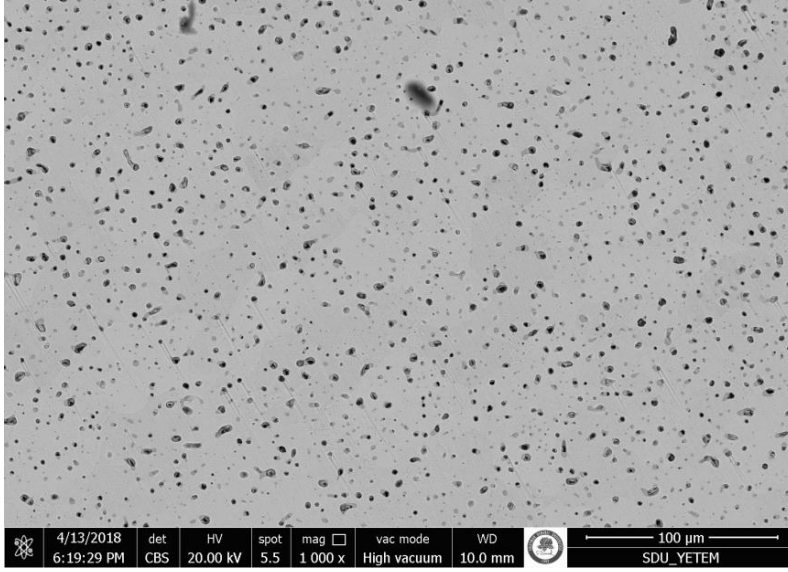
* Numunede yatay çatlak bulunması nedeniyle ölçülemedi

Öğütme işlemi uygulanmamış olan Fe tozların sinterlenmesi ile elde edilmiş olan numunelerin optik mikroskop mikrografları Şekil 4.3'te sunulmaktadır. Optik mikroskop incelemelerinde gözlenmiş olan siyah noktaların gözenek olduğu düşünülmüştür. Bu bölgeler taramalı elektron mikroskobu incelemeleri sırasında gerçekleştirilen enerji dağılımlı spektroskopi ile noktasal olarak analiz edilmiştir. Dağlama işlemi sonrasında yapıdaki taneler Şekil 4.3.b'de görülmektedir.

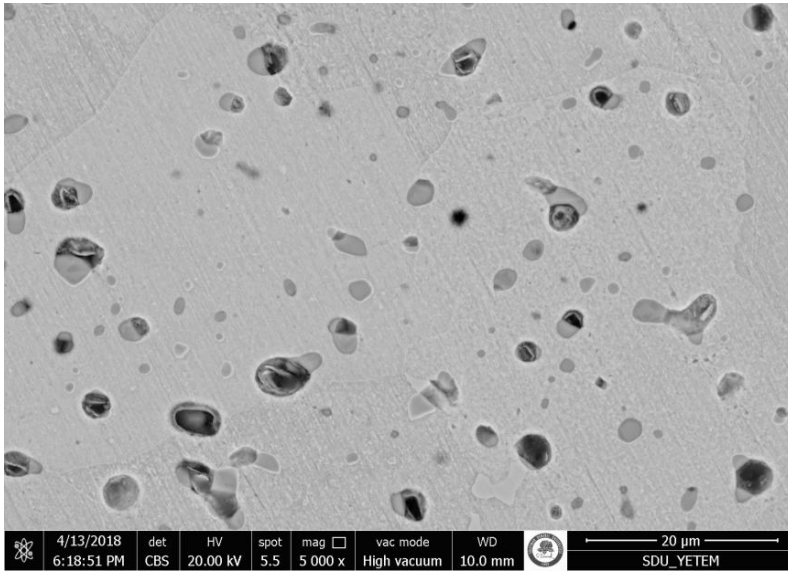


Şekil 4.3. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe numunenin optik mikroskop mikrografları (a) dağlanmamış, (b) dağlanmış

Öğütme işlemi uygulanmamış olan Fe tozların sinterlenmesi ile elde edilmiş olan numunelerin taramalı elektron mikroskobu mikrografları Şekil 4.4'te sunulmaktadır Bu mikrograflarda beyaz olan sürekli yapı demirdir. Şekil 4.4.b'de sunulan daha yüksek büyütme mikrografta görüldüğü gibi, hem siyah bölgelerin hem de küresel yakın şekilli gri tanelerin varlığı belirlenmiştir. Siyah bölgelerin gözenek olduğu anlaşılmaktadır.



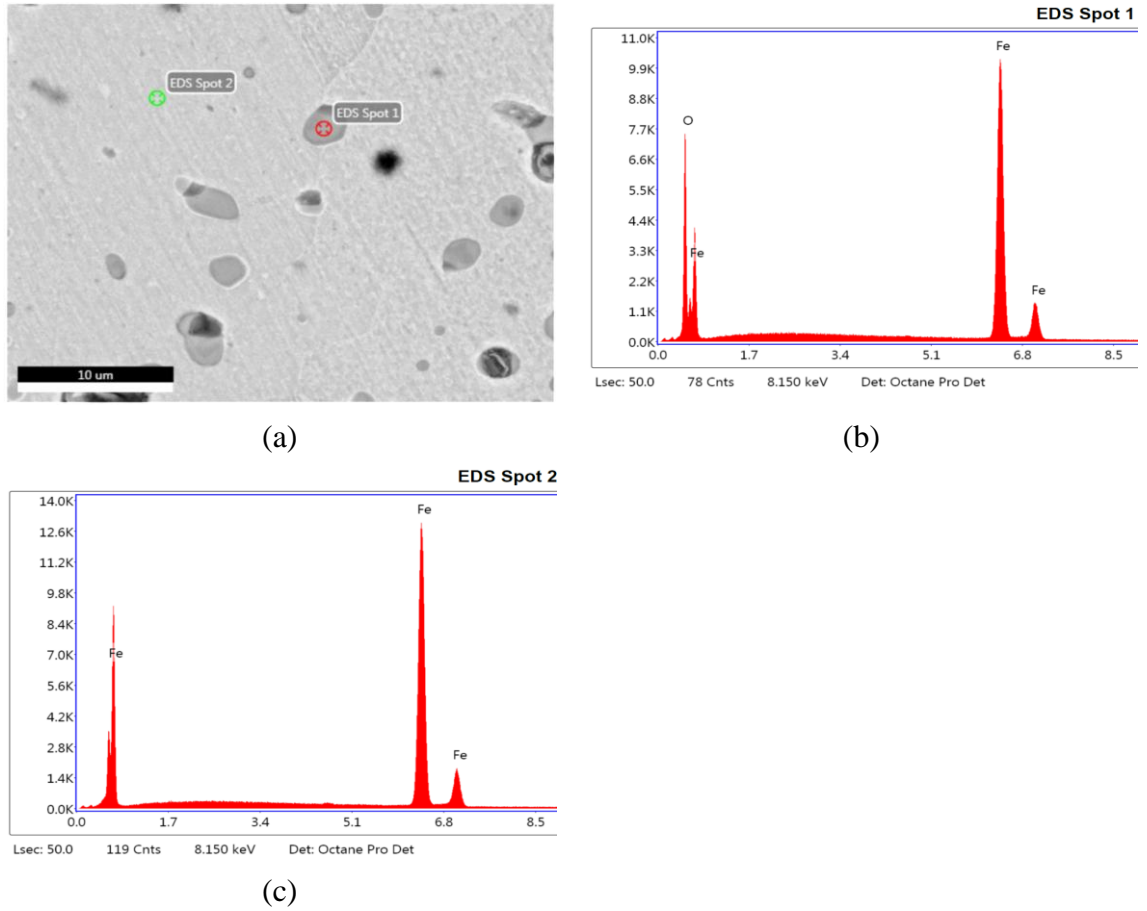
(a)



(b)

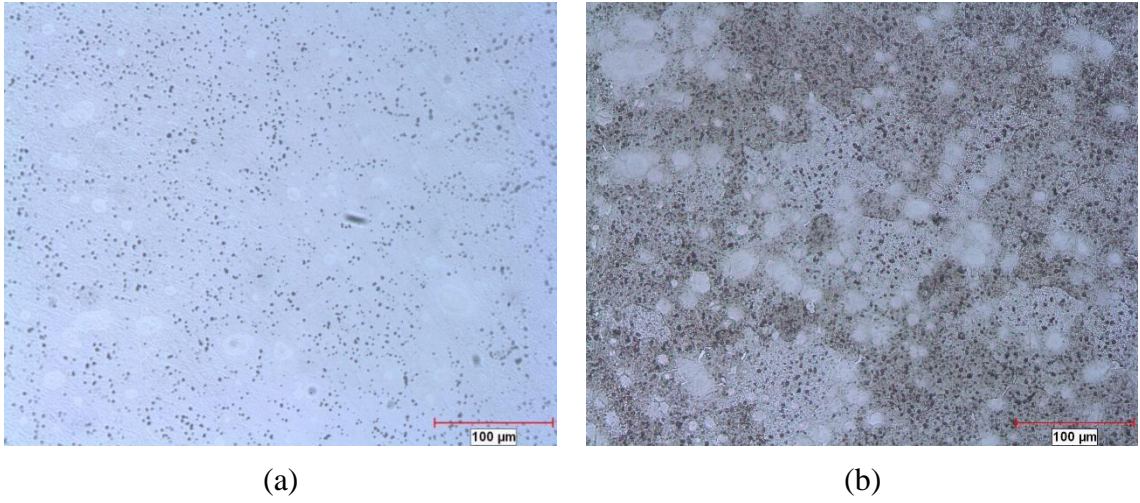
Şekil 4.4. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe numunenin taramalı elektron mikroskobu mikrografları (a) 1000X, (b) 5000X

Yapılan enerji dağılımlı spektrometre analizi (Şekil 4.5) gri bölgelerdeki oksit ve demir varlığı bu bölgelerin demir oksit olduğunu işaret etmektedir. Yapılan analizlerde, beyaz bölgelerin %100 demir olduğu anlaşılmıştır (Şekil 4.5.c). Gri bölgede ise oksijen ağırlıkça % 17.8, atomsal olarak % 43.02 bulunmuştur.



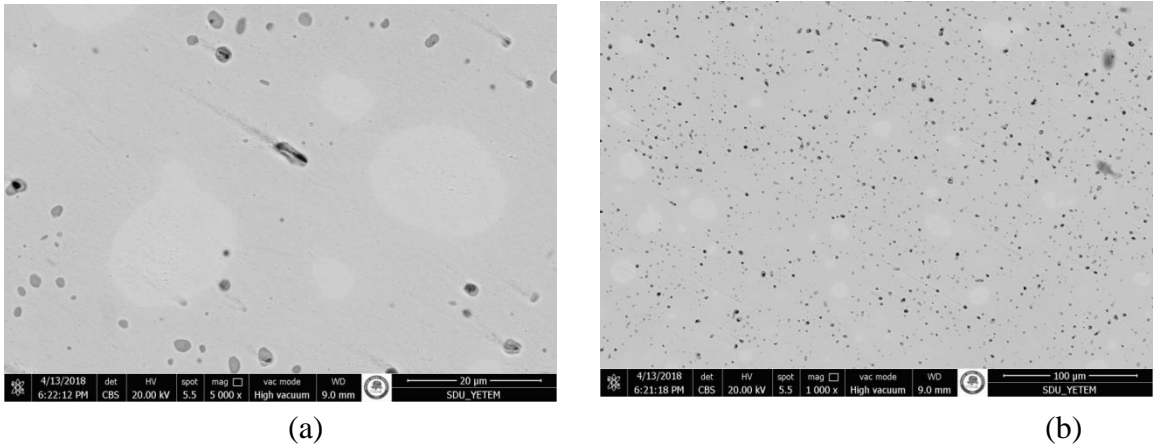
Şekil 4.5. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe numunenin enerji dağılımlı spektrometre analizleri (a) incelenen bölge, (b) spot 1'in analizi, (c) spot 2'nin analizi

Öğütme işlemi uygulanmamış olan Fe-%2Ni tozların sinterlenmesi ile elde edilmiş olan numunelerin optik mikroskop mikrografları Şekil 4.6'da sunulmaktadır. Saf demirin yapısına benzer şekilde gözenekler bu numunelerin de yapısında görülmektedir. Buna ek olarak nikel bulunan numunelerin optik mikroskop incelemelerinde, yapıda açık renkli bölgelerin bulunduğu görülmüştür. Dağlama işlemi öncesinde daha az belirgin olan bu bölgeler, dağlama işleminden sonra daha iyi ayırt edilmektedir (Şekil 4.6.b). Nikel içermeyen numunelerde bulunmayan bu bölgelerin nikel varlığı nedeniyle oluştuğu ve nikel partiküllerinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu bölgeler taramalı elektron mikroskobu incelemeleri sırasında gerçekleştirilen enerji dağılımlı spektroskopi ile noktasal olarak analiz edilmiştir.



Şekil 4.6. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-2 Ni numunenin optik mikroskop mikrografları (a) dağlanmamış, (b) dağlanmış

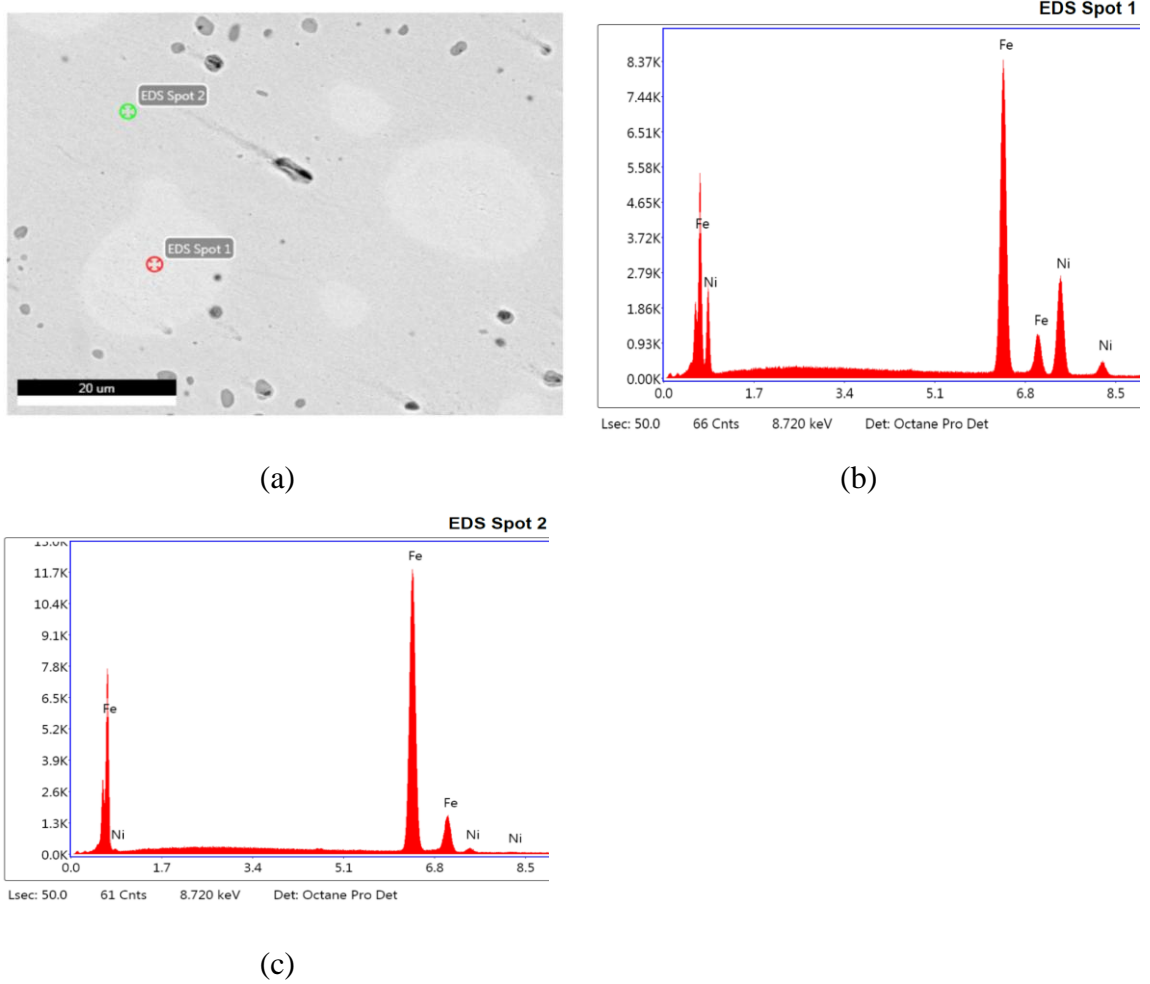
Öğütme işlemi uygulanmamış olan Fe-%2Ni tozların sinterlenmesi ile elde edilmiş olan numunelerin taramalı elektron mikroskobu mikrografları Şekil 4.7’de sunulmaktadır. Bu mikrograflarda görülen sürekli yapının demir, siyah bölgelerin gözenek ve gri taneciklerin demir oksit olduğu anlaşılmıştır. Şekil 4.7.b’de sunulan daha yüksek büyütme mikrografta görüldüğü gibi, yapıda beyaz bölgeler bulunmaktadır.



Şekil 4.7. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2 Ni numunenin taramalı elektron mikroskobu mikrografları

Yapılan enerji dağılımlı spektrometre analizleri Şekil 4.8’de sunulmuştur. Yapılan analizlerde, beyaz bölgelerde nikel ağırlıkça % 33.6, atomsal olarak % 32.50 bulunmuştur. Sürekli yapıda ise nikel oranı daha düşüktür. Sürekli yapıda nikel

ağırlıkça % 2.22, atomsal olarak % 2.12 bulunmuştur. Beyaz bölgelerdeki yüksek nikel oranı, bu bölgelerin çözünmekte olan nikel partikülleri olduğunu işaret etmektedir.



Şekil 4.8. Öğütülmemiş tozların sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-2Ni numunenin enerji dağılımlı spektrometre analizleri (a) incelenen bölge, (b) spot 1'in analizi, (c) spot 2'nin analizi

Öğütme işlemi uygulanmadan sinterlenmiş olan Fe ve Fe-%2Ni numunelerde en yüksek dayanım değerleri yaklaşık 900 MPa olmuştur. % uzama değerleri nikel içermeyen numunelerde daha yüksek olmuştur. Sertlik değerleri, nikel içermeyen numunelerde 70-75 HB10 aralığında olurken, nikel içeren numunelerde 87-89 HB10 aralığında olmuştur (Tablo 4.2).

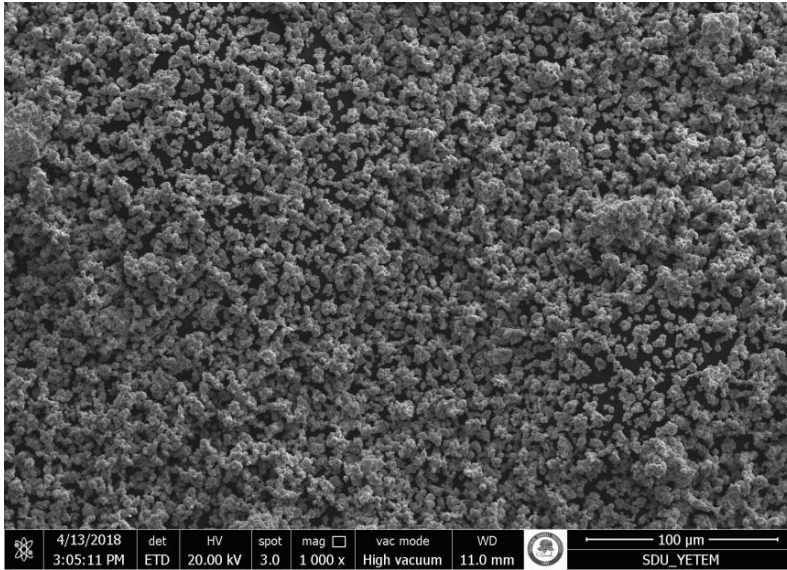
Bu şartlarda sinterlenmiş olan numunelerde nikel varlığının dayanımı değiştirmedığı, sertliği arttırdığı ve sünekliği azalttığı görülmektedir. Nikelin katı çözelti mukavemetlendirmesi ile demirin sertlik ve dayanımını arttırması beklenir. Elde edilen sonuçların nedeni, uygulanmış olan şartlarda nikelin, demir yapısında tam olarak çözünmemesi olabilir. Nikelin daha iyi çözünmesini sağlamak amacıyla daha yüksek

sinterleme sıcaklıkları gerektiği anlaşılmaktadır. Bu çalışmada ise, nikelin daha iyi çözünmesinin sağlanması amacıyla mekanik alaşımlama işlemi incelenmiştir.

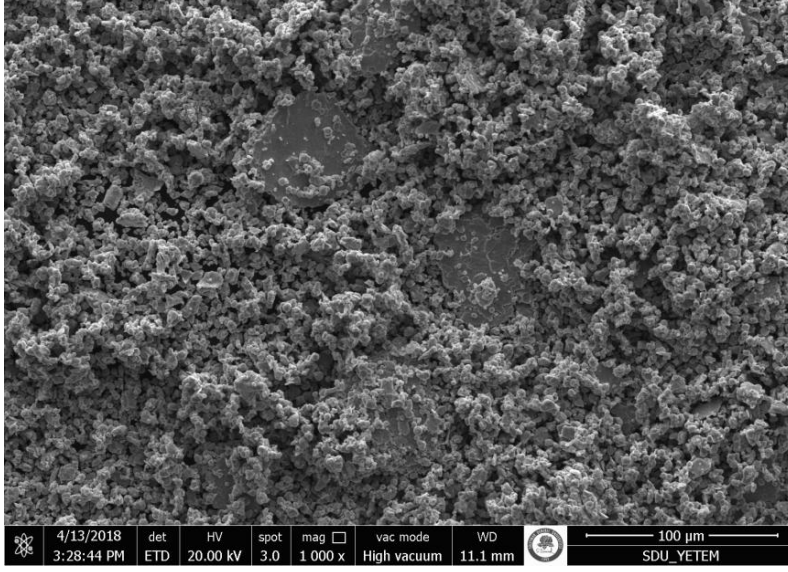
4.3. Öğütme işlemi ve öğütülmüş tozların özellikleri

Öğütme işleminin, Fe ve Fe-%2Ni tozlarının sinterlenmesi ve özellikleri üzerindeki etkilerinin incelenmesi amacıyla, tozlar 15, 30 60 ve 120 dakika, yöntem bölümünde açıklandığı gibi öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütme işlemi sonrasında tozlar taramalı elektron mikroskobu ve parçacık boyut analizlerine tabi tutulmuştur.

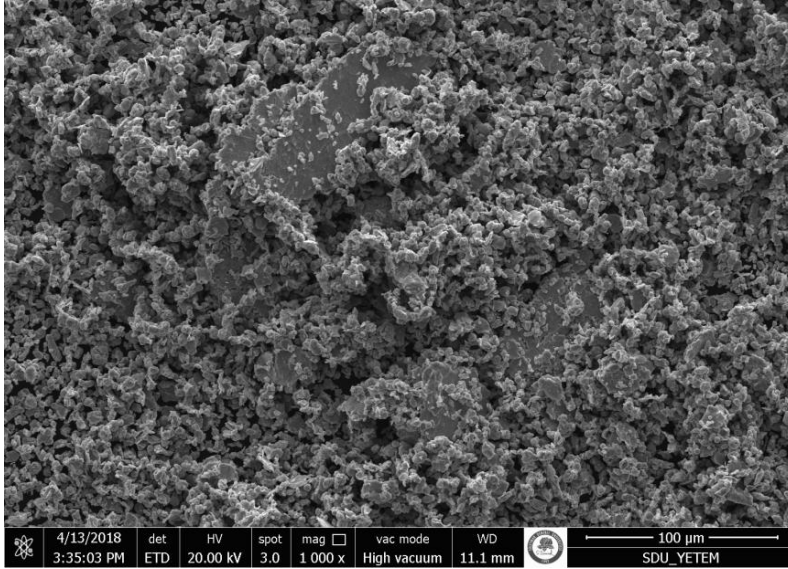
Belirtilen sürelerde öğütülmüş olan ve öğütülmemiş Fe tozlarının taramalı elektron mikroskobu mikrografları Şekil 4.9-4.13'de aynı büyütmede (1000 büyütme) sunulmaktadır. Öğütülmemiş olan Fe tozunun parçacık boyutunun 10 mikron civarında olduğu görülmüştür. 15 dakika öğütme sonucunda ezilerek birleşen Fe partiküllerinin oluşturduğu pul şeklini almış olan topraklar az oranda bulunmaktadır. Öğütme süresinin artması ile pul şeklindeki toprakların sayısının ve boyutunun arttığı görülmektedir. Pul şeklindeki toprakların çapının 100 mikron civarında ve kalınlığının 10-20 mikron aralığında olduğu görülmüştür.



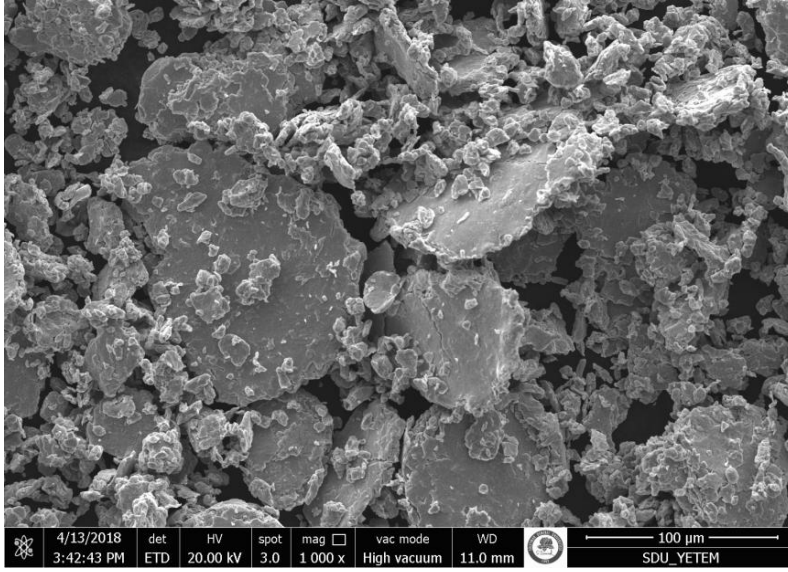
Şekil 4.9. Öğütülmemiş Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı



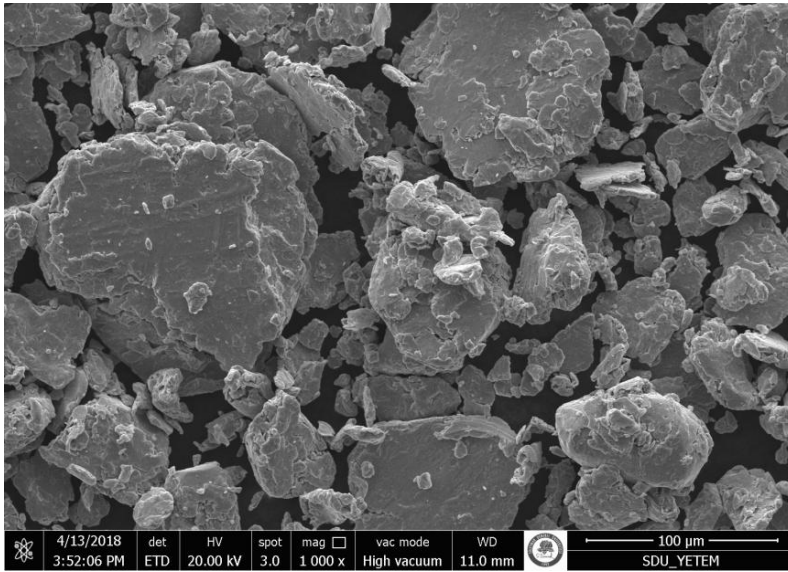
Şekil 4.10. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı



Şekil 4.11. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı

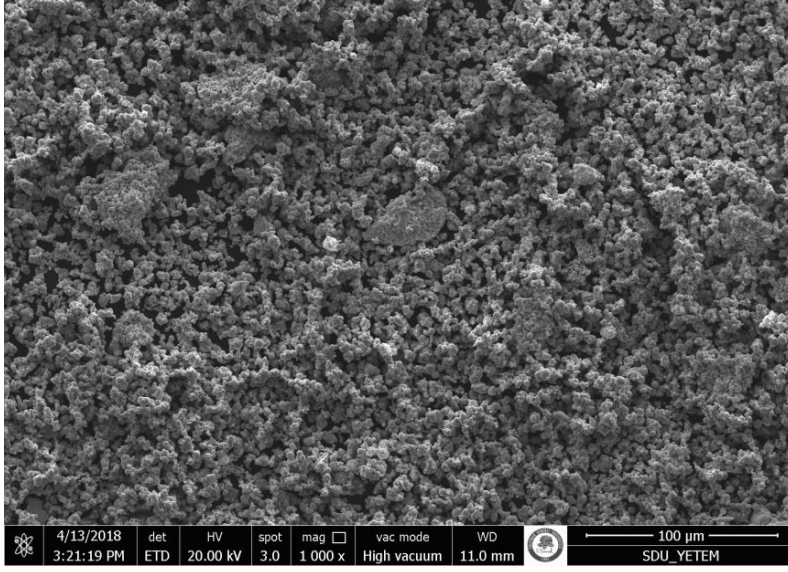


Şekil 4.12. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikroskopi

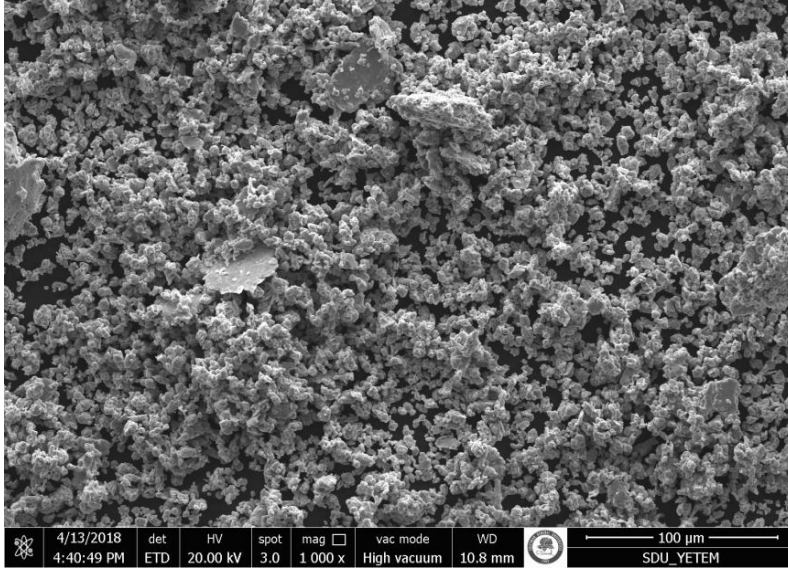


Şekil 4.13. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe tozunun taramalı elektron mikroskobu mikroskopi

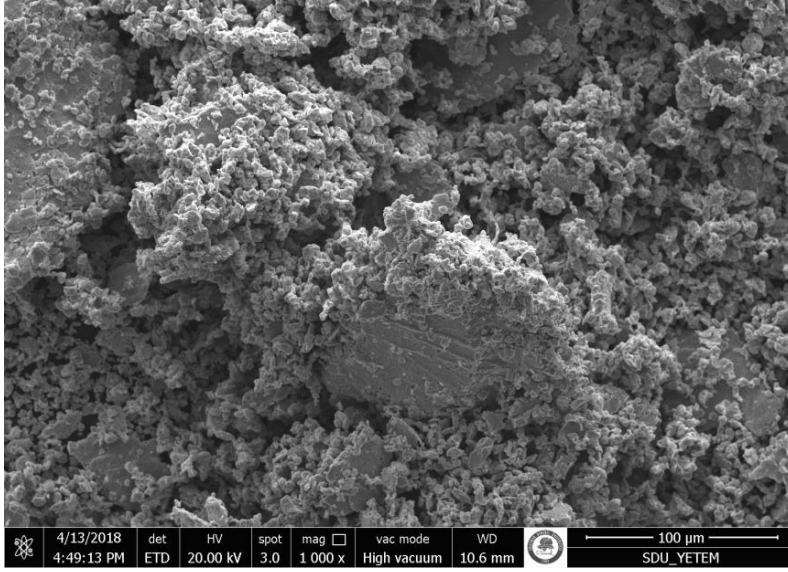
15-120 dakika öğütülmüş olan ve öğütülmemiş Fe-%2Ni tozlarının taramalı elektron mikroskobu mikroskopi Şekil 4.14-4.18’de aynı büyütmede sunulmaktadır. Öğütülmemiş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyutunun 10 mikron civarında olduğu görülmüştür. Fe partiküllerinin öğütülmesi sırasında oluşmuş olan pul şeklinde topaklar, Fe-2Ni tozlarının öğütülmesi sırasında da oluşmuştur. Öğütme süresinin artması ile pul şeklindeki topakların sayısının ve boyutunun arttığı görülmektedir.



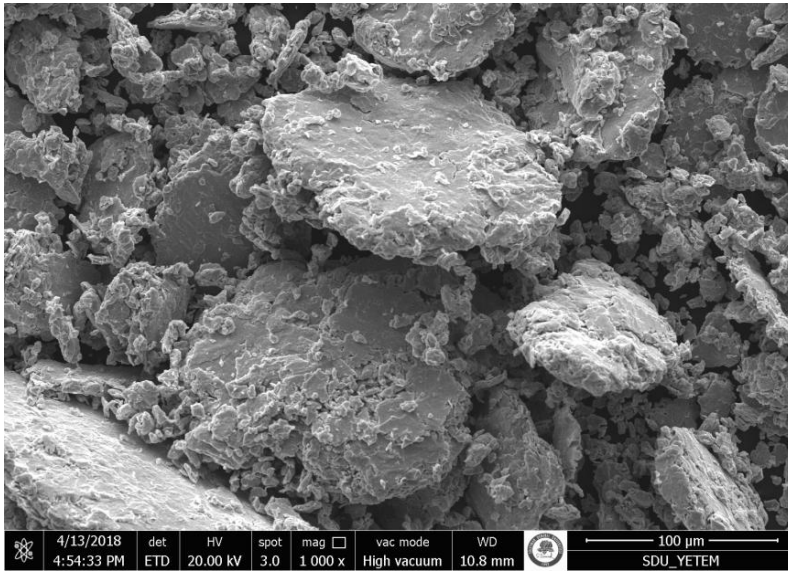
Şekil 4.14. Öğütülmemiş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı



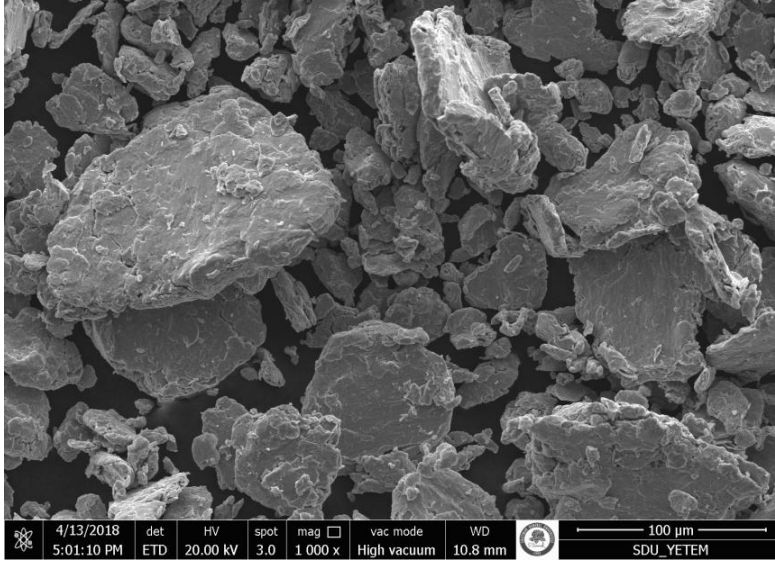
Şekil 4.15. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı



Şekil 4.16. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı

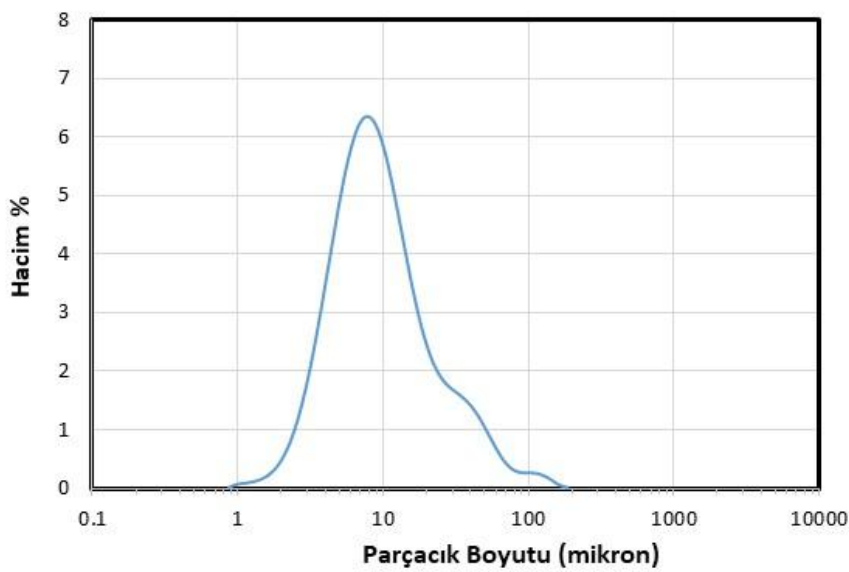


Şekil 4.17. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografı

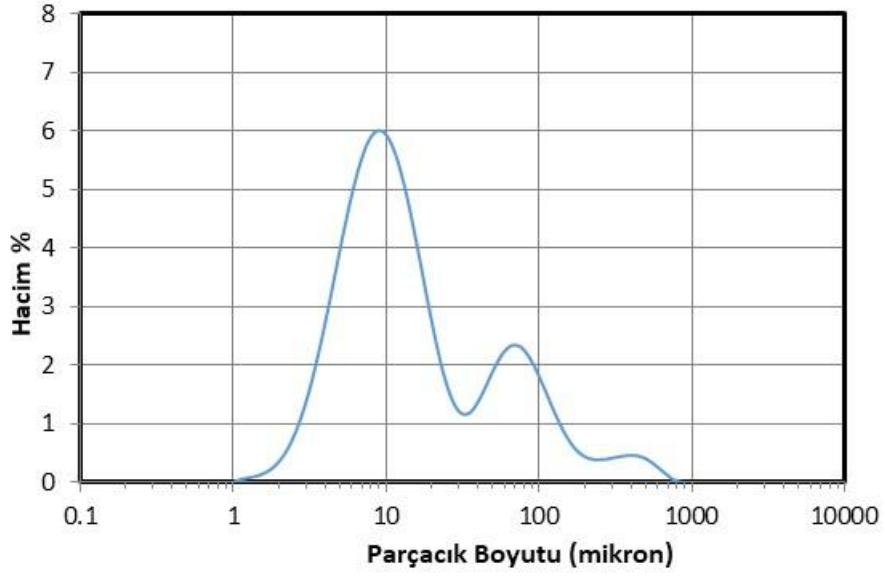


Şekil 4.18. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe-2Ni tozunun taramalı elektron mikroskobu mikrografi

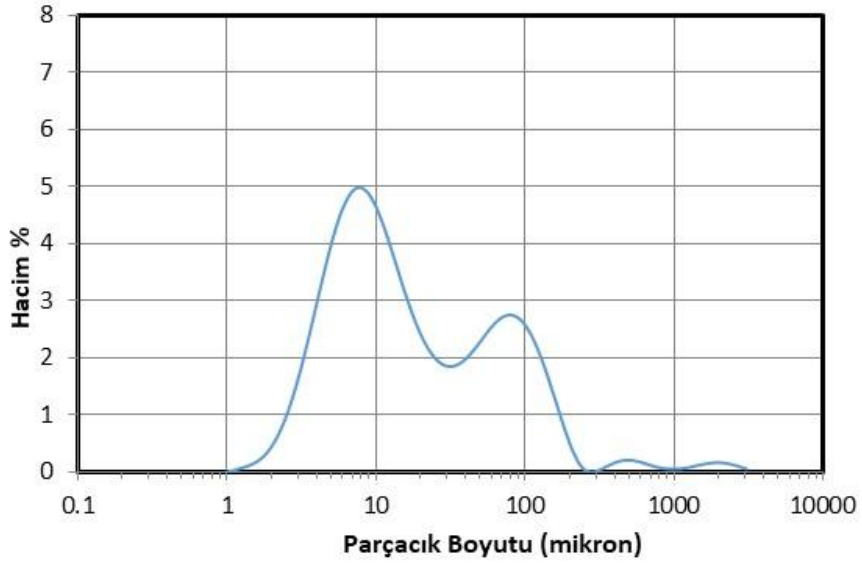
Öğütülmemiş Fe tozunun ve 15, 30, 60, 120 dakika sürelerle öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılım grafikleri Şekil 4.19-4.23'te sunulmaktadır. Öğütülmemiş Fe tozunun ortalama parçacık boyutunun 10 mikronun altında olduğu görülmektedir. Onbeş ve otuz dakika öğütmeler sonucunda parçacık boyut dağılımı bimodal karakter göstermiş ve 70-80 mikron ortalama parçacık boyutunda bir dağılım daha oluşmuştur. 60 dakika öğütme sonucunda ikinci pik baskın hale gelmiştir. 120 dakika öğütme sonucunda ise, ortalama boyutu 300 mikron olan yeni bir dağılım oluşmaya başlamıştır. Parçacık boyut dağılımı grafiklerinde gözlenen bu yeni pikler, büyük ihtimalle taramalı elektron mikroskobu incelemelerinde gözlenmiş olan topraklardan kaynaklanmaktadır.



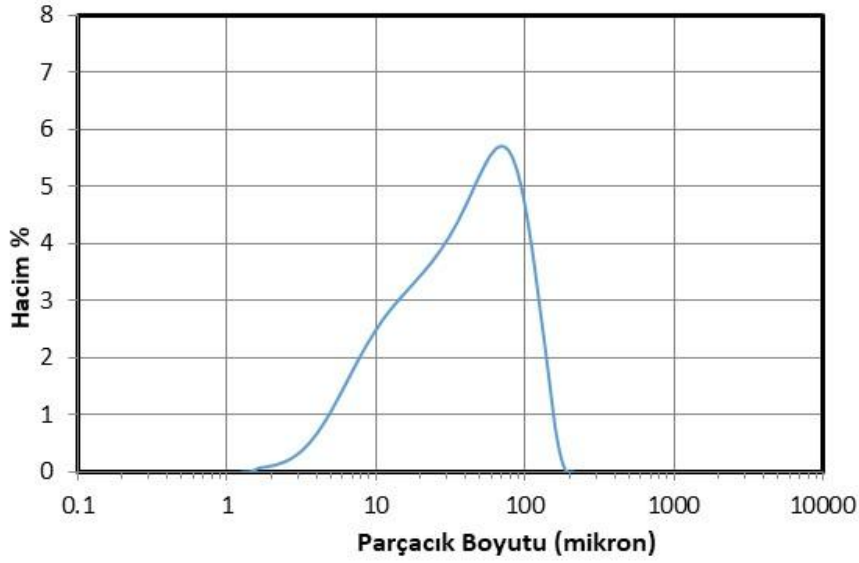
Şekil 4.19. Öğütülmemiş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



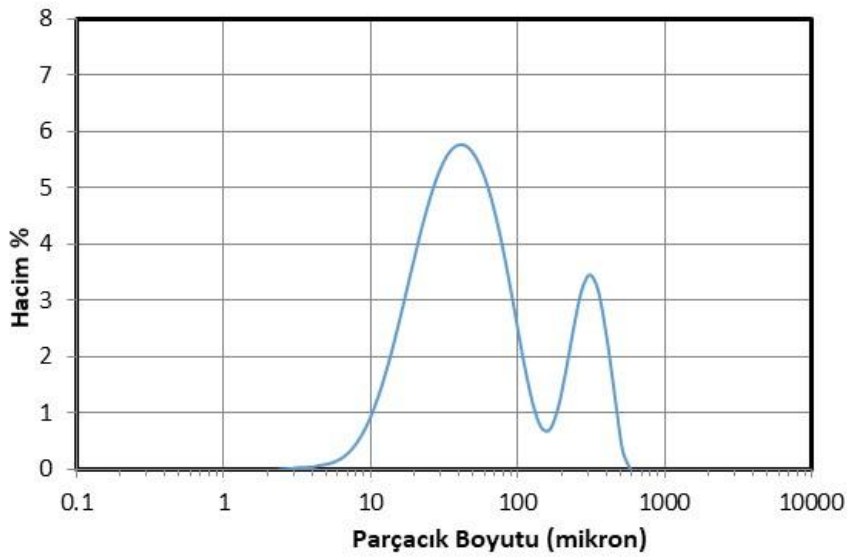
Şekil 4.20. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



Şekil 4.21. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



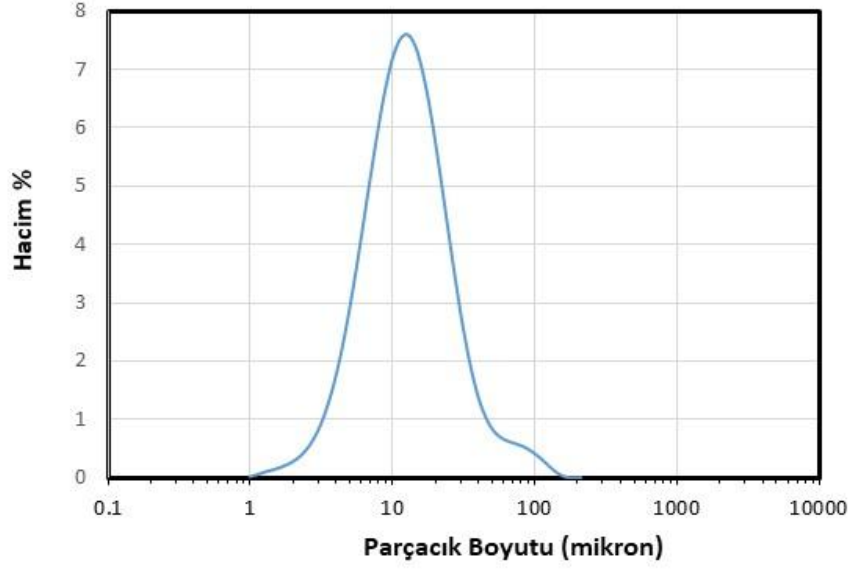
Şekil 4.22. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



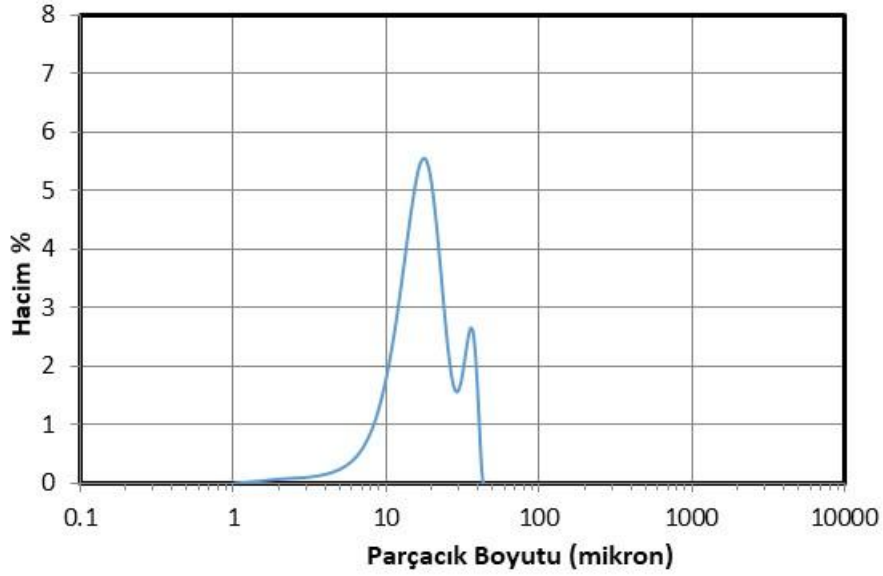
Şekil 4.23. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği

Öğütülmemiş Fe-%2Ni tozunun ve 15, 30, 60, 120 dakika sürelerle öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılım grafikleri Şekil 4.24-4.28'da sunulmaktadır. Öğütülmemiş Fe-%2Ni tozunun ortalama parçacık boyutunun 10 mikron civarında olduğu görülmüştür. Onbeş ve otuz dakika öğütmeler sonucunda parçacık boyut dağılımı bimodal karakter göstermiş ve ortalaması 20 mikron ve 40 mikron olan iki dağılım oluşmuştur. 60 dakika öğütme sonucunda ortalaması 20 mikron ve 70 mikron olan iki dağılımın birleşiminden oluşan bir dağılım oluşmuştur. 120 dakika öğütme sonucunda ise, ortalama boyu 40 mikron olan genel bir dağılım vardır. Parçacık boyut dağılımı grafiklerinde gözlenen yeni pikler, büyük ihtimalle taramalı elektron

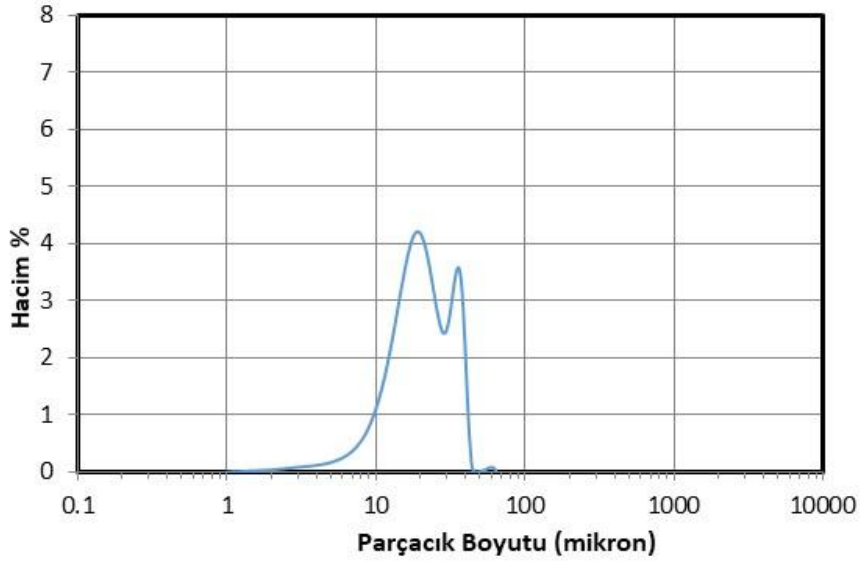
mikroskobu incelemelerinde gözlenmiş olan topraklardan kaynaklanmaktadır.



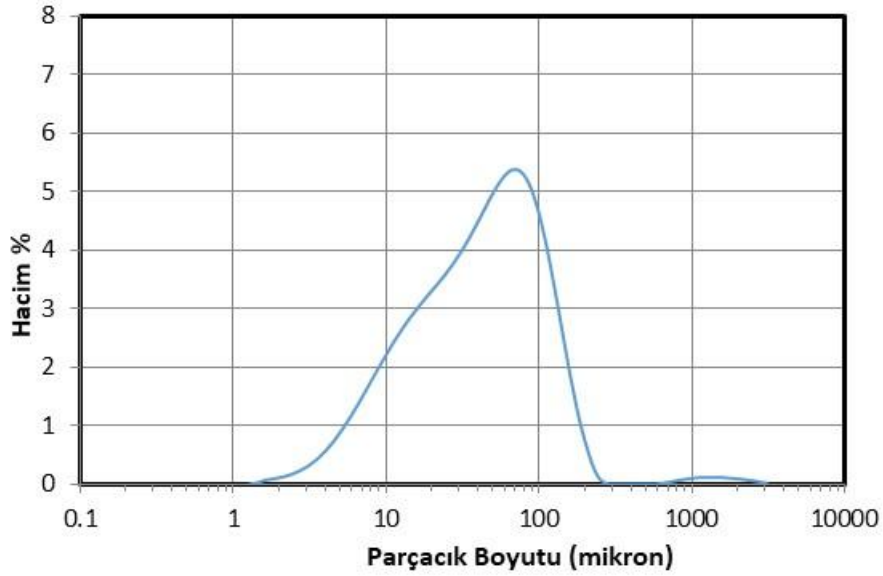
Şekil 4.24. Öğütülmemiş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



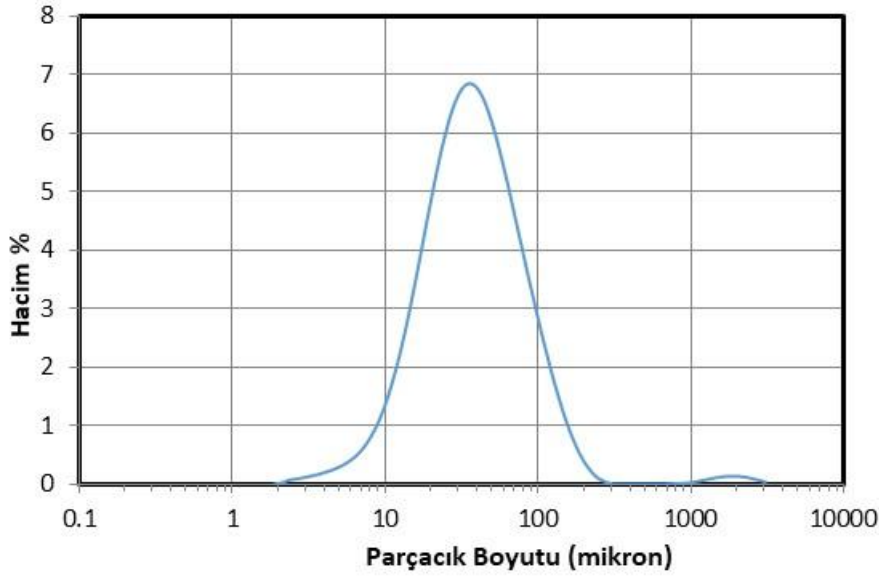
Şekil 4.25. Onbeş dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



Şekil 4.26. Otuz dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



Şekil 4.27. Altmış dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği



Şekil 4.28. Yüzyirmi dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozunun parçacık boyut dağılımı grafiği

4.4. öğütme işlemi uygulanmış ve soğuk preslenmiş numuneler

Fe ve Fe-2Ni tozları öğütme işlemi sonrasında soğuk preslenmiştir. Elde edilmiş olan numuneler mikroyapı incelemelerine, yoğunluk ve sertlik ölçümlerine ve 3-nokta eğme testlerine tabi tutulmuştur.

Tablo 4.4 ve 4.5'te sunulan verilerde görüldüğü gibi numunelerin teorik yoğunlukları % 81.7 ile 85.4 arasında değişmektedir. 60 dakika öğütme süresine kadar parçaların yoğunluklarında belirgin bir değişiklik gözlenmemiştir. En düşük yoğunluk değerleri 120 dakika öğütülmüş olan tozların soğuk preslenmesi ile elde edilmiş olan parçalara aittir. Şekil 4.29 ve 4.30'da sunulan mikrograflarda 120 dakika öğütme sonrasında soğuk preslenmiş olan parçaların yapılarında gözenek görünmektedir. Bunun nedeninin öğütme sırasında partiküllerin deformasyona uğrayarak pekleşmesi ve ezilerek topaklanmaları olduğu düşünülmektedir.

Tablo 4.4. Soğuk preslenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

Süre (dk)	Numune No	Yoğunluk % Teo (Suda)	Sertlikler ortalama (HB10)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	Fe	84.7	*	*	22.5	4.6
15	FO1B	82.1	*	*	18.9	1.2
60	FO2B	82.3	44.0	7.1	8.6	4.9
120	FO3B	81.7	50.0	5.3	3.11	3.2

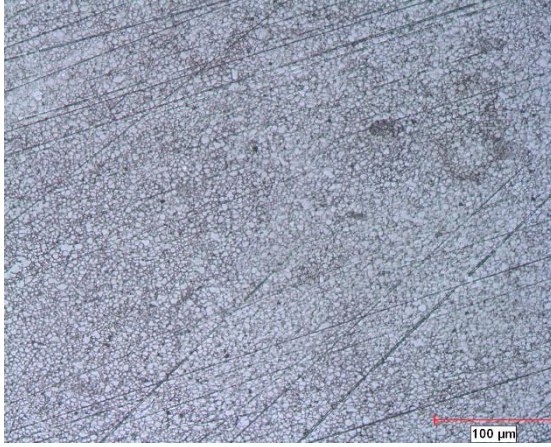
* sertlik ölçümü sırasında numune kırıldığı için ölçülememiştir.

Tablo 4.5. Soğuk preslenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

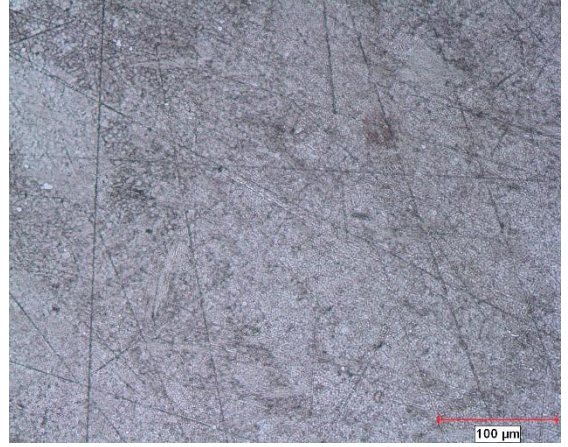
Süre (dk)	Numune No	Yoğunluk % Teo (Suda)	Sertlikler ortalama (HB10)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	FN	84.5	*	*	31.9	1.9
15	FNO1B	83.4	*	*	20.5	3.3
30	FNO4	82.5	59.5	1.5	16.0	1.8
60	FNO2B	82.0	53.2	1.0	10.9	2.5
120	FNO3B	82.1	*	*	4.6	1.9

* sertlik ölçümü sırasında numune kırıldığı için ölçülememiştir.

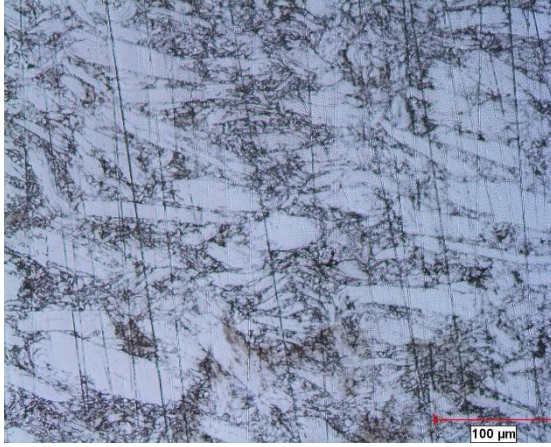
Öğütme işlemi sırasında Fe ve Fe-2Ni tozlarının ezilerek topaklandığı önceki bölümde sunulmuş olan taramalı elektron mikrograflarında görülmektedir. Bu kalın pul şeklindeki topakların soğuk presleme ile biraraya geldiği mikroapılar Şekil 4.29 ve 4.30'da sunulmaktadır. Öğütme süresinin artması ile, yapıda görülen tabakalar şeklindeki topakların miktarının arttığı görülmektedir. Bu yapıların miktarının özellikle 60 ve 120 dakika öğütme süreleri sonucunda arttığı görülmektedir.



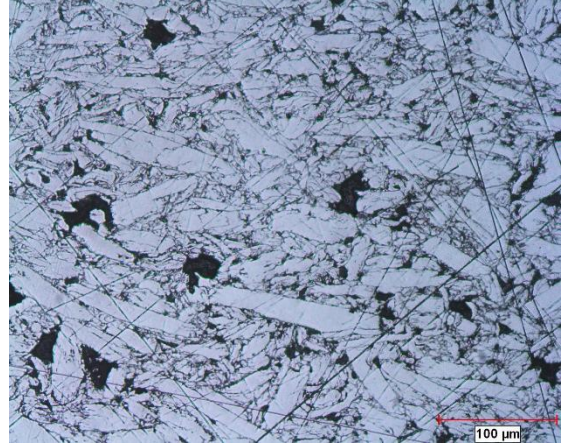
(a)



(b)



(c)

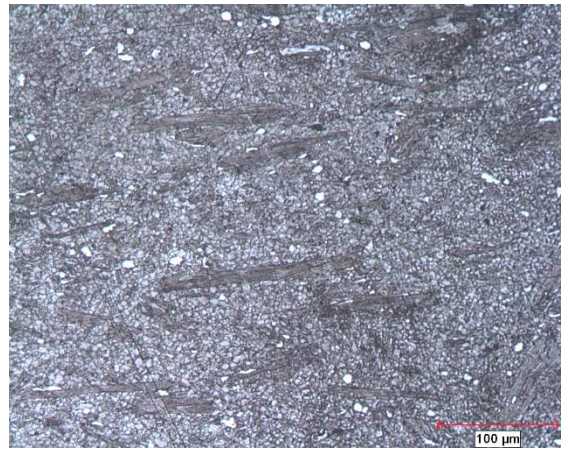


(d)

Şekil 4.29. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 60, (d) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının soğuk preslenmesi ile üretilmiş Fe parçaların optik mikroskop mikrografları

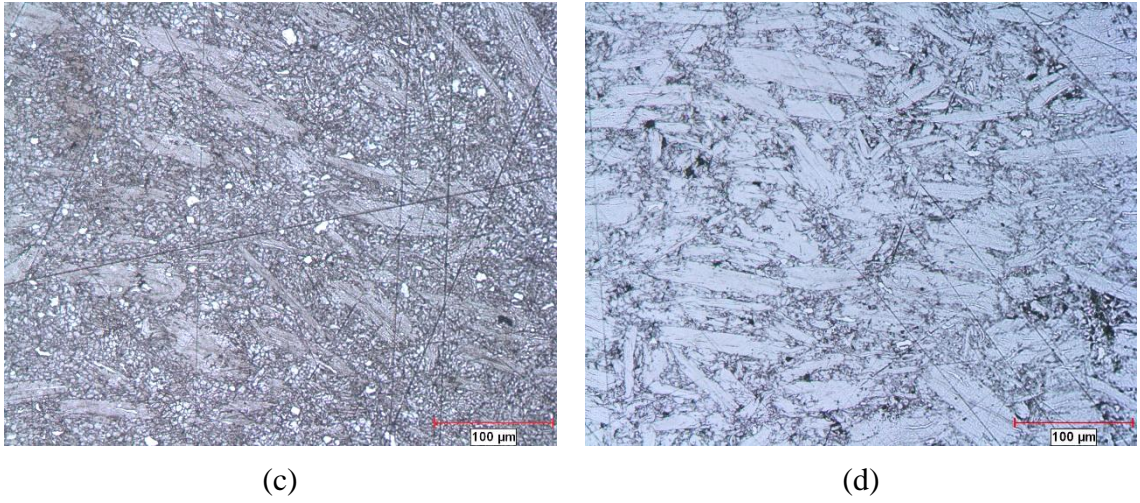


(a)



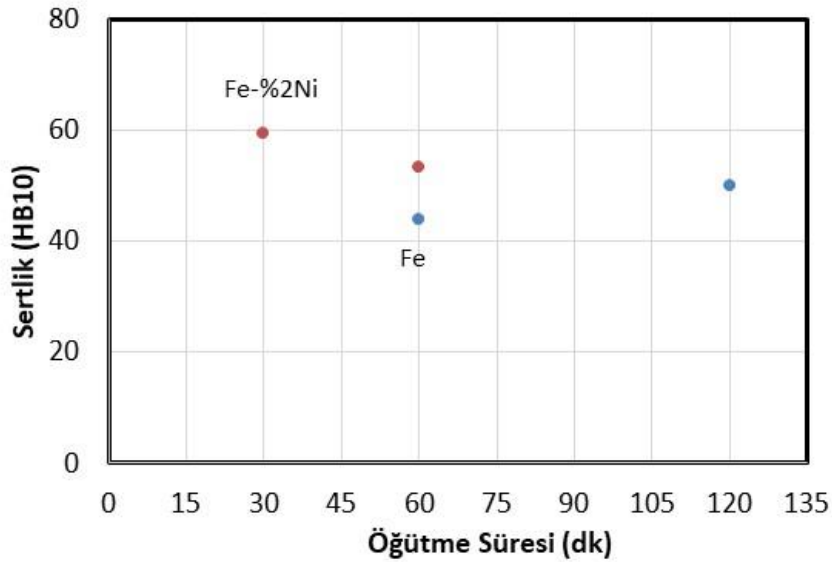
(b)

Devamı Arkada



Şekil 4.30. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ile üretilmiş Fe parçalarının optik mikroskop mikrografları

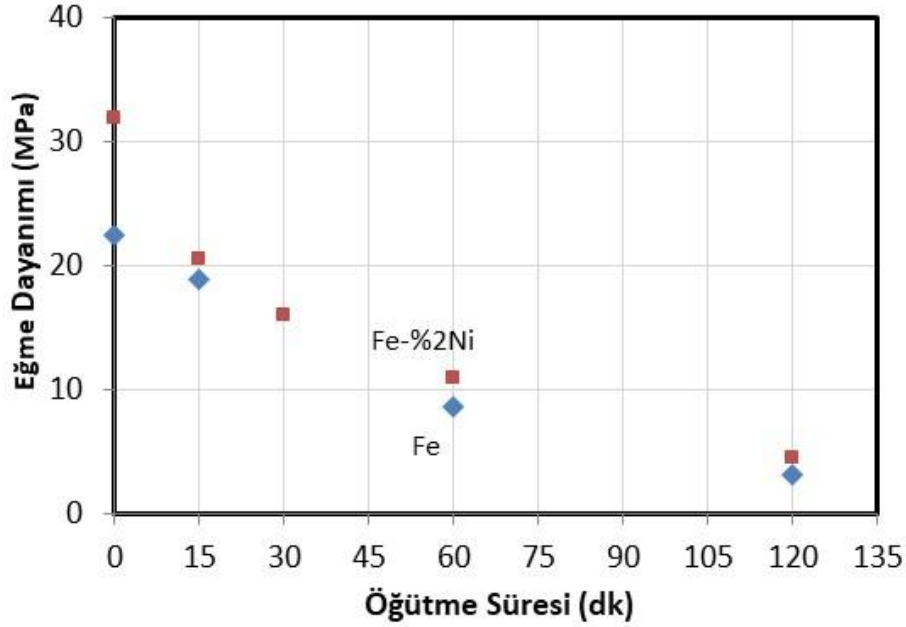
Soğuk presleme ile üretilmiş olan parçaların sertlik değerleri Şekil 4.31’de sunulmaktadır. Sertlik değerleri 44-60 HB10 arasında değişmektedir. Bazı numunelerin sertlik ölçümü sırasında kırılması nedeniyle bu numunelerin sertlik değerleri belirlenememiştir.



Şekil 4.31. Öğütülmemiş ve çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ile elde edilmiş parçalarının sertlik değerleri

Soğuk presleme ile üretilmiş olan ham parçaların eğme dayanımı değerleri Şekil 4.32’de sunulmaktadır. Eğme dayanımı değerleri öğütülmemiş tozlardan üretilen numunelerde 22-32 MPa değerlerinden, 120 dakika öğütülmüş tozların soğuk preslenmesi ile üretilen numunelerde 3.1, 4.6 MPa değerlerine düşmüştür. Ham dayanım değerlerindeki

düşüşün nedeninin, öğütme işlemi ile pekleşen tanelerin presleme sırasında deformasyona uğrayamaması nedeniyle birbirine mekanik kilitlenememesi ve öğütme sırasında meydana gelen tane büyümesi olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.32. Öğütülmemiş ve çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ile elde edilmiş parçaların eğme dayanımı değerleri

4.5. Öğütme işlemi uygulanmış, soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş numunelerin sonuçları

Tozlar değirmende farklı saatlerde öğütülerek hazırlanmıştır. Hazırlanan tozlar 5.3 MPa basınçla soğuk preslenmiştir ve 1120 °C’de 30 dakika sinterlenmiştir. Elde edilen sonuçlar öğütme süresine göre Tablo 4.5 ve Şekil 4.10’da sunulmaktadır.

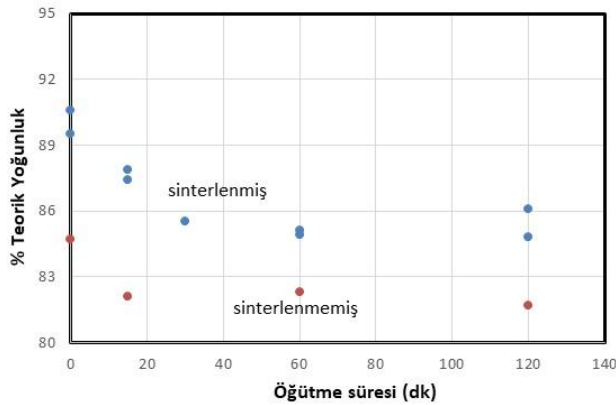
Öğütülmemiş Fe tozların sinterlenmesi ile üretilen numunelerin yoğunluk değerleri teorik yoğunluğun % 90’ı civarında olurken, öğütülmüş Fe tozların sinterlenmesi ile üretilen numunelerin yoğunluk değerlerinin daha düşük olduğu Tablo 4.6’da görülmektedir. Bunun nedeninin, öğütme işlemi nedeniyle deformasyona uğrayan toz partiküllerinin pekleşmesi ve sertleşmesi nedeniyle sıkıştırılabilirliklerinin azalması olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte, öğütme işlemi sonucunda partiküllerin ezilerek topaklandığı, taramalı elektron mikroskobu incelemelerinden anlaşılmıştır. Büyüyen partikül boyutunun da tozların sıkıştırılabilirliğini düşürdüğü düşünülmektedir.

Tablo 4.6. Soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

Süre (dk)	Numune No	Yogunluk % Teo (Suda)	Sertlikler ortalama (HB10)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	Fe 1-1	89.5	74.8	3.57	*	*
0	Fe 1-2	90.6	70.0	2.15	896.85	51.54
15	FO 1-1	87.9	68.50	3.62	821.37	41.47
15	FO 1-2	87.4	73.67	2.54	575.91	23.15
30	FeO4-1	85.5	53.08	4.07	706.51	32.11
60	FeO 2-1	85.1	56.05	3.44	500.00	33.00
60	FeO 2-4	84.9	54.90	2.85	572.42	37.18
120	FeO 3-4	86.1	32.95	1.10	187.41	11.61
120	FeO 3-5	84.8	34.08	1.46	178.06	9.63

* numunede yatay çatlak bulunması nedeniyle ölçülememiştir

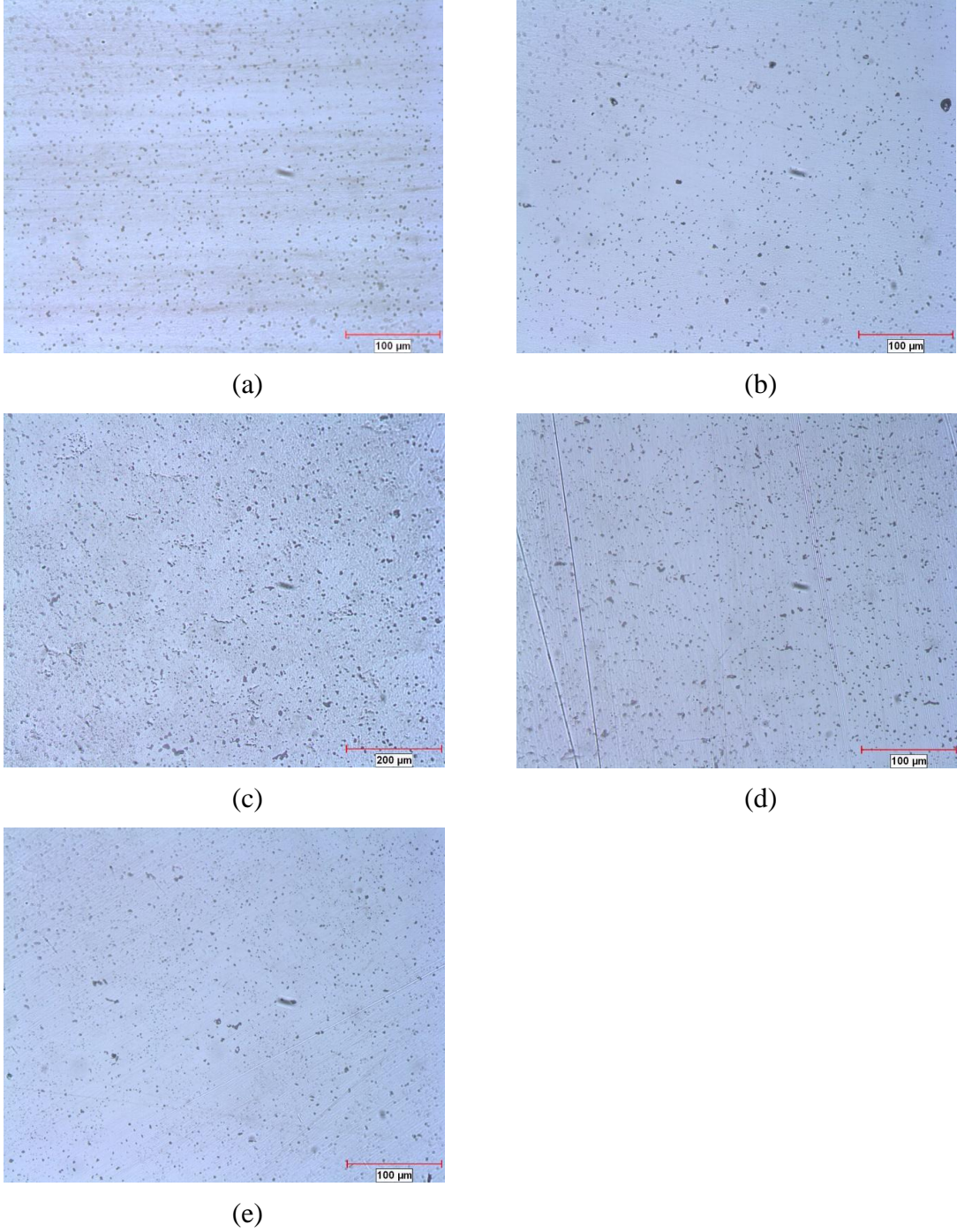
Fe tozu ile üretilmiş olan parçaların sinterleme öncesi ve sonrası % teorik yoğunluk değerleri Şekil 4.33'te sunulmaktadır. Sinterleme öncesi % 82-85 aralığında olan % teorik yoğunluk değerleri, sinterleme sonrasında % 85-91 aralığında olmuştur. Öğütme süresindeki artış ile her iki seride de % teorik yoğunluk değerleri düşmektedir.



Şekil 4.33. Fe tozu ile üretilmiş olan parçaların sinterleme öncesi ve sonrası % teorik yoğunluk değerleri

Öğütülmemiş, 15, 30, 60, 120 dakika öğütülmüş olan Fe tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe parçaların optik mikroskop mikrografları Şekil 4.29'da

sunulmaktadır. Öğütülmemiş numuneler üzerinde yapılmış olan incelemelerin bulgularına paralel olarak, çeşitli sürelerde öğütülmüş numunelerin mikroyapılarında siyah bölgeler halinde görülen gözenek ve optik mikroskopta benzer görüntü veren demir oksit parçacıkları bulunmaktadır.



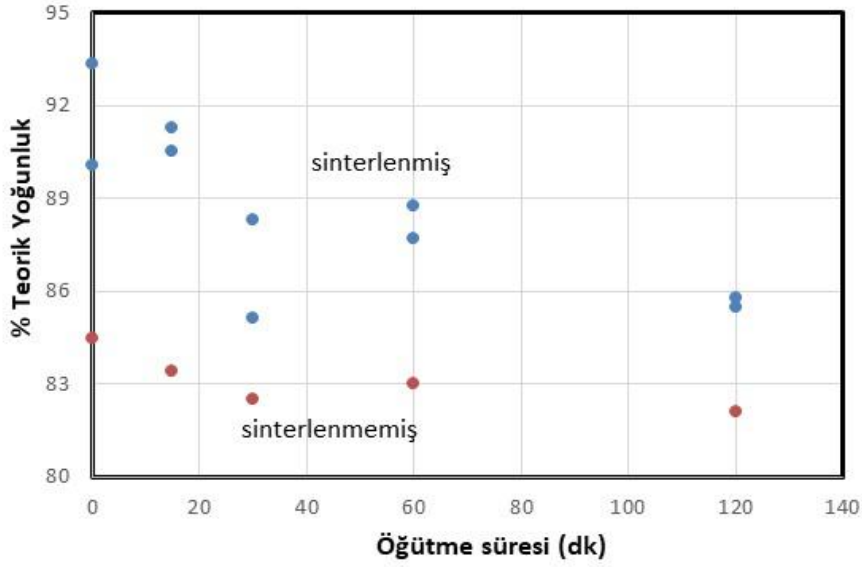
Şekil 4.34. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe parçalarının optik mikroskop mikroyapıları

Öğütülmemiş Fe-%2Ni tozların sinterlenmesi ile üretilen numunelerin yoğunluk değerleri teorik yoğunluğun % 90-93'ü civarında olurken, öğütülmüş Fe-2Ni tozların sinterlenmesi ile üretilen numunelerin yoğunluk değerlerinin daha düşük olduğu Tablo 4.5'te görülmektedir. 60 ve 120 dakika öğütülmüş olan numunelerde yoğunluk değerleri % 87-85'e düşmektedir. Saf Fe tozlarındaki davranışla aynı şekilde bunun nedeninin, öğütme işlemi nedeniyle deformasyona uğrayan toz partiküllerinin pekleşmesi ve sertleşmesi nedeniyle sıkıştırılabilirliklerinin azalması olduğu düşünülmektedir.

Tablo 4.7. Soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresi, yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

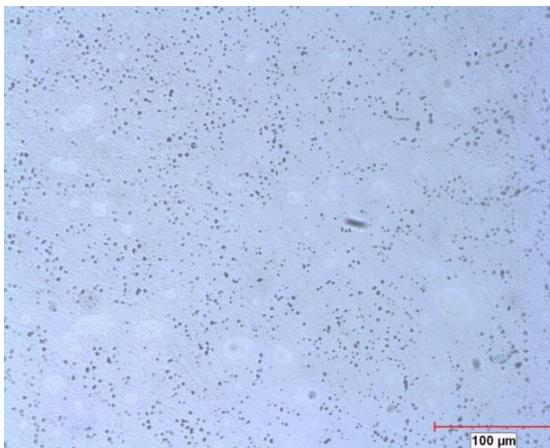
Süre (dk)	Numune No	Yoğunluk % Teo (Suda)	Sertlikler ortalama (HB10)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	FeN 1-1	93.38	88.70	4.06	896.85	35.17
0	FeN 1-2	90.07	86.70	1.05	732.47	23.15
15	FNO1-1	90.51	85.68	2.97	678.79	20.78
15	FNO1-2	91.28	90.10	3.39	706.19	17.12
30	FNO 4-1	85.11	59.9	1.62	658.72	23.71
30	FNO 4-2	88.31	64.33	2.27	616.94	24.62
60	FNO 2-1	88.76	58.83	2.02	458.91	21.77
60	FNO 2-2	87.70	57.23	3.39	468.96	22.29
120	FNO 3-2	85.77	38.60	1.55	218.13	10.28
120	FNO 3-4	85.50	39.87	1.15	223.91	10.75

Fe-2Ni tozu ile üretilmiş olan parçaların sinterleme öncesi ve sonrası % teorik yoğunluk değerleri Şekil 4.35'te sunulmaktadır. Fe numunelere benzer şekilde sinterleme öncesi % 82-85 aralığında olan % teorik yoğunluk değerleri, sinterleme sonrasında % 85-91 aralığında olmuştur. Öğütme süresindeki artış ile her iki seride de % teorik yoğunluk değerleri düşmektedir.

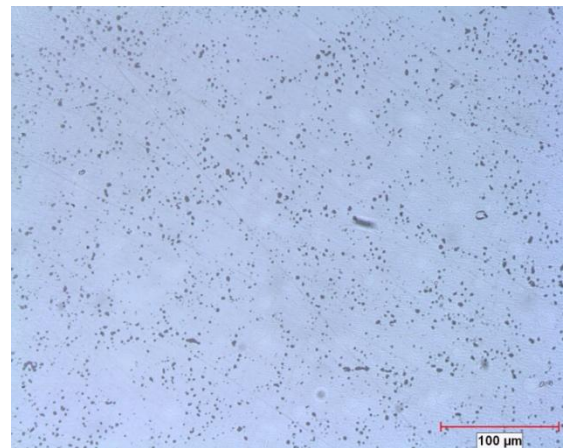


Şekil 4.35. Fe-2Ni tozu ile üretilmiş olan parçaların sinterleme öncesi ve sonrası % teorik yoğunluk değerleri

Öğütülmemiş, 15, 30, 60, 120 dakika öğütülmüş olan Fe-%2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları Şekil 4.30’da sunulmaktadır. Öğütülmemiş numuneler üzerinde yapılmış olan incelemelerin bulgularına paralel olarak, çeşitli sürelerde öğütülmüş numunelerin mikroyapılarında siyah bölgeler halinde görülen gözenek ve optik mikroskopta benzer görüntü veren demir oksit parçacıkları bulunmaktadır. Yapıda görünen beyaz bölgeler ise yüksek oranda nikel içeren bölgelerdir. Bu bölgelerin oluşmasının, nikelin demir içinde henüz tam olarak çözünmemiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Dağlama işlemi uygulanmadığında nikel partikülleri az oranda kontrast oluşturmaktadır.

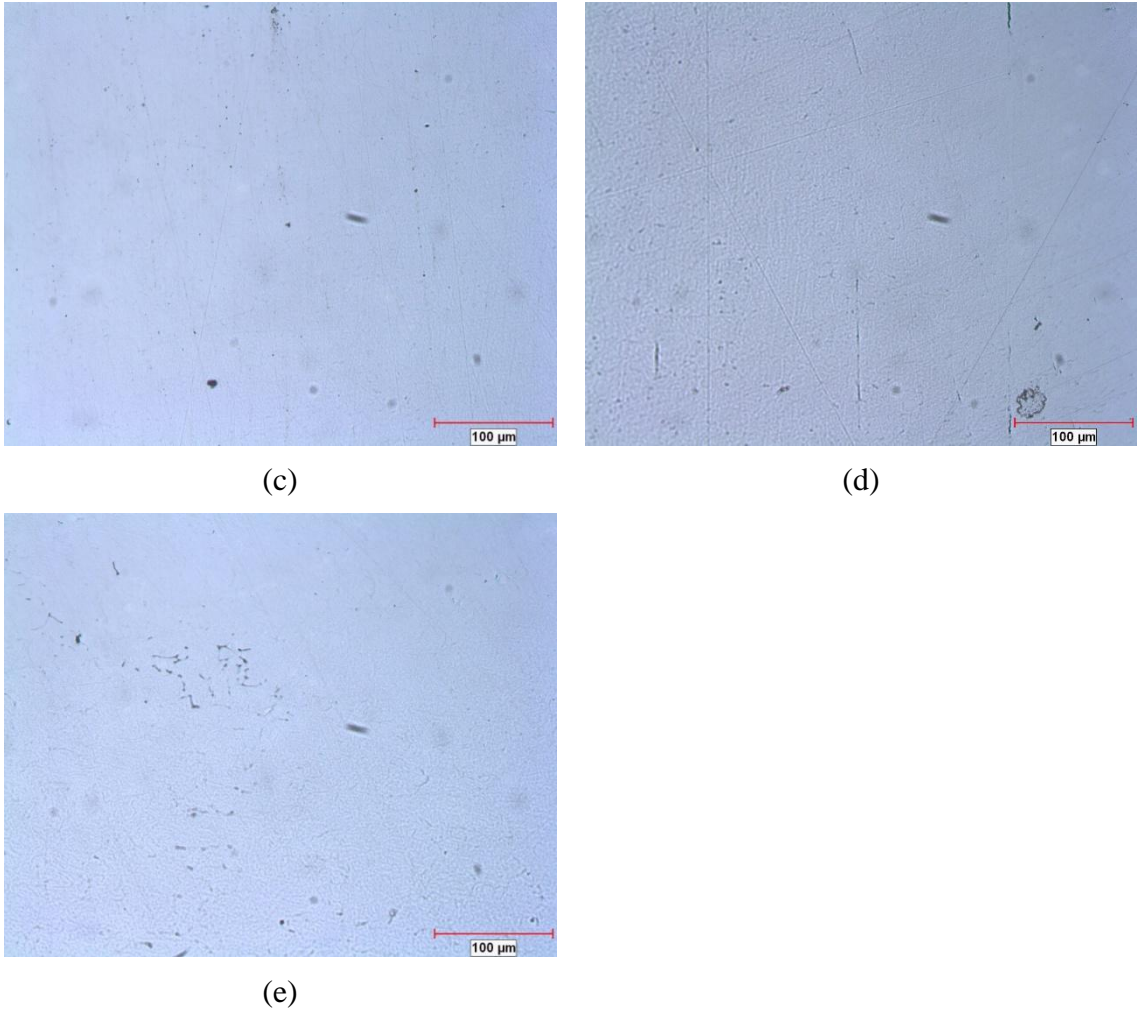


(a)



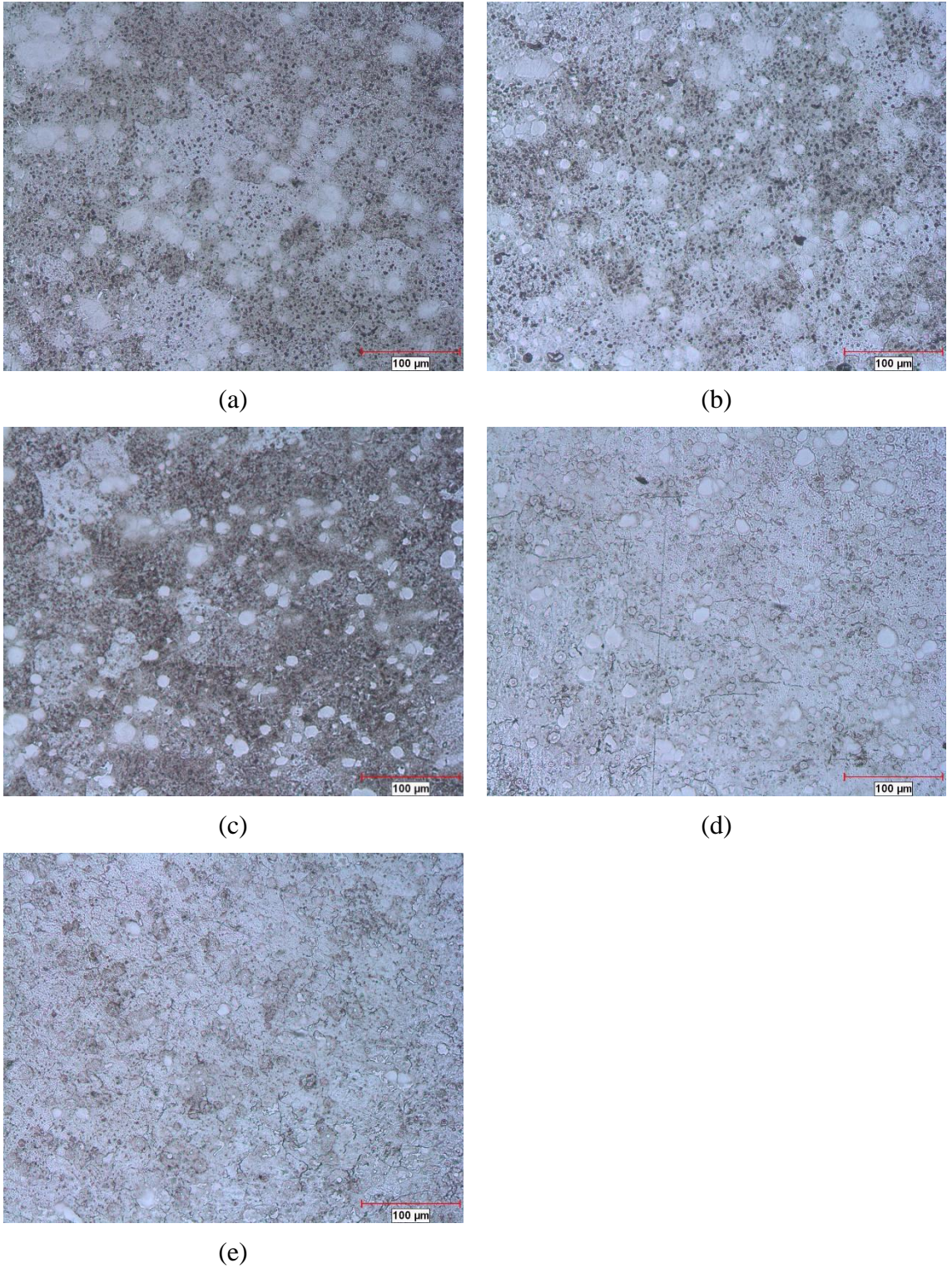
(b)

(Devamı Arkada)



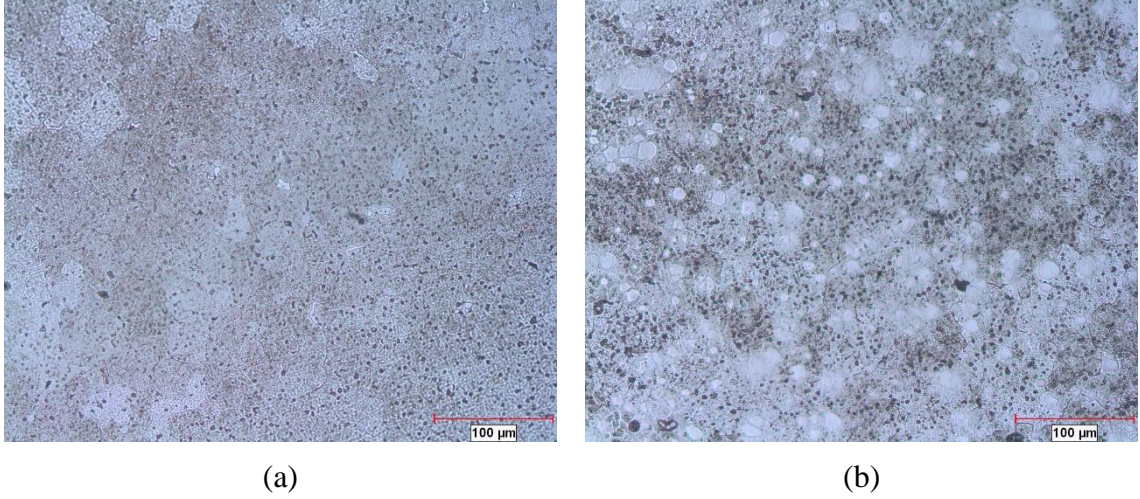
Şekil 4.36. (a) öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe-%2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçalarının optik mikroskop mikrografları

Şekil 4.30'da sunulan numunelerin dağlanmış olan mikroyapılarından elde edilmiş olan mikrograflar Şekil 4.31'de sunulmaktadır. Dağlama işlemi sonrasında yüksek oranda nikel içeren bölgelerin daha fazla kontrast oluşturduğu görülmektedir. Bunun nedeninin, nikel oranı yüksek olan bölgelerin korozyon dirençlerinin artması ve dağlama çözeltisinden etkilenmemesi olduğu düşünülmektedir. Artan öğütme süresi ile, demir içinde nikelin genel olarak daha iyi dağıldığı anlaşılmaktadır.



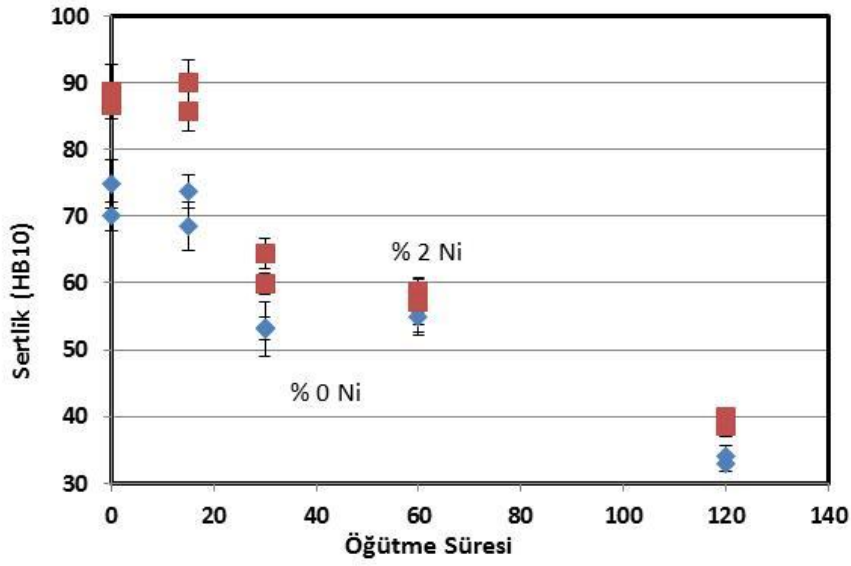
Şekil 4.37. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe-%2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar)

Onbeş dakika öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların dağlama sonrası optik mikroskop mikrografları Şekil 4.38’de sunulmaktadır. Saf Fe yapısında, sinterleme sırasında meydana gelmiş olan tane büyümesi nedeniyle, 100 mikron civarında büyüklüğe sahip tanelerin bulunduğu görülmektedir (Şekil 4.38.a). Nikel varlığında ise, tane büyümesinin meydana gelmediği görülmüştür. Bunun nedeninin, nikelin demirin difüzyonunu yavaşlatması olduğu düşünülmektedir.



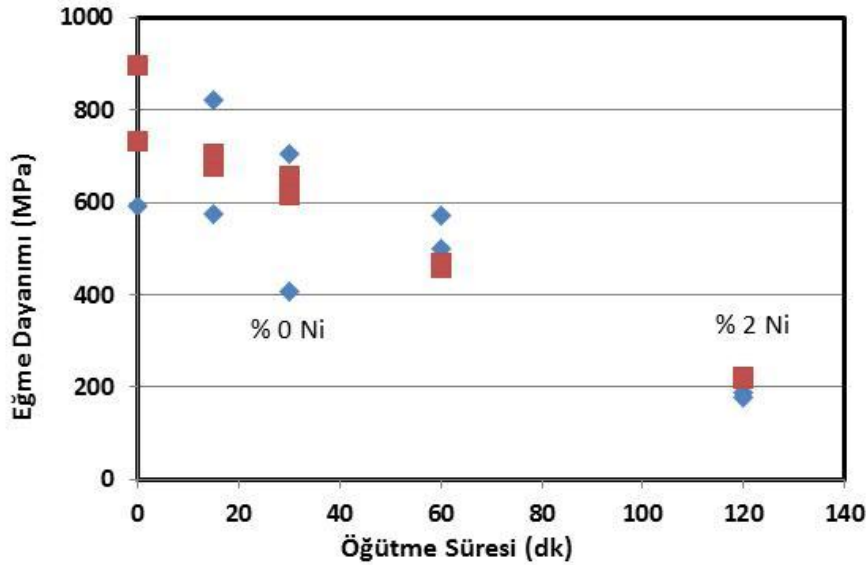
Şekil 4.38. Onbeş dakika öğütülmüş (a) Fe, (b) Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar)

Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların sertlik değerleri Şekil 4.39’da sunulmaktadır. Öğütme işlemi uygulanmadığında 75 HB10 olan Fe numunelerin sertlik değerleri, 120 dakika öğütme işlemi uygulandığında 35 HB10 değerine düşmektedir. Fe-2Ni numunelerde ise sertlik değerleri 90 HB10 değerinden 40 HB10 değerine düşmektedir.



Şekil 4.39. Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların sertlik değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların eğme dayanımı değerleri Şekil 4.40'da sunulmaktadır. Tekrar edilen deneylerde Fe numuneler ile Fe-2Ni numunelerin değerleri birbirine yakın bulunmuştur. Öğütme işlemi uygulanmadığında 900 MPa olan eğme dayanımı değerleri, 120 dakika öğütme işlemi uygulandığında 200 MPa değerlerine düşmektedir.



Şekil 4.40. Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların eğme dayanımı değerleri

4.6. Ilık sıkıştırma uygulanmış numunelerin sonuçları

Soğuk presleme ile 550 MPa'ın üzerindeki basınçlarda, numunelerde yatay çatlak oluştuğu görülmüştür. Ilık sıkıştırma işleminde ise 650 MPa basınçta yatay çatlak oluşmadığı görülmüştür ve ılık sıkıştırma işlemi bu basınçta gerçekleştirilmiştir. Ilık sıkıştırma işlemi için literatürde 130-170 °C aralığında sıcaklık uygulanmıştır (Simchi, Nojoomi 2013). Bu çalışmada çeşitli sıcaklık değerleri üzerinde çalışılmıştır ve 150 °C sıcaklık yeterli bulunmuştur. Ilık sıkıştırma uygulanmış olan numunelerin özellikleri Tablo 4.8 ve 4.9'da sunulmaktadır.

Ilık sıkıştırma işlemi sonrasında % teorik yoğunluk değerleri Fe numuneler için % 82-86 aralığında, Fe-2Ni numuneler için % 82.5-85 aralığında olmuştur. Öğütme süresi ile numunelerin yoğunluğunun azaldığı görülmüştür.

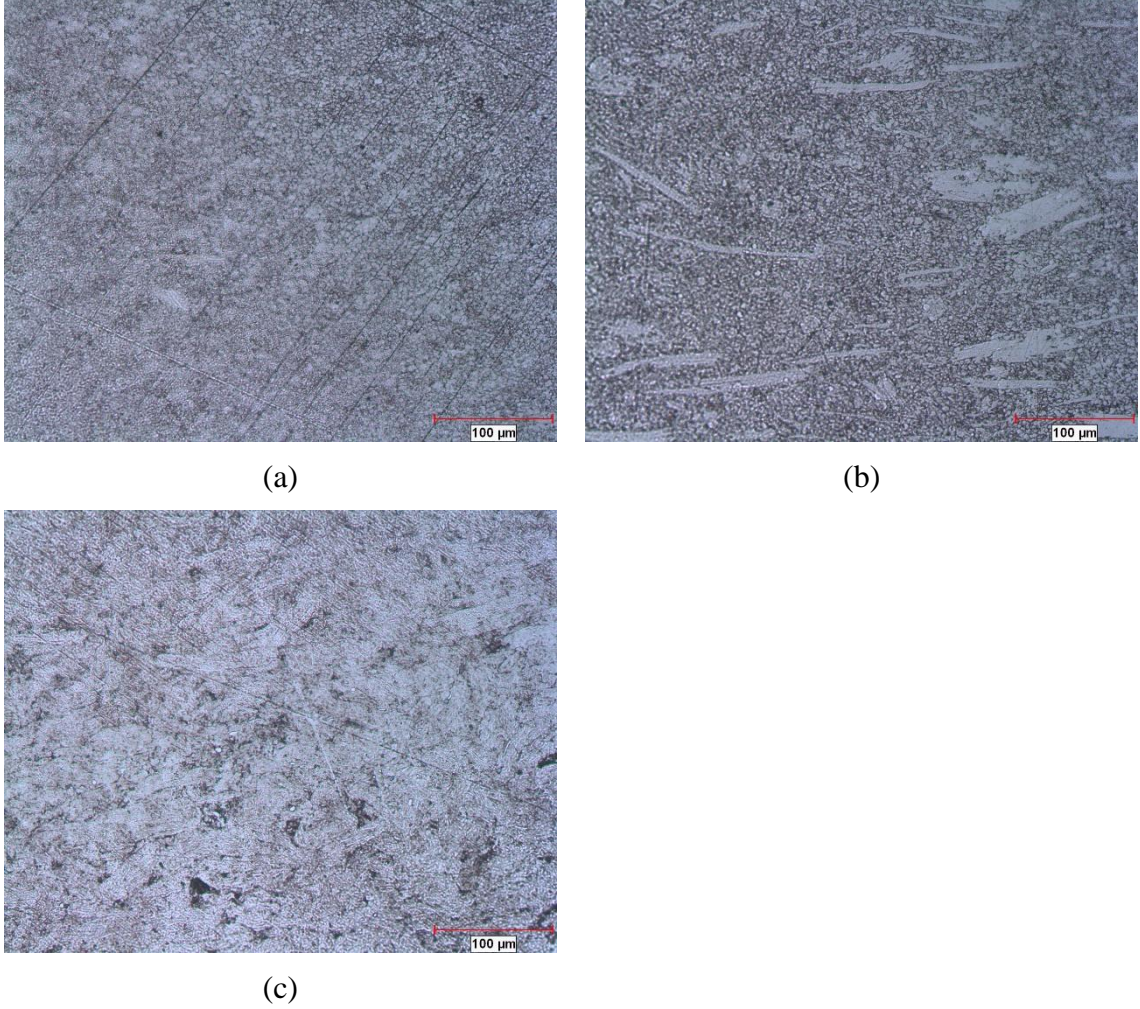
Tablo 4.8. Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe numunelerin öğütme süresi, dayanım, yoğunluk değerleri

Süre (dk)	Numune No	% Teorik Yoğunluk (Suda)	Sertlikler ortalama (HB)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	HF 7	86.43	134.72	2.83	94.87	1.20
15	HFO-1B	83.09	152.97	2.15	117.95	1.59
30	HFO 4	85.07	159.00	1.82	186.37	2.22
60	HFO 2	81.81	152.03	2.10	135.00	1.20
120	HFO3	84.31	134.27	3.50	42.79	0.64

Tablo 4.9. Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresi, dayanım, yoğunluk değerleri

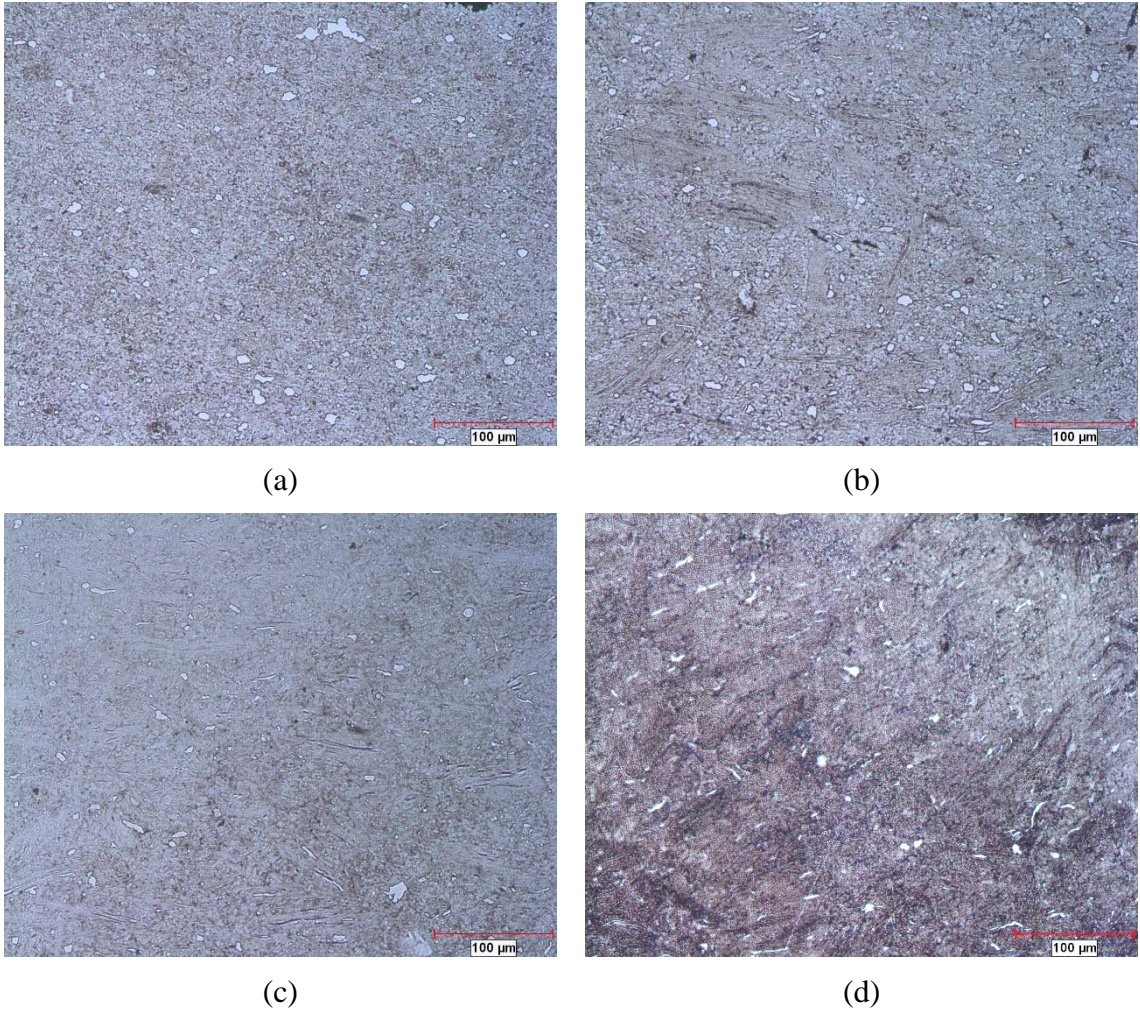
Süre (dk)	Numune No	% Teorik Yoğunluk (Suda)	Sertlikler ortalama (HB)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	HFN	84.93	120.60	36.06	90.38	1.46
15	HFNO-1B	84.25	141.63	4.69	71.79	0.93
30	HFNO-4	83.28	153.25	8.93	113.63	1.53
60	HFNO-2B	82.30	149.32	18.44	104.27	1.30
120	HFNO3	82.5	131.18	1.47	67.32	1.08

Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe numunelerin optik mikroskop mikrografları Şekil 4.41'de sunulmaktadır. Öğütme sonucu oluşmuş olan topraklar yapıda görülmektedir. Toprakların miktarı, artan öğütme süresi ile artmaktadır. Soğuk preslenmiş numunelere kıyasla yapıda daha az gözenek olduğu görülmüştür.



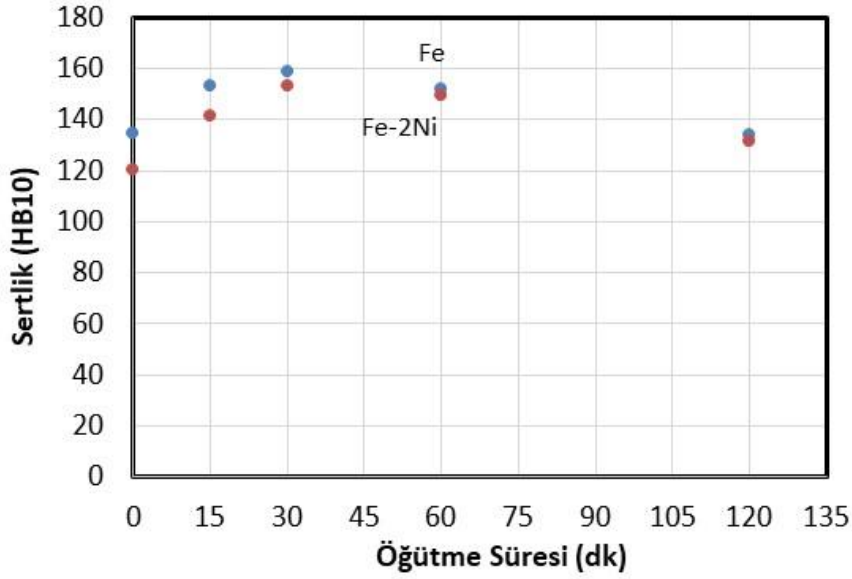
Şekil 4.41. (a) Öğütülmemiş, (b) 30, (c) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının ılık sıkıştırılması ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar)

Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe-2Ni numunelerin optik mikroskop mikrografları Şekil 4.42'de sunulmaktadır. Öğütme sonucu oluşmuş olan topraklar yapıda çok daha az bulunmaktadır. Nikel partiküllerinin yapıda homojen olarak dağıldığı görülmektedir.



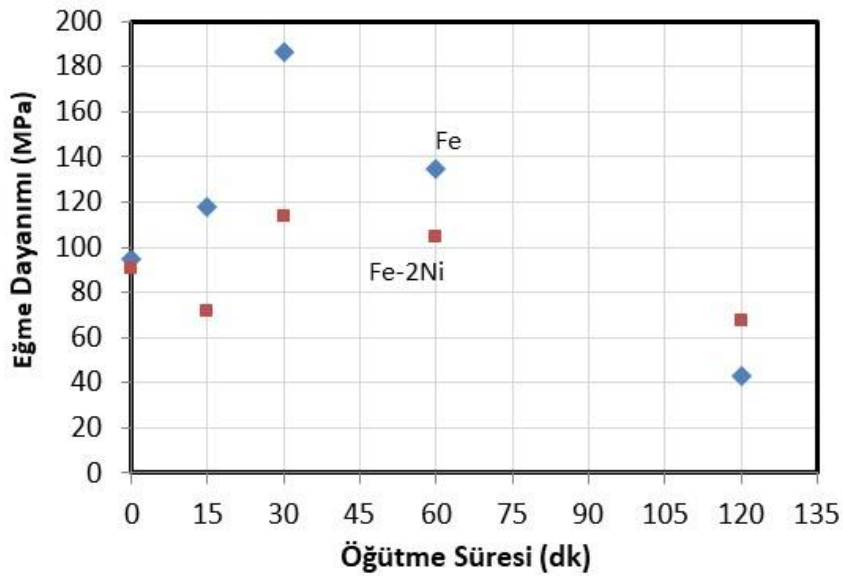
Şekil 4.42. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozların ılık sıkıştırılması ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar)

Ilık sıkıştırma uygulanmış olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri Şekil 4.43'te sunulmaktadır. Sertlik değerleri 120-160 HB10 aralığında olmuştur. Her iki seride de 15 ve 30 dakika öğütme sonucunda sertlik değerlerinde artış ve daha uzun öğütme sürelerinde sertlik değerlerinde azalma meydana gelmektedir. 15 ve 30 dakika öğütme sonucunda sertlikte meydana gelen artışın, öğütme sonucunda meydana gelen pekleşmeden kaynaklandığı düşünülmektedir. Daha uzun sürelerdeki düşüş ise, yapıda artan gözenek miktarından kaynaklanmış olabilir.



Şekil 4.43. İlık sıkıştırma uygulanmış olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri

İlık sıkıştırma uygulanmış olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri Şekil 4.44'te sunulmaktadır. Eğme dayanımı değerleri 40-180 MPa arasında değişmektedir. 15 ve 30 dakika süreyle öğütme işlemi uygulanmış olan numunelerin eğme dayanımı daha yüksek olmuştur. Bunun nedeni öğütme sonucu meydana gelmiş olan pekleşme olabilir. 120 dakika öğütülmüş olan numunelerin eğme dayanımı değerleri en düşük olmuştur.



Şekil 4.44. İlık sıkıştırma uygulanmış olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri

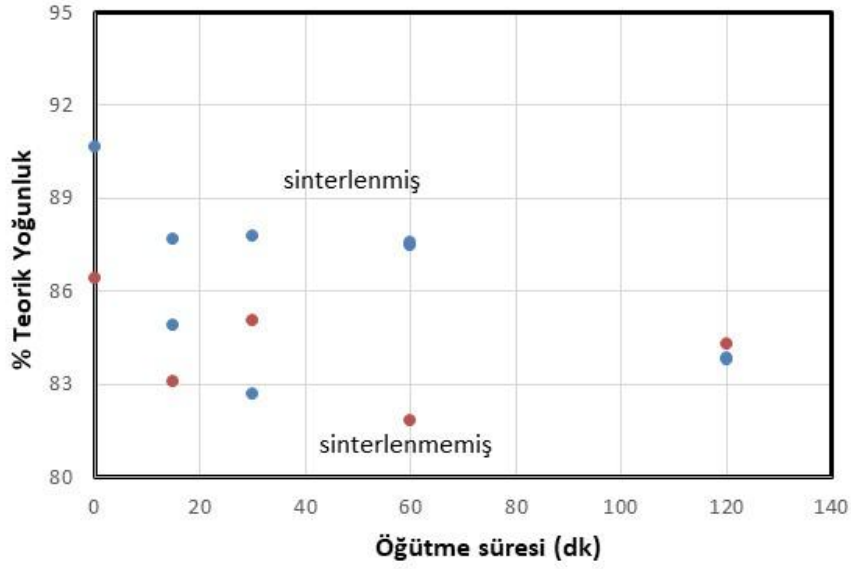
4.7. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş numunelerin sonuçları

Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri Tablo 4.10'da sunulmaktadır. Yüzde teorik yoğunluk değeri öğütme işlemi uygulanmamış numunede % 90.7 ile en yüksek olmuştur. Sinterlenmiş yoğunluğun, artan öğütme süresi ile azaldığı görülmektedir. 120 dakika öğütme uygulanmış olan numunede teorik yoğunluğun % 83.8'ine ulaşılmıştır. Öğütme işlemi sırasında meydana gelen pekleşmenin, sinterlenmiş numunenin de yoğunluğunu azalttığı görülmektedir. Soğuk pres sonrasında sinterlemeye kıyasla, ılık sıkıştırma ve sinterleme işlemi sonucunda yoğunluklarda bir miktar artış olmuştur. Bu karşılaştırma sonraki bölümde yapılmaktadır.

Tablo 4.10. Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

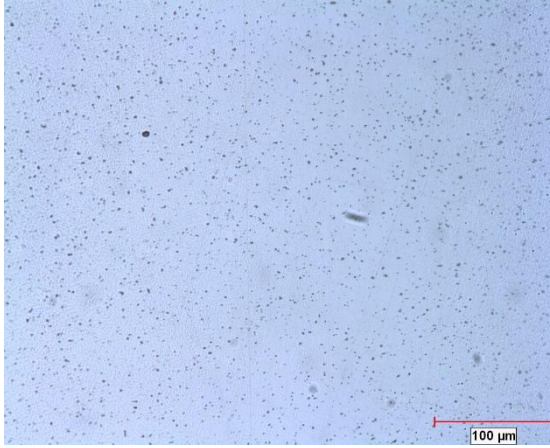
Süre (dk)	Numune No	% Teorik Yoğunluk (Suda)	Sertlik (HB10)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	HF1	90.67	83.23	1.08	790.44	26.52
15	HFO1B-1	87.69	75.40	10.74	800.00	30.00
15	HFO1B-2	84.89	81.70	3.15	776.74	33.71
30	HFO4-1	82.70	78.60	5.21	785.26	32.96
30	HFO4-2	87.76	79.40	2.51	748.04	24.41
60	HFO2B-1	87.49	65.82	5.57	699.56	37.16
60	HFO2B-2	87.57	66.53	4.05	667.95	28.98
120	HFO3B-1	83.81	47.83	5.69	589.13	33.90
120	HFO3B-2	83.87	47.80	2.22	497.84	26.94

Fe numunelerin ılık sıkıştırma ve ılık sıkıştırma-sinterleme işlemleri sonrasındaki yoğunluk değerleri Şekil 4.45'te kıyaslanmaktadır. Sinterleme işlemi sonucunda, ılık sıkıştırma sonrasındaki yoğunluklarda %2-3 artış meydana geldiği görülmektedir.

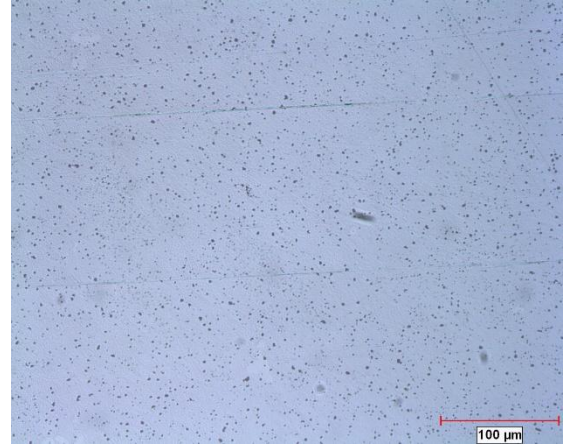


Şekil 4.45. Ilık sıkıştırma ve ılık sıkıştırma-sinterleme işlemleri sonrasında Fe numunelerin yoğunluk değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları Şekil 4.46'da sunulmaktadır. Mikroyapılarda görülen beyaz sürekli yapı demir fazı, siyah küçük bölgeler ise gözenek ve daha önce de varlığı belirtilmiş olan demir oksit parçacıklarıdır. Gözeneklerin varlığı, % 83-90.7 arasında olan yoğunluk değerlerini doğrulamaktadır.

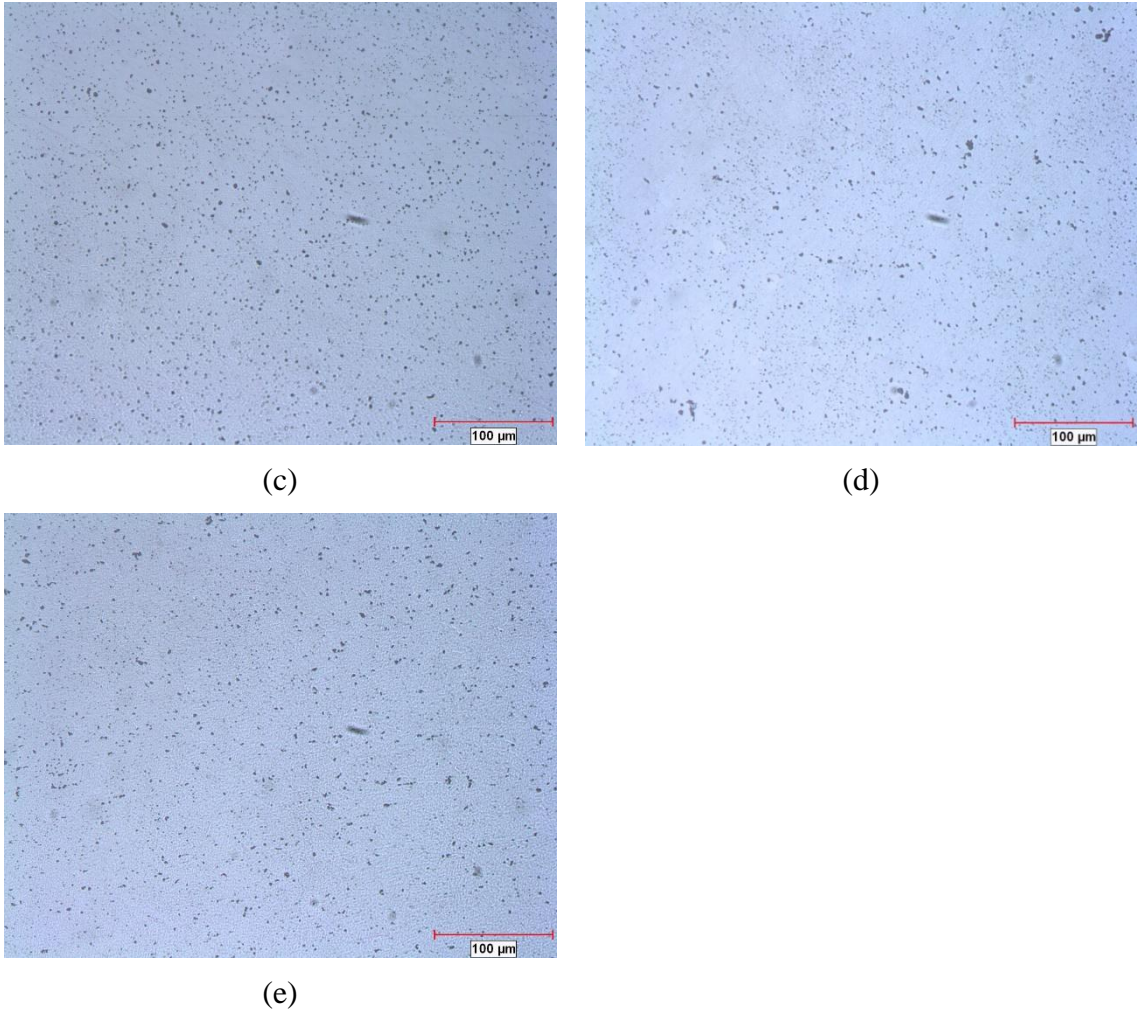


(a)



(b)

(Devamı Arkada)



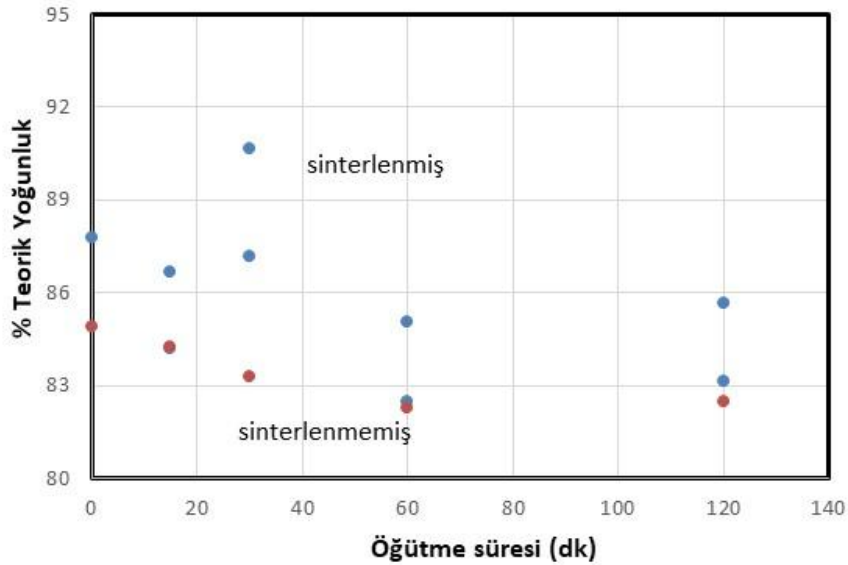
Şekil 4.46. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları

Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri Tablo 4.11’de sunulmaktadır. Sinterleme sonrası % teorik yoğunluk değeri %83-90 aralığında olmuştur. Sinterlenmiş yoğunluğun, artan öğütme süresi ile genelde azaldığı görülmektedir.

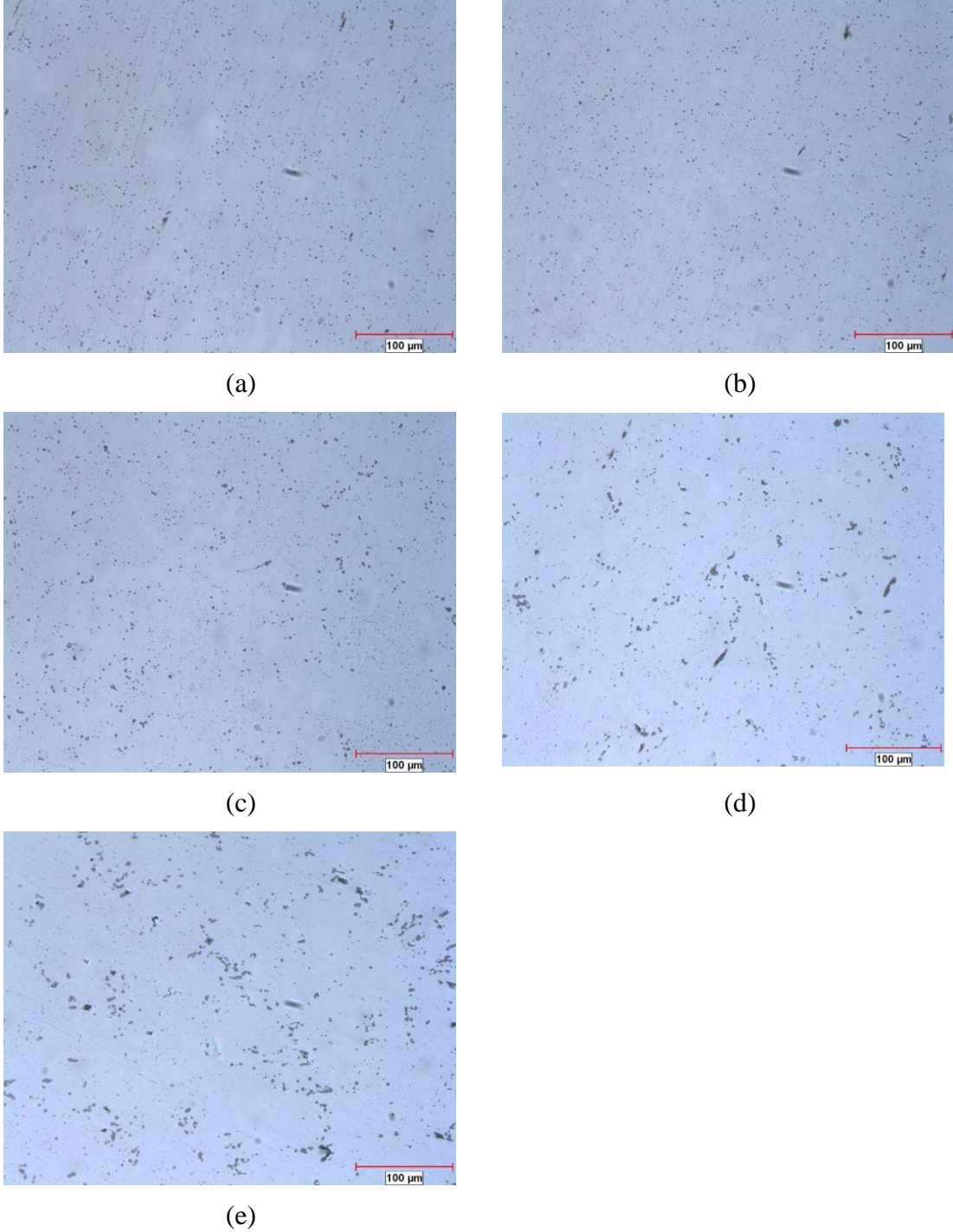
Tablo 4.11. ılık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin yoğunluk, sertlik ve dayanım değerleri

Süre (dk)	Numune No	% Teorik Yoğunluk (Suda)	Sertlik (HB10)	Sertlik-std sapma	Dayanım N/mm ²	% Şekil Değişimi
0	HFN 1	87.79	92.86	3.44	788.33	23.26
15	HFNO1B-1	84.22	85.42	9.67	1036.06	34.60
15	HFNO1B-2	86.67	88.88	1.19	788.33	23.26
30	HFNO4-1	90.66	85.53	6.37	781.96	22.98
30	HFNO4-2	87.19	81.88	3.49	726.52	22.32
60	HFNO2B-1	82.46	78.77	6.79	818.30	28.08
60	HFNO2B-2	85.06	79.67	0.92	774.13	28.32
120	HFNO3B-1	85.64	58.30	2.68	600.00	30.00
120	HFNO3B-2	83.12	63.12	1.45	607.48	26.50

Fe-2Ni numunelerin ılık sıkıştırma ve ılık sıkıştırma-sinterleme işlemleri sonrasındaki yoğunluk değerleri Şekil 4.47’de kıyaslanmaktadır. Sinterleme işlemi sonucunda, ılık sıkıştırma sonrasındaki yoğunluklarda %2-3 artış meydana geldiği görülmektedir.

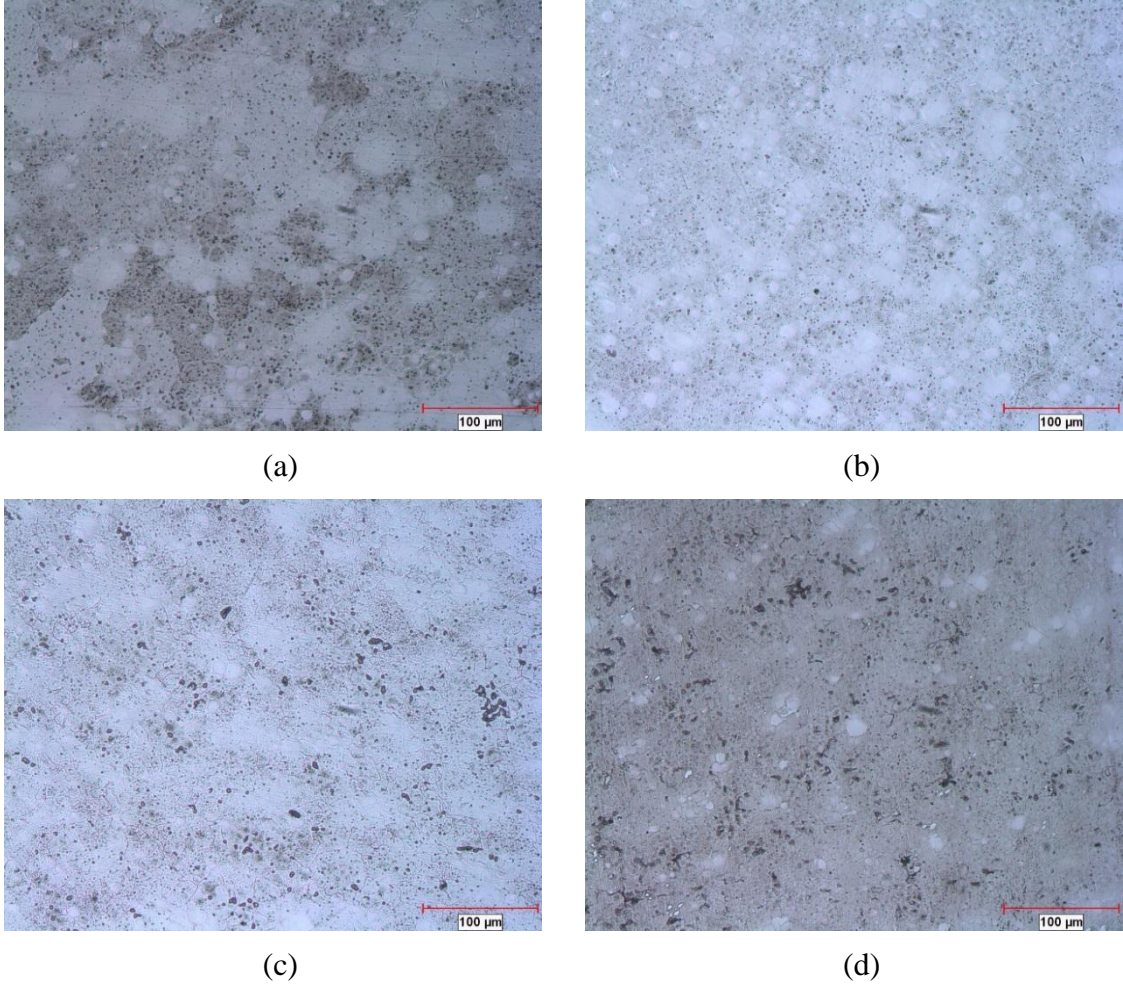
**Şekil 4.47.** ılık sıkıştırma uygulanmış, sinterlenmemiş ve sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin yoğunluk değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların optik mikroskop mikrografları Şekil 4.48’de sunulmaktadır. Nikel bulunan bölgeler bu mikroyapılarda hafif bir kontrast yaratmaktadır.



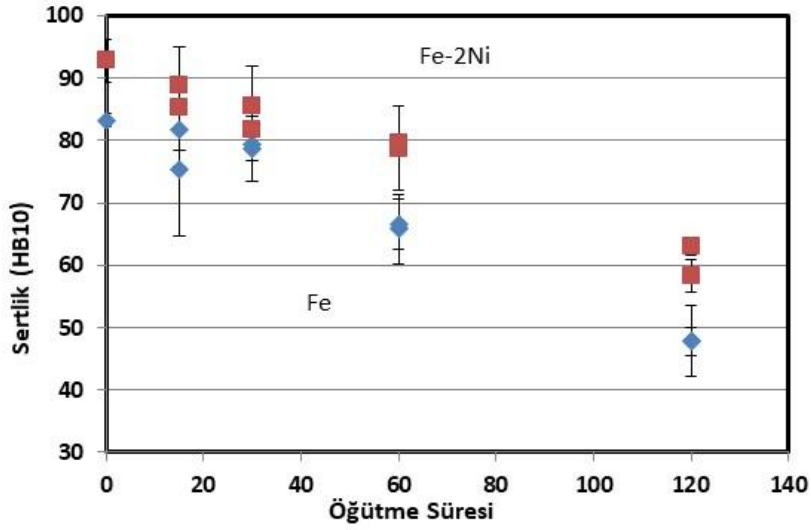
Şekil 4.48. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları

Nikel bulunan bölgelerde daha iyi kontrast elde edebilmek için numuneler %2 lik nital çözeltisi ile dağlama işlemine tabi tutulmuştur. Çeşitli sürelerde öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş parçaların dağlama işlemi sonrası optik mikroskop mikrografları Şekil 4.49'da sunulmaktadır. Artan öğütme süresi ile, nikelce zengin bölgelerin azaldığı görülmektedir.



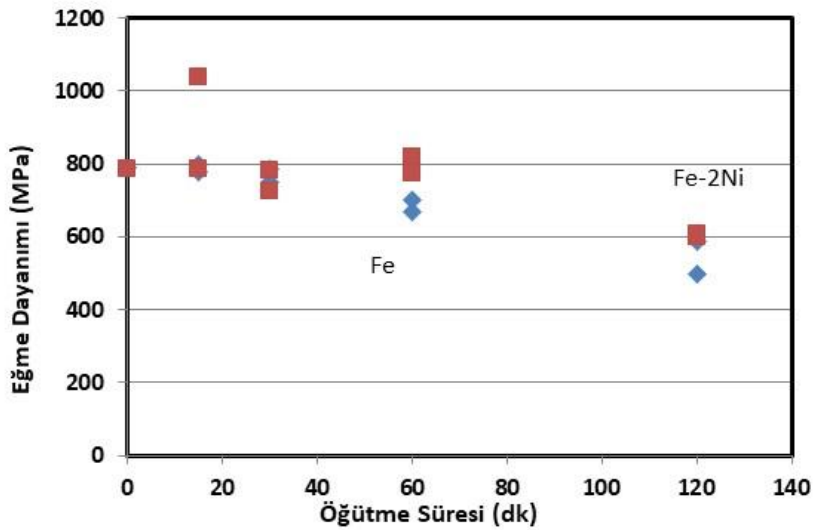
Şekil 4.49. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 60, (d) 120 dakika öğütülmüş Fe-2Ni tozlarının ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş Fe-%2Ni parçaların optik mikroskop mikrografları (dağlanmış mikroyapılar)

Ilık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin sertlik değerleri Şekil 4.50'de sunulmaktadır. Her iki seride de sertlik değerleri, artan öğütme süresi ile azalmaktadır. Fe numunelerin sertlik değerleri 82-48 HB10 aralığında olurken, Fe-2Ni numunelerin sertlik değerleri 92-58 HB10 aralığında olmuştur. Nikel içeren numunelerin sertlik değerlerinin, Fe numunelerin sertlik değerlerinden %10-20 arasında daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 4.50. İlık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin sertlik değerleri

İlık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin eğme dayanımı değerleri Şekil 4.50’de sunulmaktadır. Her iki seride de dayanım değerleri, artan öğütme süresi ile azalmaktadır. Fe numunelerin eğme dayanımı değerleri 800-500 MPa aralığında olurken, Fe-2Ni numunelerin eğme dayanımı değerleri 1030-600 MPa aralığında olmuştur. Nikel içeren numunelerin dayanım değerlerinin, Fe numunelerin dayanım değerleri ile aynı veya bir miktar daha yüksek olduğu görülmektedir. Soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş numunelerin dayanım değerlerine kıyasla, ılık sıkıştırılmış ve sinterlenmiş numunelerin dayanım değerlerinden daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu kıyaslama, Sonuçlar bölümünde ele alınmıştır.

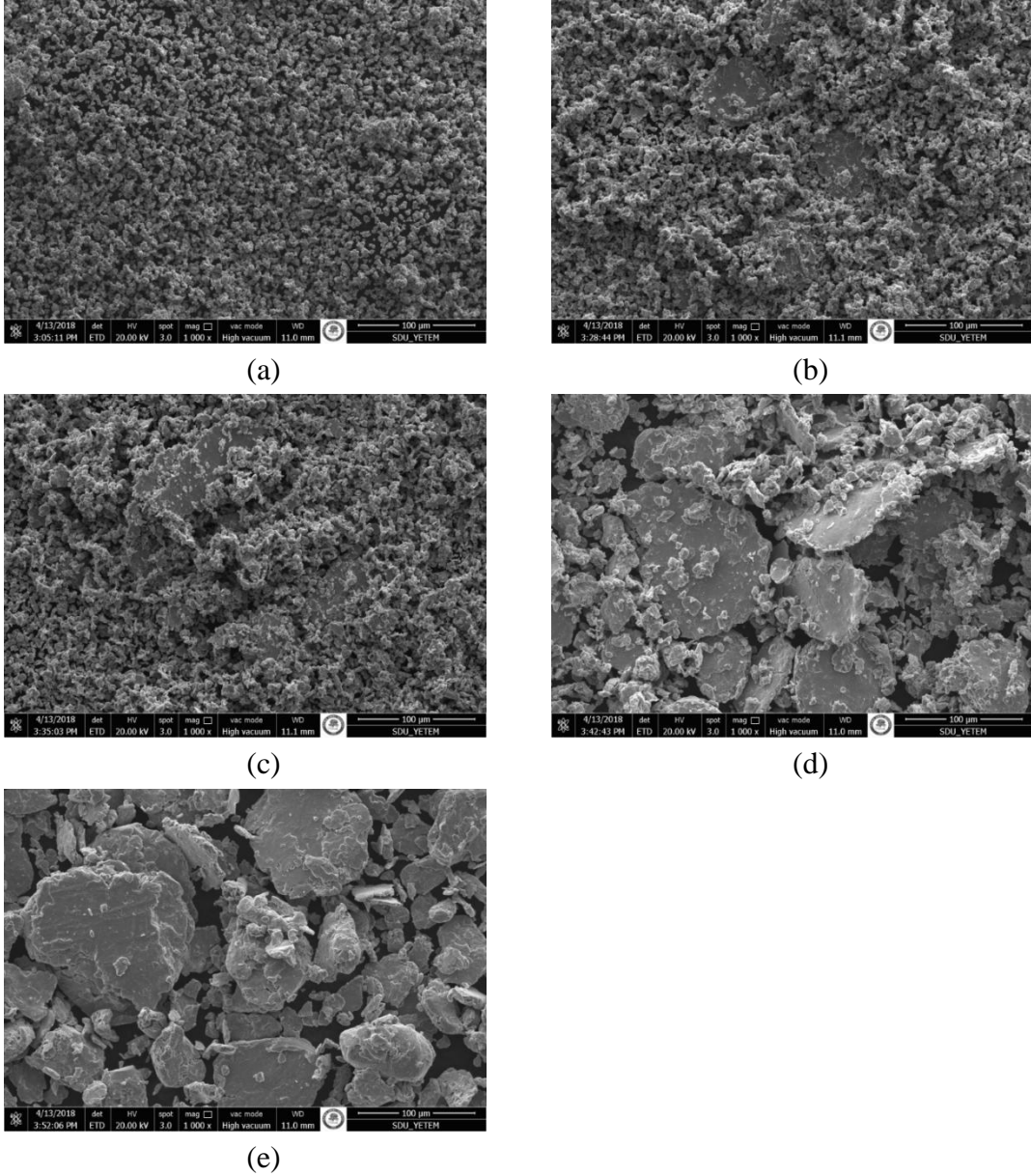


Şekil 4.51. İlık sıkıştırma uygulanmış ve sinterlenmiş olan Fe ve Fe-2Ni numunelerin eğme dayanımı değerleri

5. SONUÇLAR

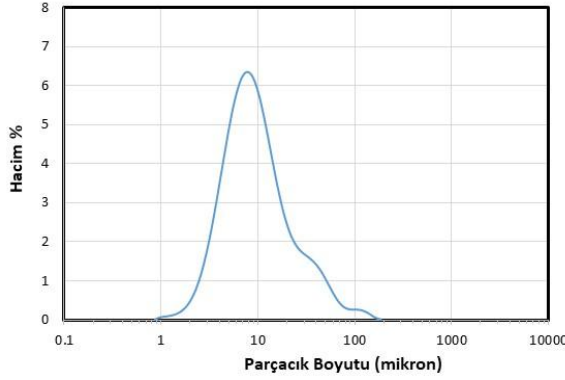
Bulgular ve Değerlendirme bölümünde her numune grubu için ayrı ayrı sunulmuş olan sonuçlar, bu bölümde birarada karşılaştırmalı olarak sunulmaktadır.

Öğütülmüş olan Fe tozlarının taramalı elektron mikroskobu mikrografları, birarada Şekil 5.1'de sunulmaktadır. Artan öğütme süresi ile, 10 mikron başlangıç boyutuna sahip Fe partikülleri arasında 100 mikron civarı boyutlara sahip topaklar oluşmaya başlamaktadır. Bu topakların sayısı, öğütme süresi ile artmaktadır.

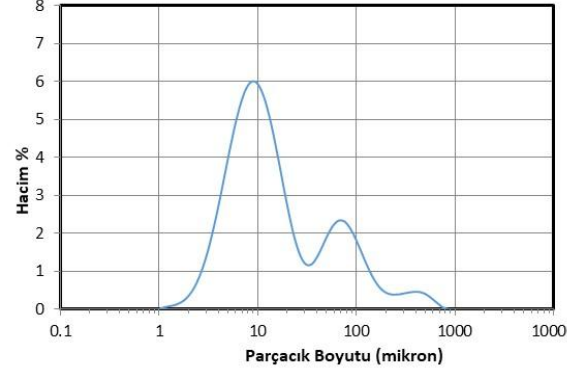


Şekil 5.1. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş olan Fe tozlarının taramalı elektron mikroskobu mikrografları

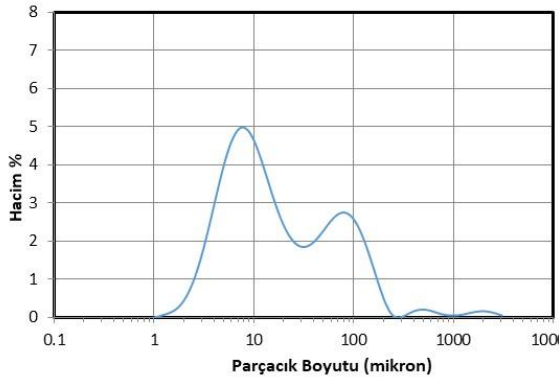
Şekil 5.2’de sunulan parçacık boyut dağılımları, taramalı elektron mikroskobu sonuçlarını teyit eder niteliktedir. Artan öğütme süresi ile 100 mikron civarında yeni bir dağılım oluşmaktadır. Küçük parçacıkların azalması sonucunda, bu dağılım giderek baskın olmaktadır.



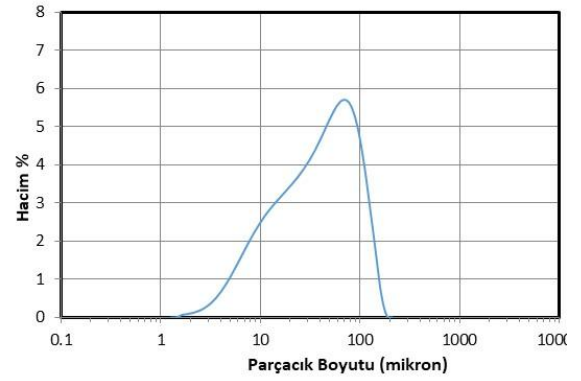
(a)



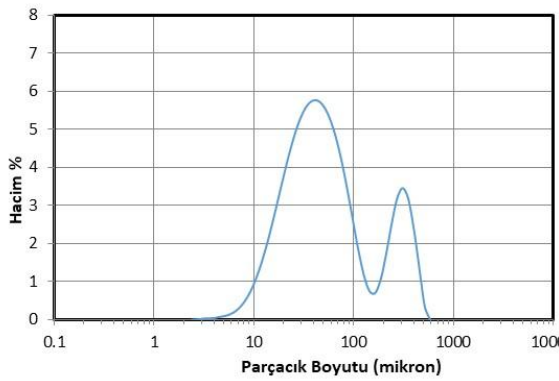
(b)



(c)



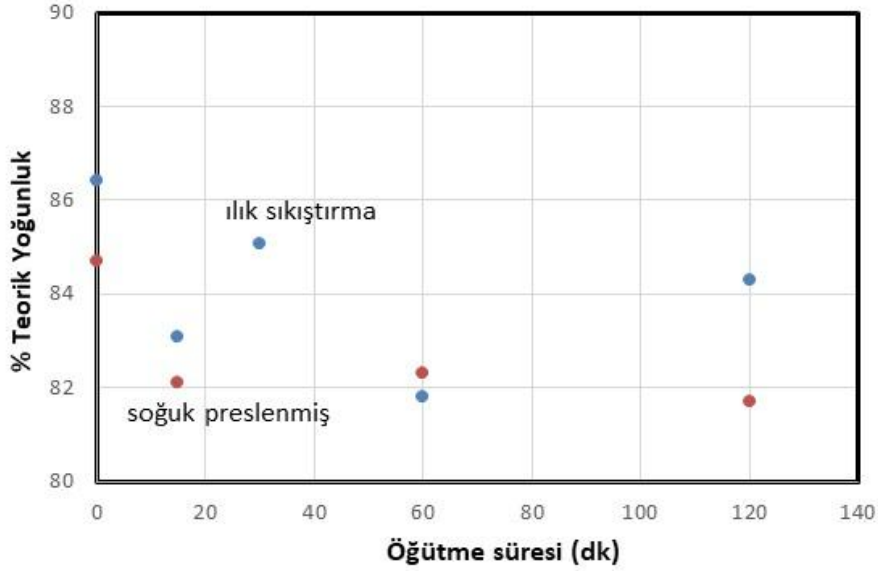
(d)



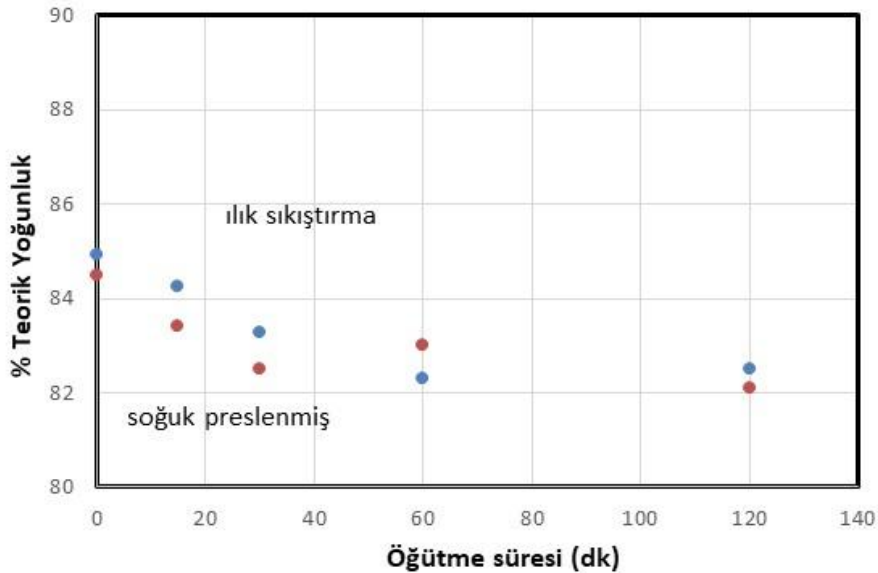
(e)

Şekil 5.2. (a) Öğütülmemiş, (b) 15, (c) 30, (d) 60, (e) 120 dakika öğütülmüş olan Fe tozlarının parçacık boyut dağılımı grafikleri

Bu çalışmada, parça şekillendirme amacıyla 2 yöntem kullanılmıştır. Soğuk pres ve ılık sıkıştırma işlemleri sonucunda elde edilen ham parçaların yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında, ılık sıkıştırma işleminin % 1-2 daha yüksek ham yoğunluk sağladığı Şekil 5.3 ve 5.4'te görülmektedir.



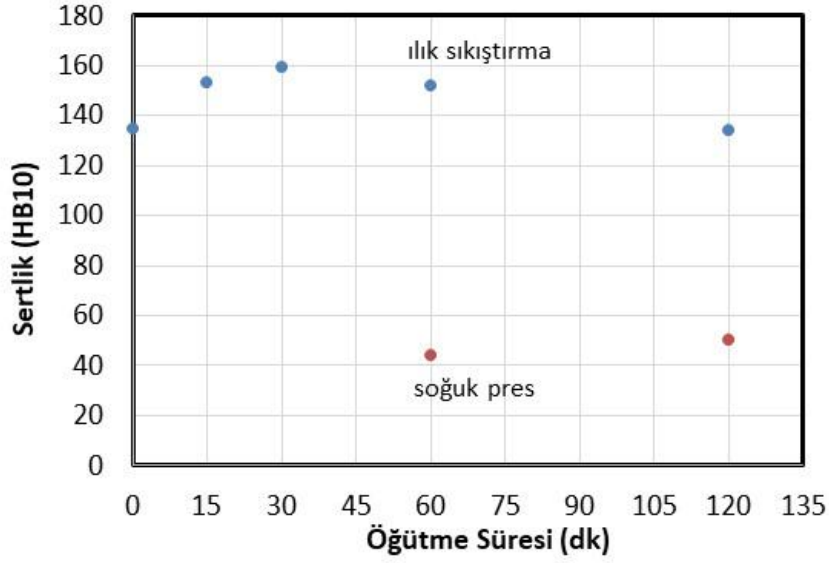
Şekil 5.3. Çeşitli sürelerle öğütülmüş olan Fe tozlarının soğuk presleme ve ılık sıkıştırma sonrasındaki ham % teorik yoğunluk değerleri



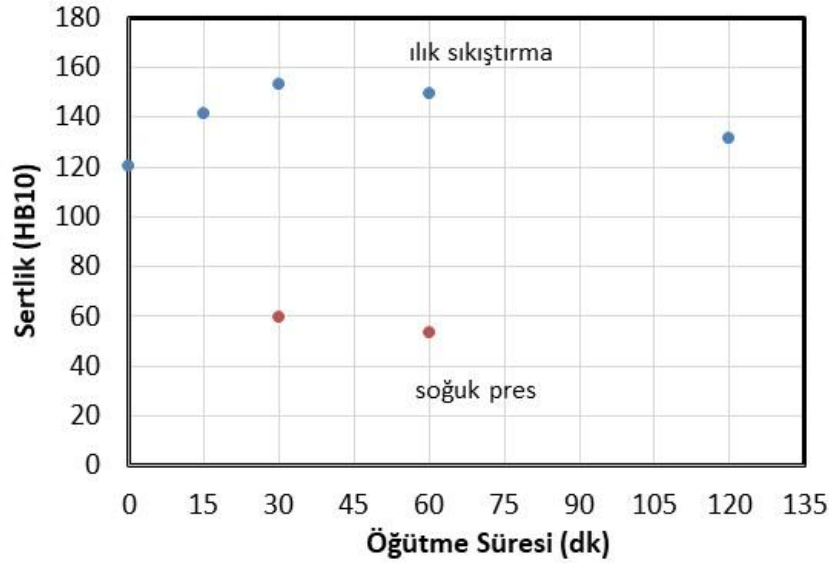
Şekil 5.4. Çeşitli sürelerle öğütülmüş olan Fe-2Ni tozlarının soğuk presleme ve ılık sıkıştırma sonrasındaki ham % teorik yoğunluk değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve ılık sıkıştırılması ile üretilmiş olan ham parçaların sertlik değerleri Şekil 5.5 ve 5.6'da karşılaştırılmaktadır. Soğuk pres sonrasında 40-60 HB10 aralığında olan sertlik değerleri, ılık sıkıştırma uygulandığında 120-160 HB10 değerlerine yükselmiştir.

Ilık sıkıştırma ile sertlik değerlerinin 30 dakika öğütme süresine kadar arttığı, sonrasında azaldığı görülmektedir.

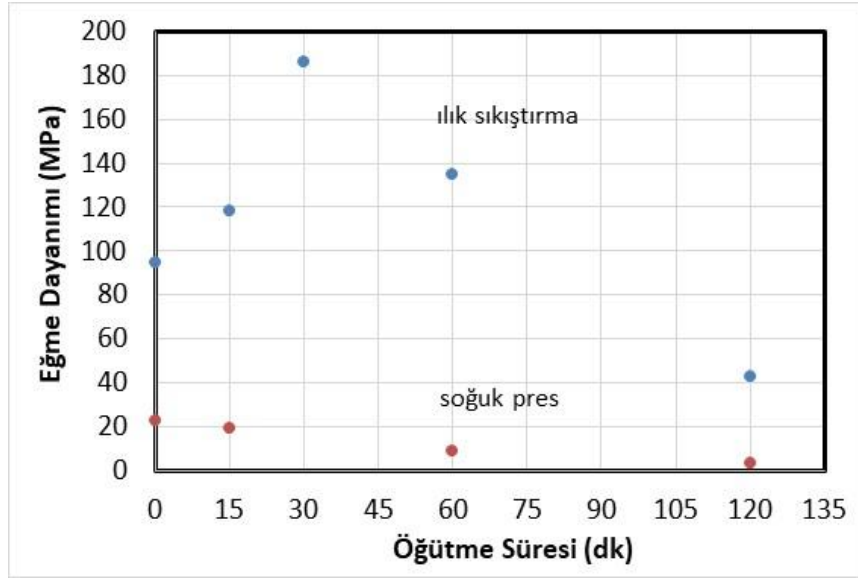


Şekil 5.5. İlık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe numunelerinin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri

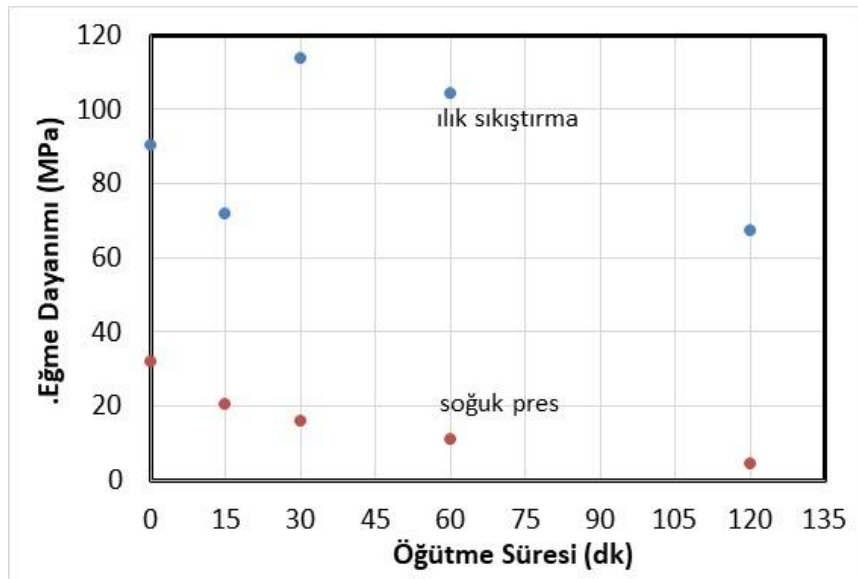


Şekil 5.6. İlık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe-2Ni numunelerinin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi ve ılık sıkıştırılması ile üretilmiş olan ham parçaların eğme dayanımı değerleri Şekil 5.7 ve 5.8'de karşılaştırılmaktadır. Soğuk pres sonrasında 30-2 MPa aralığında olan eğme dayanımı değerleri, ılık sıkıştırma uygulandığında 40-180 MPa değerlerine yükselmiştir. Ilık sıkıştırma ile dayanım değerlerinin 30 dakika öğütme süresine kadar arttığı, sonrasında azaldığı görülmektedir.

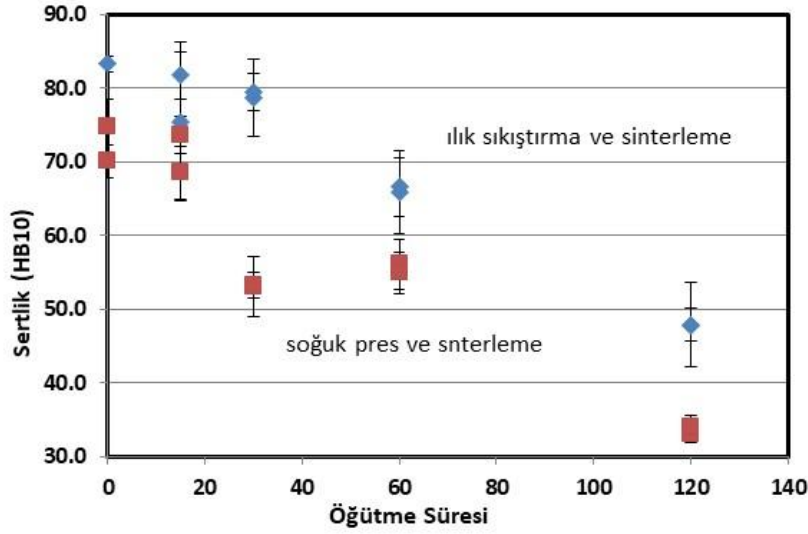


Şekil 5.7. İlık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe numunelerinin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri

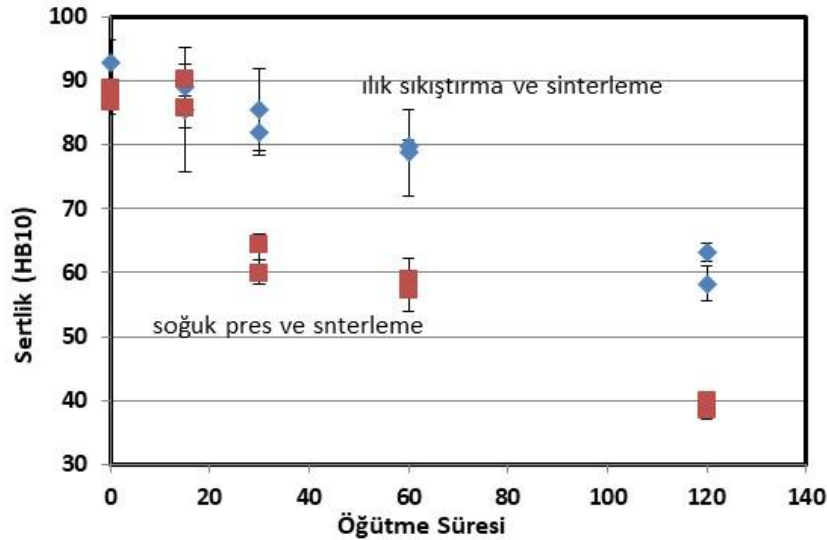


Şekil 5.8. İlık sıkıştırma uygulanmış ve soğuk preslenmiş olan Fe-2Ni numunelerinin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe tozlarının soğuk preslenmesi veya ılık sıkıştırılması sonrası sinterlenmesi ile üretilmiş olan parçaların sertlik değerleri Şekil 5.9 ve 5.10'da karşılaştırılmaktadır. Soğuk presleme ve sinterleme sonrasında 75-35 HB10 aralığında olan sertlik değerleri, ılık sıkıştırma uygulandığında 83-48 HB10 değerlerine yükselmiştir. Ilık sıkıştırılmış ve sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri, her öğütme süresi için soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş numunelerden % 20 civarında daha yüksek olmuştur. Aynı işlemler uygulanmış olan Fe-2Ni numunelerinde ise, 30 dakika ve daha fazla öğütülmüş numunelerin sertlik değerlerinde, aradaki fark daha büyük olmuştur.

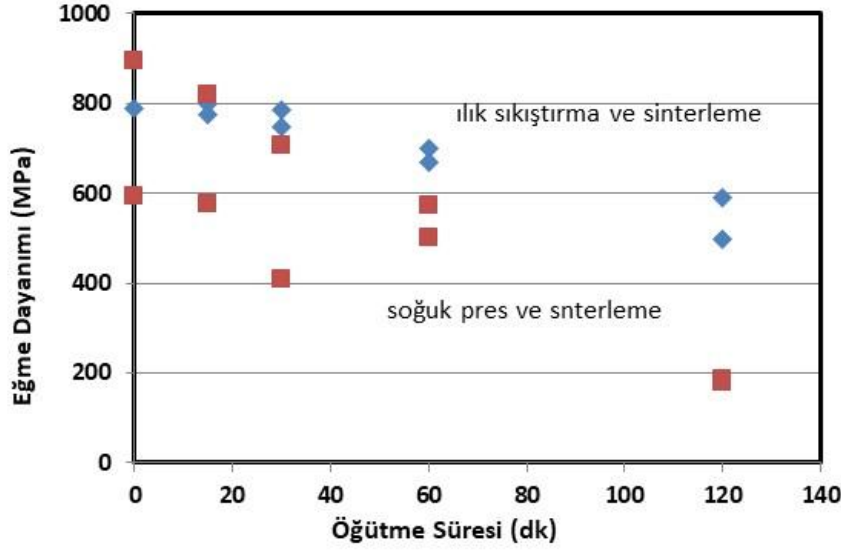


Şekil 5.9. Ilık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri

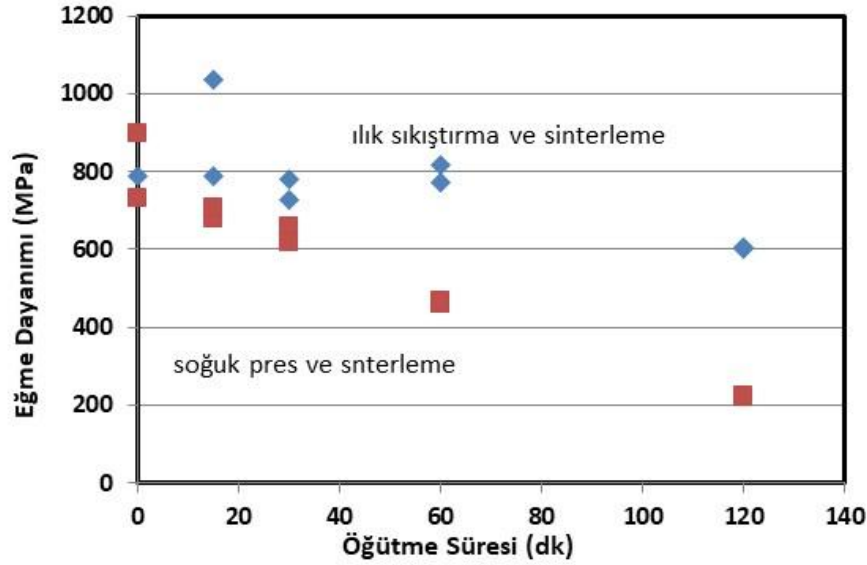


Şekil 5.10. Ilık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak sertlik değerleri

Çeşitli sürelerde öğütülmüş olan Fe ve Fe-2Ni tozlarının soğuk preslenmesi veya ılık sıkıştırılması ve sinterlenmesi ile üretilmiş olan ham parçaların eğme dayanımı değerleri Şekil 5.11 ve 5.12’de karşılaştırılmaktadır. Her iki seride de soğuk preslenmiş numunelerde dayanım değerleri öğütme süresine bağlı olarak sürekli azalırken, ılık sıkıştırılmış numunelerde öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımındaki azalma daha az olmuştur. Bunun nedeni, ılık sıkıştırma ile daha yüksek ham yoğunluklara ulaşılmış olması olabilir.



Şekil 5.11. İlık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri



Şekil 5.12. İlık sıkıştırma uygulanmış sinterlenmiş ve soğuk preslenmiş sinterlenmiş olan Fe-2Ni numunelerin öğütme süresine bağlı olarak eğme dayanımı değerleri

Bu çalışma sonucunda, özellikle öğütme işlemi gibi tozların pekleşmesine neden olan işlemlerden sonra, ılık sıkıştırma işleminin fayda sağlayacağı bulunmuştur. Ilık sıkıştırma işlemi sayesinde, soğuk preslemeye kıyasla ham parçaların dayanım ve sertlik değerlerinde önemli artış sağlanmıştır.

Soğuk presleme ile 40-60 HB10 aralığında olan sertlikler, ılık sıkıştırma ile 120-160 HB10 aralığına yükselmiştir. Ham dayanım değerleri ise 2-30 MPa aralığından, 40-180 MPa aralığına yükselmiştir.

Ilık sıkıştırma ile, soğuk preslemeye kıyasla ham ve sinterlenmiş parçaların yoğunluklarında % 2 artış sağlanmıştır.

Artan öğütme süresi ile, ham ve sinterlenmiş parçaların sertlik ve dayanım değerlerinde düşüş meydana geldiği görülmüştür. Ilık sıkıştırma uygulandığında bu düşüşün, soğuk preslenmiş numunelere kıyasla daha az olduğu görülmüştür.

Optik mikroskop incelemelerinde, Ni partiküllerinin Fe içinde tam olarak çözünmediği, artan öğütme süresi ile nikelin genel olarak daha iyi dağıldığı anlaşılmıştır. Sinterleme sıcaklığının daha yüksek uygulanması ile nikelin çözünmesinin artırılması mümkün olabilir.

İlerideki çalışmalarda nikel içeren demir alaşımı sistemine karbon eklenerek, ısıl işlem uygulanabilen çelik alaşımlarının ve parçaların elde edilmesi sağlanabilir. Üretilecek olan parçaların özellikleri ısıl işleme geliştirilebilir.

6. KAYNAKLAR

- Adams M., Brent L., Aliya D. vd. 2004. 2762 p, Vol. 9, ASM Handbook, Metallography and Microstructures, ASM International, USA.
- Ahlfors, M. 2014. The Possibilities and Advantages with Heat Treatments in HIP Proceedings.
- Arslan, F. 2007. Toz Metalurjisi ve Parçacık Malzeme İşlemleri, Bölüm 8, 233-298s.
- Bonastre, J., Deltell, A., Coll, R., Escoda, L., Suñol, J.J. 2001. Amorphous and Nanocrystalline Fe-Based Alloys Developed by Mechanical Alloying, Euro PM-Powder Manufacturing, P II, Campus Montilivi s/n, University of Girona, 17003 Girona, Spain.
- Boudinar, N., Djekoun, A., Otmani, A., Bouzabata, B. Greneche J. M. and Tiabi, K. 2016. Formation of nanocrystalline Fe–Ni alloys ppowders by mechanical alloying method, Advances in Materials and Processing Technologies, pp. 288-293.
- Cherdyntsev, V. V., Pustov, L. Yu. Kaloshkin, S. D. ,Tomilin, I. A., Shelekhov, E. V., Estrin, E. I. and Baldokhin, Yu. V. 2008. Phase Transformations in Powder Iron–Nickel Alloys Produced by Mechanical Alloying, Moscow State Institute of Steel and Alloys (MISiS), Leninskii pr. 4, Moscow, 19049 Russia
- Çınar, S., Toz metalurjisi ile malzeme üretim asamalari, <http://www.muhendisalemi.com/toz-metalurjisi-ile-malzeme-uretim-asamalari/> [18.05.2018]
- Çıtak, R. 2007. Toz Metalurjisi ve Parçacık Malzeme İşlemleri, Bölüm7, 299-350s.
- Dr.müh. ÜNAL, R., Toz üretim teknikleri, https://rahmiunal.net/toz/tozuretimi/powder_product.html [05.11.2018].
- Epma 2015. Future Developments for the European PM Industry, The European PM Industry Roadmap.
- Epma 2017. Introduction To Powder Metallurgy HIP Technology.
- Francis, G., Hanejko. 1998. Warm Compaction, ASM Handbook, Volume 7, 376-381 pp.
- German, R.M. 2005. Powder metallurgy and particulate materials processing, Metal powder industries federation, Princeton, USA, pp. 522.
- German, R.M., 1984. 472 p, Powder Metallurgy Science, MPPIF, USA.

- Gorokhov, V.M. and Ustinova, G.P. 2004. Computer Modelling of Pore and Particle Shape Change during Compaction of Powder Materials in a Rigid Die using Finite Element Method, Euro PM- Full Density and Alternative Consolidation pp.194-197.
- Hays, V., Mar, R., Saindrenan, G. and E. Gaffet 1996. Nanocrystalline Fe-Ni Solid Solutions Prepared By Mechanical Alloying, pp. 411-420.
- Höganäs Handbook for Sintered Components 2013. 114 p, Handbook 1 Material and Powder Properties.
- Höganäs Handbook for Sintered Components 2015. 130 p, Handbook 3 Design and Mechanical Properties.
- Höganäs Handbook for Sintered Components 2013. 170 p, Handbook 2 Production of Sintered Components.
- Höganäs Handbook for Sintered Components 2017. Handbook, Iron and Steel Powders for Sintered Components.
- Ionici, C., Căppăţână, C. 2003. The Influence of addition Elements on Sintered Iron Compacts Microhardness, Mining and Mineral Processing, Sofia, pp. 241-242.
- James, Brian W., Narasimhan, K. S. Warm Compaction and Warm-Die Compaction of Ferrous PM Materials, Cinnaminson, NJ, USA.
- James, W. Brian 1991. Ferrous Powders - How Alloying Method Influences Sintering, MPPIF Sintering Seminar, Pittsburgh, pp. 1-23.
- James, W. Brian 1991. High Performance Ferrous P/M Materials For Automotive Applications, pp. 1-23.
- Kasapgil, E. 2014. Stearik Asitin Demir Tozunun Mekanik Alaşımlanması Sürecine Etkileri, Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 68s.
- Kemppton H. Roll 1968. Iron Powder Metallurgy Volume 3, pp. 10-16.
- Kim Se H. and Kim, Y.D. 2011. Warm Compaction of An Fe-Si/Fe powder mixture, Seoul Korea, pp. 217-221.
- Lee Peter W, Trudel, Y., vd. 1998. 2762 p, ASM Handbook, Vol. 7, Powder Metallurgy, ASM International, USA.
- Myers, N, Baijal, R, King, P. 2004. Sintering of PIM Fe-2Ni-0.8C, pp. 1-11.
- Nickel Development Institute (NiDI) 2003. Nickel in powder metallurgy steels, 45 pp., 15-31pp, Reference Book, Series N° 11 006.

- Pei-Heng, Z., Long-Jiang, D., Jian-Liang, X., Di-Fei L., Liang, C. 2005. Fe-Ni Mechanical Alloying Process by Dry and Wet Method, Journal of Electronic Science and Technology of China, China 610054.
- Pelegriani, L., Bittencourt, S.D., Pauletti, P., de Verney, J. C. K, de Mattos, M. 2015. Influence of Milling Time During the Mechanical Alloying Process on the Properties of Fe-3Si-0.75P Alloy, Materials Research; 18(5), pp 1070-1076.
- Rawers, J.C. 1999. Warm Compaction of attrition milled nanostructured iron powders, Albany, Oregon, U.S.A, pp.1055-1060.
- Richter, D., Haour, G. and Richon, D. 1985. "Hot isostatic pressing (HIP)," Mater. Des., vol. 6, no. 6, pp. 303–305.
- Rutz, H. G. and Hanejko, F. G. 1994. High density processing of high performance ferrous materials International conference & exhibition on powder metallurgy & particulate materials, Toronto, Canada. pp. 1-24.
- Salak, A, Rieckensky, V. 1995. 450 p, Ferrous Powder Metallurgy, Cambridge International Science Publishing.
- Sarıçiçek, N. 2012. Östempelenmiş Toz Metal Çeliklerin Mekanik Ve Mikroyapı Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 91s.
- Saritas, S., Doherty, R.D., Lawley, A. 2001. Effect of Porosity on Thermal Diffusivity and Hardenability of PM Steels, Euro PM-Steel and Stainless steel, Volume 1, pp. 257-265.
- Sherif El-Eskandarany, M. 2015. 340 p. Mechanical Alloying Nanotechnology, Materials Science and Powder Metallurgy Second Edition.
- Simchi and Nojoomi A.A. 2013. Warm compaction of metallic powders, Woodhead Publishing Limited, pp. 86-196.
- Tarık G., Mehmet Ş., Fatih Ö. 2016. Dişli Üretimi İçin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilmiş Fe-C-Ni-Cu-Mo-B Metal Matriksli Kompozitin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması, TMMOB Metalurji ve Malzeme Mühendisleri Odası, 18thInternational Metallurgy & Materials Congress, 560-563s.
- The-Crankshaft Publishing, what-when-how, Mater'als, Parts and Finishes, Mechanical Alloying, <http://what-when-how.com/materialsparts-and-finishes/mechanical-alloying/> [05.11.2018].
- Thomas, Y. Sylvain St. L. and Vincent P. 2011. Behaviour of Conventional and New PM Lubricants as a Function of Processing Parameters, Euro PM –Powder Pressing: Lubricants & Powder Pressing, pp. 7-11.

- Xiaoa, Z.Y., Ke, M.Y., Fanga, L., Shaoa, M. and Li Y.Y. 2009. Die wall lubricated warm compacting and sintering behaviors of ppre-mixed Fe–Ni–Cu–Mo–C powders, Journal of Materials Processing Technology, pp. 1-4.
- Yılmaz, N. 2006. Demir Esaslı Toz Metal Malzemelerin Talaşlı İşlenebilirliği, Doktora tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 248s.
- Yılmaz, N., Varol R. 2011. Bakır Oranının Demir-Esaslı Yapısal Toz Metal Malzemelerin Mekanik Özellikleri Vedelinebilirliğine Etkisinin Araştırılması
- Younes, A., Dilmi, N., Khorchef, M., Bouamer, A., Bacha, N-E., Zergoug, M. 2017. Structural and magnetic proeprties of FeCuNi nanostructured produced by mechanical alloying, Applied Surface Science.

ÖZGEÇMİŞ

LUTFULLOI KAROMATULLOZODA

lutfullo91@gmail.com



ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek Lisans 2015-2018	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği bölümü, Antalya
Lisans 2009-2015	Tacik Teknik Üniversitesi (M.S. Osimi) Mekanik-Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği bölümü, Duşanbe

MESLEKİ VE İDARİ GÖREVLER

Mühendis Teknisyen 2010-2015	The branch of Operation Mercy in RT
---------------------------------	-------------------------------------