

**DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DEMİR ESASLI METAL TOZLARINDAN**  
**GELENEKSEL VE MİKRODALGA**  
**SİNERLEME YÖNTEMLERİ İLE MALZEME**  
**ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN**  
**KARŞILAŞTIRILMASI**

**İhsan Murat KUŞOĞLU**

**Mart, 2011**

**İZMİR**

**DEMİR ESASLI METAL TOZLARINDAN  
GELENEKSEL VE MİKRODALGA  
SİNTERLEME YÖNTEMLERİ İLE MALZEME  
ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN  
KARŞILAŞTIRILMASI**

**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**

**Doktora Tezi**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Malzeme Bilimi  
Anabilim Dalı**

**İhsan Murat KUŞOĞLU**

**Mart, 2011**

**İZMİR**

## DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

İHSAN MURAT KUŞOĞLU, tarafından PROF. DR. KAZIM ÖNEL yönetiminde hazırlanan “DEMİR ESASLI METAL TOZLARINDAN GELENEKSEL VE MİKRODALGA SİNERLEME YÖNTEMLERİ İLE MALZEME ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir doktora tezi olarak kabul edilmiştir.




Prof. Dr. Kazım ÖNEL

Yönetici



Prof. Dr. Tevfik AKSOY

Tez İzleme Komitesi Üyesi



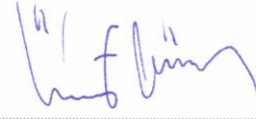
Prof. Dr. Mehmet TÜRKER

Jüri Üyesi



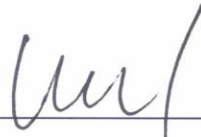
Doç. Dr. Enver ATİK

Tez İzleme Komitesi Üyesi



Prof. Dr. Ümit CÖCEN

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Mustafa SABUNCU

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

## TEŞEKKÜR

Lisansüstü eğitimim boyunca danışmanlığımı yapan, akademik çalışmalarım ve gelişimim esnasında sabırla beni izleyerek doğru yolda ilerlemem için gereken düzeltmeleri yapan, bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Kazım ÖNEL'e; akademik hayatım boyunca yaptığı kritik uyarılar ve doktora tezi süresince doğru sonuçlara ilerlemem için farklı yolların açılımını sağlayan manevi desteğini hissettiğim, bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Tevfik AKSOY'a; doktora tezi vesilesiyle tanıştığım efendi kişiliğiyle bana örnek teşkil eden, moral ve motivasyonumu yükselten, bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Enver ATİK'e teşekkür ederim.

Ayrıca, Sanayi Bakanlığı 00154.STZ.2007-2 nolu projesi kapsamında üniversite-sanayi işbirliğinin gelişimine, toz atomizasyon konusunda yaptıkları yatırımlar ile Türk Toz Metalurjisi'nin gelişimine destek olan Sentas-Bir firması ve çalışanlarına; çalışmalarımda hammadde desteğinde bulunan Toz Metal A.Ş firmasına; toz metalurjisi alanına girdikten sonra tanıştığım, Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri adlı Türkçe kaynağın toz metalurjisi camiasına kazandırılmasında ve Türk Toz Metalurjisi Derneği'nin gelişimine yoğun katkılarda bulunan rahmetli Prof. Dr. Süleyman Sarıtaş'a; tez süresince mikrodalga sinterleme çalışmalarımı yürütmem için Bayreuth Üniversitesi, Almanya'da laboratuvar imkanlarını açan, bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen Prof. Dr. Monika Willert-Porada ve ekibine; Freiberg Üniversitesi, Almanya'da mikrodalga enerjisi ile ilk kez tanıştığım ilk yurtdışı bilgi ve tecrübelerimi edindiğim Seramik, Cam ve Yapı Malzemeleri bölümünün tüm ekibine teşekkür ederim.

Ve tabii ki maddi ve manevi destekleri ile her an yanımda bir güç olarak hissettiğim ve bir ömür hissedeceğim sevgili aileme ve üzerimde hakkı geçen herkese sonsuz şükranlarımı sunarım.

**İhsan Murat KUŞOĞLU**

# DEMİR ESASLI METAL TOZLARINDAN GELENEKSEL VE MİKRODALGA SİNTERLEME YÖNTEMLERİ İLE MALZEME ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

## ÖZ

Toz Metalurjisi prosesinin en önemli kademelerinden biri sinterlemedir. Sinterleme, ham kompaktın ısıtılması ile sıkıştırılmış parçacıkların bağlanarak yoğunlaşma sonucu dayanımın arttığı ısıl işlemdir. Kompaktın nihai özelliklerinin kazandırıldığı bu aşama aynı zamanda enerji ve zamanın en çok tüketildiği prosestir. Son yıllarda yapılan çalışmalar toz metalurjisi kompaktların mikrodalga enerjisi ile sinterlenmesi sonucu bu tüketimin azaltılacağı gibi mekanik özelliklerinin de geliştirilebileceğini göstermiştir. Mikrodalga enerjinin olumlu etkilerine odaklanan bu çalışmada tüm mühendislik malzemelerinde en çok tüketilen demir ve demir alaşımları kullanılmıştır. Bu kapsamda, Fe, farklı oranlarda Cu katkılı Fe-Cu, farklı oranlarda bronz alaşımı katkılı Fe-bronz, 316L, farklı oranlarda Cu katkılı 316L-Cu, farklı oranlarda bronz alaşımı katkılı 316L-bronz kompaktlar geleneksel yolla ve mikrodalga enerjisi ile sinterlenmiştir. Farklı bileşimdeki demir esaslı kompaktlara uygulanan bu iki yöntemin mekanik özelliklere etkisinin belirlenebilmesi için 3-nokta eğme deneyi numuneleri kullanılmıştır. Yapılan karakterizasyon çalışmalarında; boyutlandırma ile hacimsel değişim, civa gözenekölçer ile gözeneklilik miktarı, 3-nokta eğme deneyi ile eğme dayanımı ve çökme miktarı, optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapısal ve morfolojik özellikler ve enerji dağılım spektrometresi (EDS) ile yapıdaki elementel değişimler belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, mikrodalga enerjisi ile sinterlenmiş demir esaslı kompaktların mekanik özelliklerinin geleneksel yolla sinterlenmiş kompaktlara göre daha üstün olduğunu göstermiştir.

**Anahtar Kelimeler:** toz metalurjisi, Fe, Fe-Cu, Fe-bronz, 316L, 316L-Cu, 316L-bronz, kompakt, sinterleme, mikrodalga enerjisi

# **PRODUCTION AND PROPERTIES COMPARISON OF MATERIALS PRODUCED BY CONVENTIONAL AND MICROWAVE SINTERING OF IRON BASED POWDER COMPACTS**

## **ABSTRACT**

Sintering is one of the most important step of Powder Metallurgy. Sintering is a heat treatment where strength is gained as a result of densification by joining of particles via heating compacts. This step where final properties of compacts are gained is also a process that most of energy and time is used. Works done of late years showed that used energy and time can be reduced and mechanical properties can be improved by using microwave energy in sintering of powder metallurgy compacts. Focusing to the effect of microwave energy, iron and iron alloys which are the most common engineered materials are used in this work. In this context, Fe, several amounts of Cu mixed Fe-Cu, several amounts of bronze alloy mixed Fe-bronze, 316L, several amounts of Cu mixed 316L-Cu, several amounts of bronze alloy mixed 316L-bronze compacts are sintered by conventionally and microwave energy. 3-point bending samples are used to determine the effect of these two methods which are applied to iron alloy compacts of several compositions. Volume change by dimension, porosity amount by mercury porosimeter, bending strength and bending amount by 3-point bending test, microstructural and morphological properties by optical microscope and scanning electron microscope (SEM) and elemental change in the structure by energy dispersive spectrometer are determined by characterization studies. The results showed that mechanical properties of iron based compacts by using microwave energy are beter than conventionally sintered ones.

**Keywords:** powder metallurgy, Fe, Fe-Cu, Fe-bronze, 316L, 316L-Cu, 316L-bronze, compact, sintering, microwave energy

## İÇİNDEKİLER

	<b>Sayfa</b>
DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU .....	<b>ii</b>
TEŞEKKÜR.....	<b>iii</b>
ÖZ .....	<b>iv</b>
ABSTRACT.....	<b>v</b>
<b>BÖLÜM BİR - GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>BÖLÜM İKİ - TOZ METALURJİSİ PROSESİ KADEMELERİ .....</b>	<b>6</b>
2.1 Giriş .....	6
2.2 Metal Tozlar .....	6
2.3 Tozların Karıştırılması .....	9
2.4 Presleme .....	9
2.5 Sinterleme .....	10
2.6 Mikrodalga Enerjisi ve Toz Metalurjisi.....	13
2.6.1 Mikrodalga- Malzeme Etkileşimi .....	15
2.6.2 Mikrodalga Sinterlemenin Temelleri.....	17
2.6.3 İki Yönlü Mikrodalga Isıtma .....	19
2.6.4 Mikrodalga Sinterlemede Enerji Sarfıyatı .....	20
2.6.5 Mikrodalga Sinterleme Süresi .....	21
2.6.6 Mikrodalga Sinterlemede Yoğunlaşma ve Mikroyapı.....	21
2.6.7 Mikrodalga Sinterlemede Yüksek Isıtma Hızı .....	22
2.6.8 Malzemelerin Mikrodalgalarla Etkileşimi .....	23
2.6.9 Metalik Tozların Mikrodalga ile Sinterlenmesi.....	24

## **BÖLÜM ÜÇ – SİNERLEMENİN TEMEL İLKELERİ..... 26**

3.1 Temel Kavram.....	26
3.2 Kütle Taşınım Mekanizması .....	29

## **BÖLÜM DÖRT – TOZ METALURJİSİNDE ÖZELLİKLERİN DEĞİŞİMİ.. 33**

4.1 Giriş .....	33
4.2 Mekanik Özelliklere Gözeneklilik Etkisi .....	35
4.2.1 Yarı Statik Özellikler .....	36
4.2.2 Dinamik Özellikler .....	37
4.3 Üretim Parametre Faktörleri.....	37
4.3.1 Yoğunluk .....	37
4.3.2 Bileşim.....	38
4.3.3 Mikroyapı .....	38

## **BÖLÜM BEŞ – TOZ METALURJİSİNDE DEMİR VE ALAŞIMLARI ..... 40**

5.1 Giriş .....	40
5.2 Toz Metalurjisinde Ticari saflıkta Demir .....	41
5.3 Demir Esaslı Karışım Toz Sinterleme.....	42
5.3.1 Sinterleme Esnasında Demir Alaşımalarında Faz Değişimi .....	43
5.3.2 Gözenek Yapısının Değişimi.....	43
5.3.3 Sinterleme Esnasında Sıvı Fazın Oluşumu.....	44
5.4.4 Mikroyapı Değişimi.....	46
5.5 Toz Metalurjisinde Demir-Bakır (Fe-Cu) Alaşimleri .....	47
5.6 Toz Metalurjisinde Demir-Bakır- Kalay (Fe-Cu-Sn) Alaşimleri .....	51
5.7 Toz Metalurjisinde Paslanmaz Çelikler .....	53
5.7.1 Sinterlenmiş Paslanmaz Çeliklerin Mekanik Özellikleri.....	58
5.7.2 Paslanmaz Çeliklerde Mukavimleşme Mekanizması .....	59



5.7.3 TM Paslanmaz Çeliklerin Mekanik Özelliklerini Etkileyen Faktörler.....	62
5.7.3.1 Gözeneklilik.....	62
5.7.3.2 Sinterleme Sıcaklığı ve Süresi .....	63
5.7.4 Oda Sıcaklığı Statik Mekanik Özellikleri.....	65

## **BÖLÜM ALTI – TOZ METALURJİSİ PARÇALARDA ÖLÇÜM TEKNİKLERİ ..... 68**

6.1 Kompaktlaşma Etkisi .....	68
6.2 Yoğunluk, Gözeneklilik ve Gözenek Karakteristiği .....	69
6.3 Mikroyapı .....	74
6.4 Kompaktlarda Büzülme ve Genleşme .....	77
6.5 Yüzey Alanı.....	80
6.6 Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi .....	82
6.7 Kompaktlarda Homojenizasyon ve Reaksiyonlar .....	85
6.8 Bölüm Özeti .....	85

## **BÖLÜM YEDİ – DENEYSEL ÇALIŞMALAR VE BULGULAR ..... 87**

7.1 Giriş .....	87
7.2 Kullanılan Hammadeler .....	88
7.2.1 Kullanılan Metal ve Alaşım Tozları .....	88
7.2.2 Yağlayıcı Seçimi.....	90
7.3 Metal Tozların Karıştırılması .....	92
7.4 Tozların Sıkıştırılması .....	92
7.5 Deney Parametrelerinin Seçimi.....	93
7.6 Sıkıştırılmış Kompaktların Sinterlenmesi .....	93
7.6.1 Geleneksel Yolla Sinterleme .....	94
7.6.2 Mikrodalga Enerjisi ile Sinterleme.....	94
7.7 Sinterlenmiş Kompaktların Karakterizasyonu .....	96
7.7.1 Fiziksel Değişimler.....	96

7.7.2 Mekanik Özellikteki Değişimler.....	97
7.7.3 Mikroyapı ve Morfolojik İncelemeler .....	97
7.8 Deneysel Bulgular .....	98
7.8.1 Ticari saflıkta Demir Kompaktlar İçin Bulgular .....	98
7.8.2 Fe-Cu Kompaktlar İçin Bulgular .....	102
7.8.3 Fe-Bronz Kompaktlar İçin Bulgular.....	109
7.8.4 316L Paslanmaz Çelik Kompaktlar İçin Bulgular.....	119
7.8.4.1 Kompaktlaşma Basıncının 316 L Kompaklara Etkisi.....	119
7.8.4.2 Cu ve Bronz Katkısının 316 L Kompaklara Etkisi .....	125
<b>BÖLÜM SEKİZ – SONUÇLAR, İRDELEMELER VE TAVSİYELER .....</b>	<b>129</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>135</b>

## BÖLÜM BİR

### GİRİŞ

Toz metalurjisi (TM), metal tozların üretildiği ve bu tozların faydalı mühendislik parçalarına dönüştürüldüğü bir yöntemdir. Geleneksel olarak kullanılan TM yöntemi, metal vd. tozların rijid bir kalıpta preslenerek kompaktların oluşturulduğu ve kompaktlaşmış tozların ısı yoluyla birbiriyle bağ yaparak yoğunlaştığı ısıtma proseslerini içermektedir. Tozlar önce oda sıcaklığında kalıp boşluğuna akar. Basınç altında deformasyon ile parçacıklar birbirleri arasında oluşan zayıf sürtünme bağları ile yoğunlaşmaya başlarlar. Başlangıçta akışkan olan tozlar, kompaktlaşma sonrası katı özelliği sergiler. Kompaktlaşma sonrası yapının zayıf olmasından dolayı parçacıkların birbiriyle kuvvetli bağlar kurması için sinterleme sıcaklığına ısıtılır. Kalıpta kompaktlaşma sonrası yapının sinterleme sonucu şeklini koruması ve mukavimleşmesi gibi olumlu sonuçları vardır. Bu yöntem, makul kalınlık ve boyutlarda 1-1000 g aralığındaki ağırlıkta parçaların imalatında kullanımı avantaj teşkil etmektedir. Makul komplekslik ve düz yüzeyli parçaların şekillendirilmesinde optimum yöntem olarak kullanılır.

TM'nin en karakteristik özelliği metalik objelerin ergitme işlemi yapılmadan toz malzemeler kullanarak istenilen boyutlarda şekillendirilmesidir. Şekillendirme işlemi metal, seramik ya da karışımı tozların istenilen boyutlarda parçayı temsil eden kalıp boşluğuna uygun yük ile sıkıştırılmakta, sonrasında ise tozların fiziksel ve kimyasal karakteristiğine bağlı olarak ergime sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ısıl işleme bağlı olarak parçanın yoğunlaştırılması prensibine dayanmaktadır. Eski medeniyetlerdeki çoğu metalik objelerin TM prensipleriyle üretildiğine inanılmaktadır. Günümüzde ekonomik uygulanabilirliğinin devamından dolayı Kanada'da nikel tozdan 5 centlik madeni paraların yapımında TM kullanılmaktadır. İngiltere'de yaşayan Wollaston bu yöntem ile kendi zamanın en kaliteli platin eşyaların özellikle ufak potaların üretiminde başarı kazanmıştır. Platin metalinin TM ile işlenmesi, oksijen hidrojen alevi kullanarak ergitme işleminin yerini almıştır fakat 1860 yılında füzyon yöntemi popüler hale gelmiş ve platin ürünlerin imalatında daha hızlı ve ucuz bulunduğundan dolayı TM prosesinin yerini almıştır (Ramakrishnan, 1983).

Tungsten, platin metalinden daha yüksek ergime noktasına sahip diğerk bir metaldir dolayısıyla, ergitilmesi ve işlenmesi daha zordur. Bu nedenle tungsten metali de TM prensipleri kullanılarak üretimi tarihi süreçte gelişmiştir. Thomas Edison'un Ekim 1879'da elektrik lambasını keşfetmesiyle tungsten filamanların üretiminde TM başarıyla uygulamaya geçmiştir. 1878'de İngiliz Joseph Wilson Swan karbon filamanlı bazı elektrik lambalarını üretmesine karşın, bunlar seri üretime uygun değildi. Elektrik lambaları için metal filamanlar 1898'de Avusturya'nın osmiyum filamanı ile tanıştırılmış bunu da metalleştirilmiş karbon filamanlar izlemiştir. Tantalyum filamanlar ise 1905 yılında Almanya'da kullanılmıştır fakat tüm bu filamanlar çok kırılğan olmasına karşın, 3380 °C gibi yüksek ergime noktası ve iyi elektriksel özelliklerinden dolayı tungstenin en iyi metal olduğu belirlenmiştir. 1906 yılında TM ile filaman üretimini anlatan birçok çalışma yapılmış ve patentler alınmıştır. Sonraları, molibden, tantalyum, niyobyum gibi diğerk refrakter metaller de TM yöntemiyle işlenmiştir.

TM'deki diğerk ilerleme yağlayıcı emdirilmiş gözenekli metalik objelerin üretimi ile gerçekleşmiştir. İlerleyen yıllarda ise sinterlenmiş gözenekli bronz rulmanlardan yola çıkarak gözenekli filtreler, elektrotlar ve metal-metal olmayan agregalar gibi sürtünme malzemelerin gelişimi gerçekleşmiştir. Geleneksel TM ürünlerin ana müşterisi otomobil endüstrisidir (Ramakrishnan, 1983). TM'ne adanan ilk kitap Alman mühendis Franz Skaupy tarafından 1930 yılında Berlin'de yayınlanmıştır. Bu kitabın Rusça baskısında ise V.S. Rakovskii tarafından tungsten üretimi eklenmiş olup ayrıca orjinalinde krom, nikel, kobalt, vanadyum ve titanyum içeren kısımlar komple revizyondan geçirilmiştir. Bu nedenle kitabın Rusça basımında Skaupy ve Rakovski beraber yazar olarak gösterilmiştir. Almanca ve Rusça dilleriyle yayınlanan "Metal Seramikler" kitabının alt başlığında "Tozdan metal malzemelerin üretimi" kısmında TM yöntemi hakkında detaylı anlatımlar yapılmıştır (Yao Plotkin & Fridman, 1974).

Geçmişten günümüze TM üretim tekniklerinde çok önemli gelişmeler olmuştur. Daha iyi özelliklerde yeni tip tozlar daha büyük ve daha dayanımlı malzemelerin üretimini mümkün kılmaktadır. Başlangıç toz boyutu ve şeklinin kontrolü ile nihai sinterlenmiş malzemelerin yapısal özelliklerinin kontrolü de mümkün olmaktadır.

Homojen mikroyapıya sahip tam yoğun yüksek performans alaşımları gibi işlenmesi zor malzemeler bile başarıyla işlenebilmektedir. Geniş özellik aralığına sahip çok fazlı kompozitler de TM ile ekonomik olarak imal edilebilmektedir. Amorf, mikrokristalin veya yarı kararlı alaşımlar gibi dengede olmayan malzemeler bile TM teknikleri ile üretilmektedir.

Birçok durumda TM yöntemi, döküm ve talaşlı imalat gibi diğer üretim yöntemlerinden daha üstün olabilmektedir. Kalıba döküm ile üretilen alaşımların karşılayamadığı mukavemet, aşınma dayanımı veya yüksek kullanım sıcaklığı gerektiren parçalarda TM etkin bir seçenek olarak karşımıza çıkmaktadır. Döküm boşlukları, büzülme ve inklüzyon gibi döküm hatalarını engellemektedir. Gelişen toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ise hassas dökümün kapasitelerini aşarak seri üretimde gün geçtikçe önemini artırarak gelişmeye devam etmektedir. TM yüksek miktarlarda seri üretimde de rakip yöntemlerine üstünlük sağlamaya devam etmektedir. Nanoteknolojinin gereksinimi olan aletlerin, cihazların minyatürizasyonuna ve günümüz beklentilerine dönük olarak da geliştirilen mikro toz enjeksiyon kalıplama ve lazer sinterleme teknikleriyle kendini yenilemekte ve alternatif üretim tekniklerine karşı teknolojik ve ekonomik açıdan avantaj teşkil ederek yenilenmektedir.

TM ürünleri otomotiv ve uzay araçları, motor parçaları, rulmanlar, dişliler, filtreler, pompa parçaları, kesici aletler, magnetler, biyomedikal implantlar ve aşınma parçaları içermektedir. TM parçaların %70-85'i otomotiv endüstrisi içindir. Research and Markets adlı organizasyonun 2007-2012 yılları arasında Global TM pazarına dönük olarak yaptıkları araştırmada dünyadaki mevcut durum özetlenmiştir. TM parçaların 2006 yılındaki global satış tutarı 21 milyar \$'ın üzerindediydi ve %5'lik yıllık ortalama büyüme oranı ile 2007 yılındaki beklentiler 23 milyar \$ ve 2012'de 30 milyar \$ olması planlanmaktadır. Kuzey Amerika TM parçalarının 2007 yılındaki pazarı yaklaşık 5 milyar \$ iken bunun 2012'de 5,5 milyar \$ olması öngörülmektedir. Avrupa'da ise pazarın 2007 yılında yaklaşık 9,5 milyar \$ olması beklenirken 2012'de 11,6 milyar \$'a ulaşması öngörülmektedir. Asya'da ise 2007 yılında 7,62 milyar \$ olarak beklenen pazar 2012'de 12,6 milyar \$ olarak hesaplanmaktadır.

TM için metal tozların global yıllık üretimi şuan 1 milyon tonu geçmektedir. Kuzey Amerika'nın TM için demir toz pazarı 2005 yılına kıyasla %5 düşüş göstererek 2006 yılında 377 bin ton iken 2012 yılında bu rakamın 465 bin tona çıkması öngörülmektedir. Kuzey Amerika'nın bakır ve bakır esaslı tozların pazarı 2006 yılında %6,4 oranında düşerek 18.200 ton olduğu belirlenmiştir. Avrupa'nın ferro ve bakır içerikli metal toz satışı ise 2006 yılında toplamda 192 bin ton iken bu rakamın 2012'de 240.400 tona çıkması beklenilmektedir. Japonya'nın 2006 yılındaki metal toz pazarı ise Çin'le hemen hemen yakın olup yaklaşık 139 bin ton olarak belirlenmiştir.

Kuzey Amerika TM pazarında düşüşün temel nedeni Amerikan yapımı araç başına kullanılan TM ürünlerdeki azalmadır fakat Japonya, Çin ve Hindistan gibi diğer Asya otomobil üreticileri gelecek periyotta bu alanda daha fazla kullanım alanı oluşturma yolunda ilerlemektedir. Ana TM pazarı olarak Kuzey Amerika, Batı Avrupa ve Japonlar sabit gelişim gösterirken Çin, Hindistan ve Doğu Avrupa gibi diğer coğrafik bölgeler büyüme eğilimi içine girmektedirler. Gelişen bu Asya ülkelerindeki TM marketinin büyüme oranı %9 olarak tahmin edilmektedir. En yüksek büyüme oranı 7,4-7,6 g/cm<sup>3</sup> üzeri yüksek yoğunluk malzemeleri ile ileri teknik malzemelerde beklenmektedir. Metal toz enjeksiyon kalıplama teknolojisi ile oluşturulan pazarda da %8'in üzerinde hatta bazı bölgelerde bunun iki katı oranında büyüme beklenilmektedir.

TM üretim tekniklerinin mekanik özelliklere etkisini inceleyen bu tez 8 bölümden oluşmaktadır. 2. Bölüm'de TM'nin üretim döngüsü ve alternatif üretim tekniklerinden mikrodalga enerjisi ve TM'ne uygulanabilirliği tanıtılmıştır. 3. Bölüm'de sinterleme teorisinin genel kavramları, oluşması muhtemel kompakt özellikleriyle anlatılmış ve 4. Bölüm ile özelliklerin sinterleme ile nasıl değişebileceği belirtilmiştir. 5. Bölüm'de ise tezin temel deneysel inceleme ve irdeleme alanını oluşturan TM'nin teknolojik ihtiyaçlarına daha büyük oranda karşılık veren ve global pazarın büyük kısmını oluşturan demir ve demir esaslı bazı alaşım tozlardan (Fe-Cu, Fe-Cu-Sn ve 316L kalite paslanmaz çelik) oluşturulan kompaktların sinterleme mekanizmaları, sinterleme şartları ve nihai mekanik özelliklere etkileri literatür ışığında açıklanılmıştır. 6. Bölüm'de sinterlenen malzemelerin nasıl karakterize edileceği ve hangi ölçüm teknikleri ile gerek sinterleme esnasında gerek sinterleme sonrasında nihai özelliklerin tespit edilebileceği

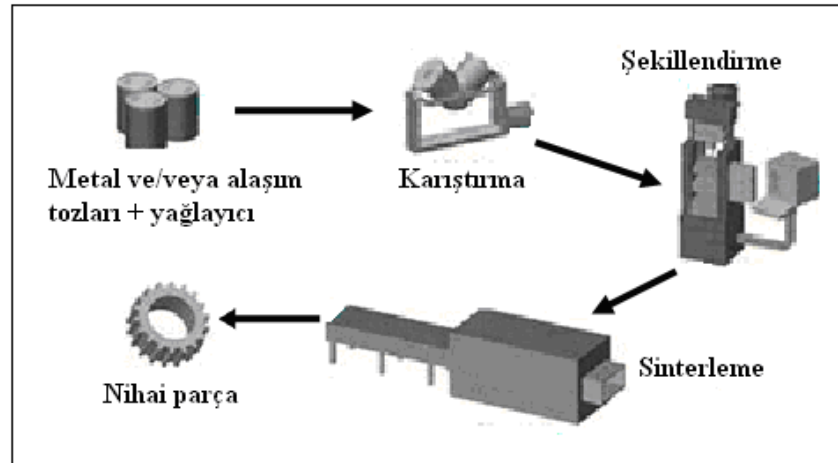
belirtilmiştir. Tezin 7. Bölümü'nde ilk 6 Bölümde anlatılan literatür ve teorik bilgilerden seçilen bazı parametrelerden yola çıkarak TM parçalarda mikroyapısal ve mekaniksel özelliklerin sinterleme tekniklerine göre nasıl değiştiği deneysel çalışmalar eşliğinde gösterilmiş olup 8. Bölüm'de elde edilen tüm sonuçlar irdelenerek çalışmalar sonlandırılmıştır.

## BÖLÜM İKİ

### TOZ METALURJİSİ PROSESİ KADEMELERİ

#### 2.1 Giriş

TM genel anlamda metal, seramik ya da karışımı tozların bir kalıp içinde şekillendirilmesi ile oluşturulan düşük yoğunluktaki gözenekli kompaktların ısı işlemler ile teorik yoğunluğa yakın ya da uygulama alanına dönük olarak belli gözenekte parçaların üretilmesi felsefesine dayanmaktadır. Şekil 2.1 'de TM akım şemasında yöntemi oluşturan kademeler gösterilmiştir. Bu bölümde kademeler genel olarak açıklanmış olup tez kapsamında kullanılan hammadde, şekillendirme ve işleme teknikleri literatür ışığında daha detaylı bir şekilde anlatılmıştır.



Şekil 2.1 TM genel akım şeması

#### 2.2 Metal Tozlar

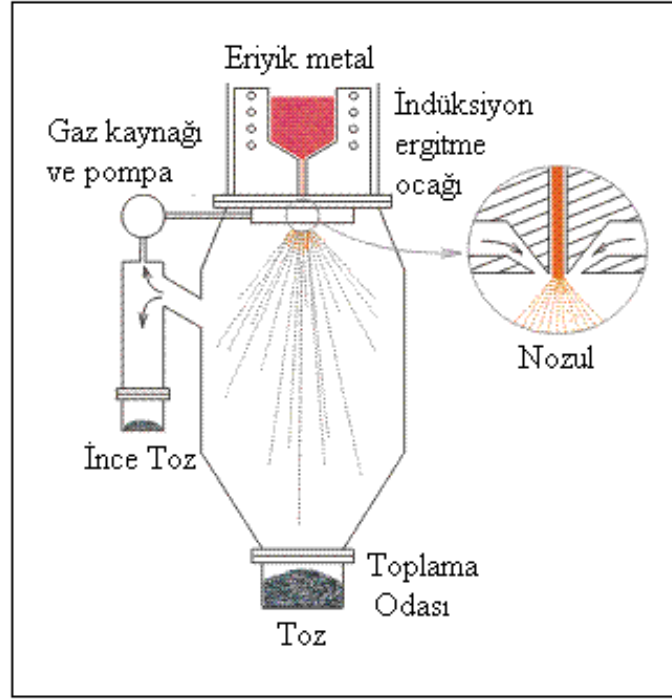
TM ile metalik parçaların imalatında başlangıç hammaddesi metal tozlardır. Metal tozları, toz üretim yöntemlerine bağlı olarak parçacık boyut dağılımı, parçacık morfolojisi, kimyasal bileşim ve oksijen miktarları ile farklılık göstererek gerek sinterleme parametrelerinin seçimine gerekse sinterlenen parçaların nihai özelliklerine etki etmektedir. Metalleri toz formunda üretmenin birçok yolu vardır :



- Katı metali ufalama
- Tuz çözeltisinden çöktürme
- Kimyasal bileşimin termal parçalanması
- Genelde katı haldeki oksitler gibi toz bileşiklerin indirgenmesi
- Elektrodepozitleme
- Ergimiş metalin atomizasyonu

Bunlardan son üçü ticari olarak kullanılan yöntemlerdir. TM demir ve alaşımı parçaların üretiminde kullanılan tozların eldesinde daha çok atomizasyon yöntemi tercih edilmektedir. Bu yöntem yüksek miktarlarda seri üretimi kısa sürede mümkün kılmaktadır.

Atomizasyon yönteminde ergimiş metal küçük damlacıklar haline ayrıştırılır ve damlalar bir araya gelmeden ya da katı yüzey ile temas etmeden hızlı bir şekilde soğutulur. Yöntem, ince bir şekilde akan ergimiş metalin yüksek enerjili gaz veya sıvı jetine maruz bırakılmasıyla parçalara ayrılması prensibine dayanmaktadır (Şekil 2.2). Bu yöntemle üretilen tozların parçacık boyut dağılımını; jetlerin dizaynı ve konfigürasyonu, atomize edici akışkanın basıncı ve hacmi ve metal akışını kontrol altında tutarak mümkün olmaktadır. Parçacık şekli ise katılma hızıyla belirlenebilir. Düşük ısı kapasiteli gaz ile küresel veya su kullanarak şekilsiz tozlar elde edilebilir. Prensip bu teknik eritilebilen tüm metallere uygulanabilir ve ticari olarak demir, bakır, takım çelikleri, alaşımlı çelikler, pirinç, bronz ve alüminyum, kalay, kurşun, çinko ve kadmiyum gibi düşük erime noktalı metallere uygulanmaktadır. Krom esaslı gibi oksijen duyarlılığı yüksek alaşımlar da argon gibi inert gazlar ile atomize edilebilmektedir. Ergitilerek alaşım haline getirilebilen tüm metallere uygulanabilirliği toz üretiminde yöntemi yaygın kılmaktadır.



Şekil 2.2 Gaz atomizasyon ünitesi şematik gösterimi (German, 1994)

İlaveten, santrifuj atomizasyon gibi diğer prosesler ile de toz üretimi mümkündür. Bu yöntemde ergimiş metal dönen disk üzerinde damlacıklara ayrılmaktadır. Temelde iki tip santrifuj atomizasyon yöntemi vardır :

- (1) Ergimiş metalin dönen bir disk üzerine yollanması sonucu eriyiğin damlacıklara ayrılması
- (2) Yüksek hızda dönen metal bir çubuğun serbest ucunun elektron ışını veya plazmaya maruz bırakılarak ertilmesi sonucu damlacıklara ayrılması. Bu prosesin adı Dönen Elektrod Prosesi (Rotating Electrode Process-REP) olarak adlandırılmıştır. Metal çubuk bu yöntemde yatay veya dikey olarak döndürebilir.

Santrifuj atomizasyonun avantajı, yalıtılmış haznede kontrollü atmosferde veya vakum altında yüksek reaktifliğe sahip çok temiz oksitsiz tozların üretimini mümkün kılmasıdır. REP yönteminde refrakter ile temas olmadığından dolayı tozlarda olması muhtemel metalik olmayan inklüzyonların önüne geçilebilmektedir.

Atomizasyon ergitme ile alařımlandırılabilen tüm metallerin toz halinde üretimini mümkün kılmaktadır. Dolayısıyla her bir toz parçacığının aynı kimyasal bileřimi vardır. Ayrıca, geleneksel döküm yöntemiyle segregasyonsuz üretimi mümkün olmayan bakır-kurşun gibi alařımların da atomizasyonla üretimi mümkündür. Bu üretim sonucunda her bir bakır tanesinde homojen daęılım gösteren kurşun inklüzyonları elde etmek mümkün olmaktadır.

### **2.3 Tozların karıřtırılması**

Karıřtırmanın hedefi homojen karıřımın saęlanabilmesi ve yaęlayıcının tüm tozlarla homojen bir řekilde temas kurabilmesidir. En çok kullanılan yaęlayıcılar stearik asit, stearin, metalik stearatlar (örn, çinko stearat) ve parafin (wax) esaslı organik bileřiklerdir. Yaęlayıcının temel görevi toz kütlesi ve kalıp duvarı gibi presleme aletleri arasındaki sürtünmeyi azaltmaktır. Böylelikle toz presleme işlemi esnasında kayarak kompaktın üst ve alt noktasında yoğunluęun homojen olması saęlanabilir. Sürtünmenin azaltılması aynı zamanda kalıptan parçanın çıkartılmasını kolaylařtırarak ham kompakttaki çatlak oluşumunu da engeller. Yaęlayıcının iyi seçilmesi gerekmektedir. Organik yapının uzaklařmasından sonra yapıda kalabilecek artıklar hem ham hem de sinterlenmiř mukavemeti olumsuz etkileyebilmektedir.

Karıřım tozun görünür yoğunluęunu arttırabileceęinden dolayı ařırı süre karıřtırmadan uzak durulmalıdır. Ayrıca, ařırı karıřtırma parçanın ham mukavemetini azaltabilmektedir. Tüm parçacık yüzeyini kaplayan yaęlayıcılar parçacık temaslarını engelleyerek ham mukavemeti düşürebilir.

### **2.4 Presleme**

Karıřtırılmıř tozlar rijit çelik veya karbür kalıp içinde 150-900 MPa aralıęında preslenerek řekillendirilir. Bu ařamada, kütle içindeki toz tanelerinin soęuk olarak kaynařması ile kompakt řeklini korur. Kompaktlar kalıptan çıkarılırken ve sinterleme öncesi fırına tařınırken yeterli dayanımı göstermelidir. Bu ařama yöntem döngüsünün kritik bir adımıdır. Nihai řekil ve mekanik özellikler preslenmiř

yoğunluk seviyesi ve homojenliğiyle direk olarak bağlantılıdır. Pres altındaki tozlar sıvı gibi davranmaz, basınç homojen olarak tüm yapıya iletilmez ve kalıp duvarı boyunca çok az akış gözlenir. Bu nedenle etkin ham kompakt yoğunlukları kalıp ve ekipman tasarımına dayanmaktadır.

Preslemede uygulanabilecek maksimum basınç kalıp ve cihazın zarar görmeyeceği koşullara göre ayarlanmalıdır. Karmaşık, çok katmanlı parça geometrileri ve presdeki ince ve kırılğan tasarlanan iticiler, basıncı 600 MPa seviyesinde tutmaktadır. Basit geometrideki parçaların şekillendirilmesi ve preslemede kalın iticilerin kullanıldığı durumlarda ise basınç 1000 MPa, hatta daha üzerinde tutulabilir. Bu yüksek basınç soğuk kompaktlaştırma işlemi ile daha yüksek yoğunluklarda ham kompaktların elde edilmesini sağlayarak dişliler, senkronize edici halkalar ve mil bağlantı noktaları gibi yüksek mukavemet gerektiren uygulamalarda kullanılabilir.

Bu yöntemin dışında diğer toz şekillendirme yöntemleri olarak :

- Ilık presleme
- Sıcak presleme
- Metal enjeksiyon kalıplama
- Soğuk izostatik presleme
- Sıcak izostatik presleme
- Yüksek hızda kompaktlaştırma
- Hızlı prototipleme (Lazer sinterleme gibi)

üretimde değerlendirilmektedir (German vd, 2007).

## **2.5 Sinterleme :**

Sinterleme nihai parçaların oluşturulmasında anahtar aşamadır. Bu aşamada parça sahip olması gereken özellikleri kazanmaktadır. Çoğunlukla sinterleme ısı gerektirmektedir.

Sinterleme kelimesinin ISO 3252 toz metalurjisi sözlüğüne göre tanımı : “Toz veya kompakta ait ana bileşenin ergime noktasının altındaki sıcaklıkta parçacıkların bir araya gelerek bağlanması ile dayanımının arttırıldığı ısıl işlemdir”.

Sinterleme esnasında atomik difüzyon gerçekleşir ve kompaktlaşma sırasında oluşturulan kaynaklanmış alanlar büyür ve bazen tamamen ortadan kalkar. Yeniden kristalleşme ve tane büyümesi bunu takip eder ve gözenekler yuvarlaklaşarak toplam gözeneklilik azalır.

İşlem yüksek yüzey alanlarını içerdiği ve metalin ergime sıcaklığının %60-90’ı arasında gerçekleştiğinden her zaman koruyucu atmosfer kullanılmaktadır. Karışım tozlar için sinterleme çoğunlukla düşük ergime noktalı katkıların ergime sıcaklığının üzerinde yapıldığı için (örneğin, bakır/kalay alaşımları, karbür/kobalt sement karbürler) sinterleme prosesi sıvı fazın varlığında gerçekleşir ki buna da sıvı faz sinterleme denilmektedir. Parçanın şeklini bozduğundan dolayı sıvı faz oranı iyi belirlenmelidir. Isıtma hızı, süre, sıcaklık ve atmosferin kontrolü tekrar edilebilirlik açısından önemlidir.

En çok tercih edilen fırın tipi elektrikle ısıtılan ve parçaların örgülü bir bandın üzerinde hareket ettiği tiptedir. Bant ve ısıtıcı elemanlar modifiye edilmiş 80/20 nikel/krom alaşımıdır ve 1150°C sıcaklıklarda uzun ömürlü olarak kullanılabilir. Daha yüksek sıcaklıklar için örgü bant veya itici fırınlar tercih edilmektedir ve kullanım gereksinimi sinterlenmiş parçalarda daha yüksek mukavemet arandıkça artmaktadır. Silisyum karbür ısıtıcı elemanlar ile bu fırın 1350°C ’nin üzerindeki sıcaklıklara çıkabilmektedir. Yüksek sıcaklıktaki özel durumlarda molibden ısıtıcı elemanlar kullanılabilir fakat molibdenin oksitlenerek buhar fazına geçmesi bazı kısıtlamalar getirebilmektedir. Molibden esaslı ısıtıcı eleman kullanan fırınlar muhakkak hidrojen atmosferi altında çalışmalıdır.

Günümüzde hızlı sinterleme teknikleri de yöntem döngüsünü kısaltıp, daha az maliyetli ve nispeten daha üstün özellikte ürünler oluşturmak adına günümüzde çalışılmaktadır. Mikrodalga enerjisi ile sinterleme de bu teknikler içinde inceleme ve

üretimde kullanılabilirliği açısından dikkat çekmektedir. Mikrodalga enerjisi ve TM kompaktlarla etkileşimi hakkındaki bilgi bu bölümün bir alt başlığı olarak açıklanmıştır.

Kontrollü atmosferler yüzey oksitlerinin indirgenmesini sağlamak ve parçanın oksitlenmesini engellemek için tüm sinterleme proseslerinde tercih edilmektedir. Pratikte, kuru hidrojen, azot/hidrojen karışımları ve hidrokarbonlar kullanılmaktadır ama hidrojen yüksek maliyetinden dolayı nadir olarak tercih edilmektedir. %75 hidrojen, %25 azot içeren parçalanmış amonyak, oksijen ve su buharı ihtiva etmeden üretilmekte ve  $-50^{\circ}\text{C}$  civarında çığ noktasına sahiptir. Kuru hidrojene göre üçte bir fiyatına mal olan amonyak ihtiva ettiği azotun olumsuz etkilemediği birçok parçanın sinterleme prosesinde tercih edilmektedir. Demir, çelik, paslanmaz çelik ve bakır esaslı bileşenleri ve kısmen yüksek sıcaklıkta sinterlenen krom gibi oksit oluşturan ve diğer atmosferlerde indirgenemeyen elementler içeren ferro alaşımları sinterlemek mümkündür. Günümüze kadar kullanılan atmosferlerin çoğu düşük maliyetlerinden dolayı hidrokarbonların yakılmasıyla oluşturulmaktaydı. Hava-gaz oranındaki değişimle farklı bileşimlerde atmosfer oluşturmak mümkündür. Demir bileşiklerin sinterlenmesindeki pratik uygulamalarda, su buharı içeren gazların kurutulması ile çığ noktasını  $0^{\circ}\text{C}$ 'nin altına düşürmek gerekmektedir.

Metan, bütan veya propan gibi hidrokarbon gazların sınırlı miktarda hava ile reaksiyona sokularak yakılmasıyla %45 hidrojen, biraz karbon monoksit ve dioksit ile az miktarda azot içeren bir karışım elde edilir. Bu reaksiyonun endotermik yapısından dolayı dış ısı kaynağı da uygulanmalıdır ve bu nedenle ortaya çıkan gaz endogaz olarak adlandırılır. Eğer hidrokarbon yetersiz hava ile yakılırsa %5 veya daha az hidrojen ile büyük miktarda azot içeren atmosfer oluşturulur ve bu reaksiyon ekzotermiktir, karışıma da ekzogaz denir. En ucuz atmosferdir fakat indirgeme potansiyeli düşüktür ve dolayısıyla toz kompaktlardan oksitlerin giderilmesinde etkin değildir. Bu atmosferle sinterlenen parçaların mukavemetleri de düşük olabilir. (German, 1996).

Çeliklerin sinterlenmesinde özellikle karbon içeren ferro alaşımlarda, atmosferin karbon potansiyeli önemlidir. Karbon potansiyeli çelikle dengede olmalıdır. Günümüzde ferro parçaların sinterlenmesinde sentetik gazlar geliştirilmiştir. Bu gazlara aynı zamanda azot esaslı gazlarda denmektedir ve azot ile hacimce %5-10 arasındaki hidrojenin dikkatli bir şekilde karıştırılmasıyla elde edilir. Çeliklerin sinterlenmesinde bu karışımı belli miktarda hidrokarbon gazda ilave edilerek parça içindeki gözeneklilikteki kalıntı oksitlerinde indirgenmesi yapılabilmektedir. Bu atmosferler ekzo- veya endogazlardan daha pahalıdır ama daha temizdir ve daha düşük oranda su içermektedir.

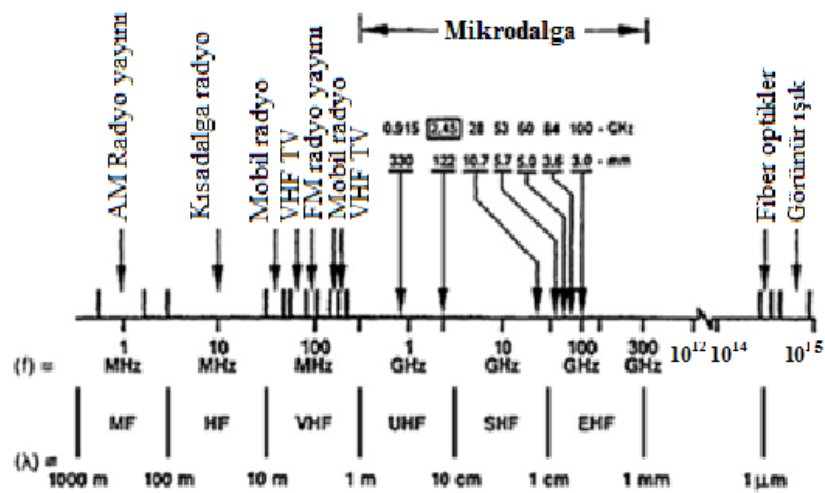
## **2.6 Mikrodalga Enerjisi ve Toz Metalurjisi**

Mikrodalga enerjisi, 300MHz ile 300GHz arasında değişen frekansa 1mm ve 1m aralığında dalgaboyuna sahip elektromanyetik enerji formudur. Mikrodalga ısıtma, malzemelerin mikrodalgalar ile etkileşime girerek hacimsel olarak elektromanyetik enerjiyi absorblayarak bunu ısıya dönüştürme yöntemidir. Bu geleneksel metotlardan farklı bir mekanizmadır. Geleneksel ısıtmada, ısı objeler arasında iletim, radyasyon ve konveksiyon mekanizmaları ile gerçekleşmektedir. Geleneksel ısıtmada, önce malzemenin yüzeyi ısınır ve ısının malzemenin içine doğru ilerlemesiyle devam eder yani yüzeyden iç kısma doğru bir sıcaklık gradyanı oluşur fakat mikrodalga ısıtmada mikrodalga malzemenin iç kısmına penetre olarak girdiği tüm hacmi ısıtır. Bu ısıtma mekanizması etkin difüzyon prosesleri, düşük enerji kullanımı, çok hızlı ısıtma rejimleri ve nispeten düşük proses süreci, daha düşük sinterleme sıcaklıkları, geliştirilmiş fiziksel ve mekaniksel özellikler, kolaylık, homojen özellikler ve düşük çevresel zarar gibi avantajlarından dolayı tercih edilmektedir. Bu avantajlar konvansiyonel yöntemlere üstünlük sağlamaktadır.

Mikrodalga enerjisi, 50 yılı aşkın bir süredir farklı uygulamalarda kullanılmaktadır. Bunları, gıda prosesleri, tahta kurutma, kauçuk vulkanizasyonu, medikal terapi, polimerlerin ısıtma işlemi vb şeklinde örneklendirebiliriz. Mikrodalga teknolojisinin malzeme bilimi ve proseslerinde kullanımı yeni değildir. Bu teknolojinin uygulandığı alanlar proses kontrolü, seramiklerin kurutulması,

kalsinasyon ve gazlı bileşiklerin mikrodalga plazma ile parçalanması, toz sentezi ve sinterleme olarak örneklendirilebilir. Malzemelerin mikrodalga enerjisi ile işlenmesi 2000'li yıllara kadar seramikler, yarıiletkenler, inorganik ve polimerik malzemelerle sınırlandırılmıştı. Araştırmacılar arasında yanlış yorum sonucu metallerin mikrodalgaları yansıttığı veya plazma oluşumuna sebep verdiği dolayısıyla, ısıtılamayacağı sadece belli limite mikrodalga penetrasyonu sonucu yüzeyde ısınmanın gerçekleşebileceği görüşü kabul görmüştür. Araştırmacılar bu durumun sadece oda sıcaklığındaki sinterlenmiş veya tam yoğun metaller için geçerli olduğunu savunmuş ama toz metaller için geçerli olduğunu belirtmemişlerdir. Günümüzde ise mikrodalga sinterlemenin etkin ve verimli bir şekilde birçok seramiğe uygulandığı gibi toz metallere de uygulanabileceği belirlenmiştir.

Mikrodalgaların frekans ve dalgaboyu aralıkları Şekil 2.3 'te gösterilmiştir. Mikrodalgaların görünür, ultraviyole veya infrared ışık gibi diğer elektromanyetik enerji formlarından daha uzun dalgalı ve daha düşük enerji kuantası vardır. Mikrodalga uygulamaların geniş kullanımı ilk kez radar, televizyon ve uydu alanlarında olmuştur. İkinci uygulaması ise farklı malzemelerin mikrodalga ile ısıtılması olmuştur. Isıtma için en yaygın frekanslar 915 MHz ve 2,45 GHz 'dir ki bunlarda sırasıyla elektrik enerjisini yaklaşık %85 ve %50 civarında ısıya dönüştürebilmektedir (Oghbaei & Mirzaee, 2010).



Şekil 2.3 Mikrodalga prosesinde kullanılan elektromanyetik spektrum ve frekanslar (Oghbaei & Mirzaee, 2010)



### 2.6.1 Mikrodalga-Malzeme Etkileşimi

Malzemelerin mikrodalgalar ile dielektrik etkileşimi absorblanan güç (P) ve mikrodalga penetrasyon derinliği (D) ile açıklanabilir (Oghbaei & Mirzaee, 2010). Bunlar malzemedeki homojen ısınmayı belirlemektedir. Eşitlik 2.1 'de mikrodalga enerjinin malzeme içinde hacimsel absorpsiyonu ( $W/m^3$ ) olan ortalama absorblanan güç, P, tanımlanmıştır.

$$P = \sigma_1 E_1^2 = 2\pi f \varepsilon_0 \varepsilon'' e_{ff} E_1^2 = 2\pi f \varepsilon_0 \varepsilon_r'' \tan\delta_1 E_1^2 \quad (2.1)$$

$\tan\delta$ , polarize edilecek ve ısıtılacak malzemenin mikrodalga etkileşim kabiliyetini gösteren kayıp tanjantıdır. Eşitlik 2.2 'deki gibi ifade edilebilir :

$$\tan\delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (2.2)$$

Kayıp faktörü malzemenin mikrodalga enerjisini ısıya çevirebilme kabiliyetini ve dielektrik katsayısı polarize olacak malzemenin kabiliyetini ölçmektedir. Malzemede absorblanan mikrodalga ısıya dönüşür ve kendi sıcaklığında artışı sağlar. Eşitlik 2.3 'de sıcaklık artışı gösterilmiştir :

$$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{2\pi f \varepsilon_0 \varepsilon'' e_{ff} E_1^2}{\rho C_p} \quad (2.3)$$

Penetrasyon derinliği D (m), diğer önemli parametre olarak malzeme boyunca ısınmanın homojenliğini gösteren ve gelen gücün bir buçuk kat azaltılmasıyla tanımlanan penetrasyon derinliğidir. Eşitlik 2.4 'de penetrasyon derinliği tanımlanmıştır:

$$D = \frac{3\pi_0}{8.686\pi \tan\delta (\varepsilon_r'/\varepsilon_0)^{1/2}} = \frac{c}{2\pi f (2\varepsilon')^2 (\sqrt{1+\tan^2\delta}-1)^{1/2}} \quad (2.4)$$

Eşitlik 2.4 'de görüldüğü gibi belirli bir dalga boyunda daha yüksek  $\tan\delta$  ve  $\varepsilon_r'$  değerleri ile daha az penetrasyon derinliği oluşur. Yüksek frekanslar ve yüksek

değerli dielektrik özellikler daha çok yüzeyde ısınma sağlarken düşük frekanslar ve düşük değerli dielektrik özellikler daha fazla hacimsel ısınma sağlar.

İletken metalik malzeme için, gelen dalga büyük oranda yansıtılır; geri kalan kısmı metalin kendinden olan yüzeysel katman boyunca ilerleyemez. Verilen bir frekansta “f”, mikrodalgaların penetrasyon derinliği, malzemenin elektriksel ve manyetik özelliklerine bağlıdır ve mikrodalga tarafından ısıtılabilecek malzeme kalınlığının üst limitini veren önemli bir parametredir. Kabuk derinliği, “d” (m), Eşitlik 2.5 için akım yoğunluğunun yüzeyden iletim boyunca yüzeydeki değerinin 1/e’si kadarıdır.

$$d = \sqrt{\frac{1}{\pi f \sigma \mu_a}} \quad (2.5)$$

Eşitlik 2.1-2.5’deki formülasyonlardaki sembollerin tanımı ve birimleri Tablo 2.1’de verilmiştir.

Tablo 2.1 Sembollerin tanımı ve birimleri

Sembol	Tanım (birim)
$\sigma$	malzeme elektriksel iletkenlik ( $\Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$ )
$f$	mikrodalga frekansı (Hz)
$E$	iç elektriksel alan büyüklüğü (V/m)
$\epsilon''$	kayıp faktörü
$\epsilon'$	permütivite
$\epsilon_0$	boşluğun permütivitesi (F/m)
$\epsilon'_d$	dielektrik sabit
$\epsilon''_{\text{eff}}$	etkin dielektrik kayıp faktörü
$\mu_a$	malzeme manyetik permeabilitesi (N/A <sup>2</sup> )
$c$	ışığın hızı (m/s)
$\lambda_0$	anlık dalga boyu (m)
$T$	sıcaklık (K)
$t$	zaman (s)
$\rho$	yoğunluk (kg/m <sup>3</sup> )
$C_p$	ısı kapasitesi (J/kg K)

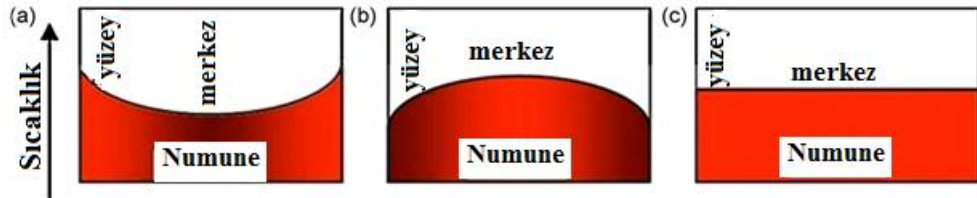
Yüksek iletkenlik ve geçirgenliğe sahip malzemeler, belli frekansta daha düşük penetrasyon derinliği sergiler ama mevcut sıcaklıktaki  $\alpha$  ve  $\mu_a$  değişkenlerine göre bu derinlikte değişebilir. Çoğu metaller genellikle mikrometre mertebesinde penetrasyon derinliğine sahiptirler dolayısıyla direk ısıtılması sadece yüzeysel

kalmakta fakat penetrasyon derinliđiyle aynı boyutta tozların kullanılması ile direk ısıtma mümkün olabilir ve mikrodalga ile sinterlemede kullanılabilir.

Yukarıdaki eşitliklerde görüldüđü gibi, dielektrik özellikleri ( $\epsilon_0$ ,  $\epsilon'$  ve  $\tan\delta$ ) malzeme tarafından absorblanan güçte etkin rol oynar. Eşitliklerde yapısal parametreler (atomik, mikroyapısal vd.) yoktur. Yapısal özellikler, dielektrik özellikleri ( $\epsilon'_r$ ,  $\epsilon''_{eff}$  ve  $\tan\delta$ ) deđiřtirmede etkin olmayacağı düşünceyiyle deđerlendirilmemiřtir.

### 2.6.2 Mikrodalga Sinterlemenin Temelleri

Tozların sinterlenmesindeki özel beklentiler mikrodalga proses uygulamalarını ilgi çekici kılmaktadır. Bu beklentiler yüksek sıcaklık, yüksek ısıtma rejimi, homojen sıcaklık ve malzeme boyunca homojen ısı dađılımından oluřmaktadır. Geleneksel yolla malzemelerin sinterlenmesi, katkılı tozların karıřtırılması, öđütülmesi ve ham parçalara preslenmesini takip eden malzeme ergime noktasının yaklaşık 0,6-0,8 katı sıcaklıklarda fosil yakıt veya indüksiyon fırınlarda indirek olarak refrakter tipi elektrik dirençli fırınlarda gerçekteřmektedir. Bu fırınlar yüksek sıcaklıđı uzun süre muhafaza etmek için pahalı ısıtma elemanları, yakıt ve refrakter malzemeler kullanmaktadır. Dahası, yüksek elektrik enerjisi, fazla yakıt ve uzun süre gerektirmektedir. Bu tip indirekt ısıtma yapan fırınlara geleneksel sinterleme fırınları denir ve ısıtma mekanizmasına geleneksel ısıtma denir. Mikrodalga sinterleme ile geleneksel sinterleme arasındaki temel fark ısıtma mekanizmasıdır. Her iki metot için sıcaklık profili řekil 2.4 'de verilmiřtir.



Şekil 2.4 Numune içindeki sıcaklık profili : (a) geleneksel ısıtma, (b) mikrodalga ısıtma ve (c) mikrodalga hibrid ısıtma (Oghbaei & Mirzaee, 2010).

Mikrodalga prosesi, geleneksel proste gözlemlenemeyen etkin difüzyon prosesi, enerji ve proses maliyet tasarrufu, çok hızlı ısıtma hızları ve daha az proses süresi, daha düşük sinterleme sıcaklıkları, geliştirilmiş fiziksel ve mekanik özellikler, kolaylık, homojen özellikler, yeni malzemeler ve ürünler ve daha az çevresel zararlar ile farklı malzemelerin ısıtılması ve sinterlenmesinde dünya çapında kabul görmüştür (Oghbaei & Mirzaee, 2010).

Spark plazma sinterleme (SPS) adında başka bir sinterleme tekniği vardır. Plazma aktiveli sinterleme veya bölgesel destekli sinterleme tekniği olarak da bilinen bu yöntem daha düşük sıcaklıklarda daha kısa sinterleme sürelerinde çok hızlı ısıtma ve soğutma rejimlerinde ve dakikalar içinde tam yoğunlaşma sağlayabilmektedir. Bu metotta, tozlar grafit kalıbın içine yerleştirilerek tek eksenli preste preslenir ve sonra kompaktlar veya kalıptan geçen yüksek elektrik akımı ile ısıtılır. Mikrodalga ve plazma ark sinterleme hızlı prosesleme ve mikroyapı ve bazı özelliklerinde iyileşme gibi sonuçlarla ümit vaat etmektedir. Tabii ki iki yöntemdeki avantajlar birbirinden bağımsızdır. Mikrodalga sinterleme, büyük parçalarda dielektrik kayıp mekanizması ile enerjinin malzeme hacminde yoğunlaşmasından dolayı plazma ark sinterleme yöntemine alternatif durmaktadır.

Birçok araştırmacı malzemelerin enerji kaynaklarıyla işlenmesine alternatif olarak mikrodalga radyasyonunun kullanılmasıyla malzemede beklenilmeyen sonuçları raporlamışlardır (Oghbaei & Mirzaee, 2010). Bu sonuçlar seramik, polimerik ve organik sistemlerin ve seramik tozların daha düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi gibi hızlandırılmış kinetiklerin oluşumunu içermektedir. Bu beklenilmeyen sonuçlara “mikrodalga etkisi” denilmektedir. Özetle, geleneksel ısıtmanın yerine mikrodalga radyasyonun kullanımı ile sentezleme ve sinterleme kinetikleri 2-3 kat artırılabilir. Sinterleme prosesinde, mikrodalga etkisi ile aynı mikroyapıyı sergileyen daha düşük sıcaklıkların kullanılması değerlendirilmektedir. Şimdilerde mikrodalga etkisinin varlığı yaygın bir şekilde kabul edilmiştir. Ham parçaların mikrodalga destekli ısı işleme istenilen şekilde parçaların üretiminde yeni bir metot olabileceği kanıtlanmıştır. Mikrodalga enerjinin malzemelerin ısı işleminde

kullanılmasını ortaya koyan ana fikir, ürünün içinde enerjinin direkt depolanması ve mümkün ölçekte homojen sıcaklık dağılımı oluşturmaktır.

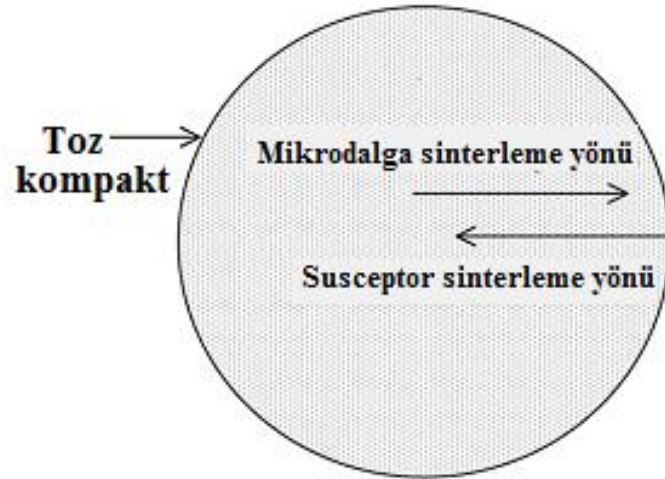
### **2.6.3 İki Yönlü Mikrodalga Isıtma (Mikrodalga Hibrid Isınma)**

Malzemelerin direkt mikrodalga ısınması esnasında bazı temel sorunlar ortaya çıkmaktadır. Malzemelerin mikrodalga ile işlenmesi üzerine yapılan birçok çalışma genel olarak düşük frekans (2,45GHz) mikrodalga uygulayıcılara dayanmaktadır ve bazı mikrodalga uygulayıcılar oda sıcaklığındaki birçok malzemeyle mikrodalga etkileşim gücünü oluşturamamaktadır ve düşük mikrodalga absorpsiyon özellikleri ön ısıtmayı güçleştirmektedir. Bu durum, alumina, silika, demiroksit, beta-alumina, zirkonya gibi seramik malzemelerde oluşabilmektedir. Doğal olarak hacimsel ısınma esnasındaki sıcaklık gradyanı, yüksek ısıtma rejimlerine bağlı homojen olmayan özellikler ve homojen olmayan sıcaklık dağılım sonuçlarında çatlamalara yol açabilir. Birçok sinterleme deneyinde, bu gradyanları azaltmaya dönük olarak yalıtım kullanılmaktadır fakat yalıtımın kullanılması sıcaklık kaybını artırabilir. Son olarak, Şekil 2.4 'te görüldüğü gibi toz kompaktlarda ısınmanın yönü geleneksel ısıtmada dışarıdan içeri doğrudur dolayısıyla malzeme yüzeyindeki sıcaklık merkeze kıyasla daha yüksekken, mikrodalga ısıtmada tam tersi durum söz konusudur. Bu durum geleneksel ısıtma sonucu merkezde yüzeye kıyasla daha kötü mikroyapı oluşumu sergilerken, mikrodalgada tam tersi durum oluşturmaktadır.

Bu problemler, araştırmacıları hibrid ısıtma tekniklerini geliştirmeye yöneltmiştir. Hibrid ısıtma mikrodalga ısıtmayla infrared ısıtma kaynaklarının bir arada kullanılmasıyla gerçekleştirilebilmektedir. Mikrodalga hibrid ısıtma, düşük sıcaklıklarda düşük dielektrik katsayısına ve yüksek sıcaklıklarda yüksek dielektrik katsayısına sahip malzemelerin ısıl işleminde karışık-absorblayan ısıtmaya dönük en önemli örnektir. Mikrodalgalar, düşük dielektrik kayba sahip malzemeye ilerlerken, yüksek dielektrik kayba sahip malzemeler tarafından absorblanmaktadır. Bu esnada yüksek dielektrik kayba sahip malzeme ile etkileşim esnasında az bir enerji kaybı gerçekleşmektedir. Bu durum, düşük sıcaklıklarda yüksek dielektrik kayba sahip susceptor adı verilen malzemeleri ham parçaların etrafına yerleştirerek

gerçekleştirilebilir. Düşük sıcaklıklarda, susceptör malzemesi mikrodalga enerjisinin düşük bir miktarını absorblayarak yüksek sıcaklıklara ulaşabilir ve sonrasında ısıyı numuneye geleneksel ısıtma mekanizmasıyla transfer edebilir. Böylelikle, yüksek sıcaklıklarda yüksek dielektrik kayba sahip malzeme mikrodalgaları absorblayabilir.

Mikrodalgalar ve mikrodalga etkileşimli dış ısıtma kaynağının (mikrodalga hibrid ısıtma) bir arada kullanılması, toz kompaktların hem iç hem de dış kısmının hızlı ısıtılmasını gerçekleştirebilir. Şekil 2.5 'de toz kompaktların mikrodalga hibrid ısıtma ile iki yönlü ısıtılması gösterilmiştir. Hibrid ısıtma sistemi numuneyi düşük sıcaklıklarda kolay bir şekilde ısıtır ve yüksek sıcaklıklarda iç kısımda daha hızlı sıcaklık profili oluşturur.



Şekil 2.5 Mikrodalga hibrid sinterlemede iki ısı kaynağının yönü (Oghbaei & Mirzaee, 2010).

#### **2.6.4 Mikrodalga Sinterlemede Enerji Sarfıyatı**

Mikrodalga ısıtma birçok oksit ve oksit olmayan seramik, metal ve kompozit tozun sinterlenmesinde başarılı bir şekilde kullanılmıştır. Mikrodalga ile sinterlemede enerjinin hacim içinde direk yönlenebilmesi, fırının, reaktör duvarlarının veya diğer kütleli bileşenlerin ve ısı taşıyıcıların ısıtılmasına gerek kalmadan enerji sarfiyatını azaltmakta ve aynı zamanda hızlı ısıtma rejimlerini sağlamaktadır. Bundan dolayı, yüksek sıcaklıklarda ısı kaybı artışına bağlı olarak daha uzun süren proses sürecini azaltmaktadır.

Isınan ve ısı kaynağı olarak kullanılabilen maddelerle daha düşük güç sarfiyatı sağlanabilir. Böylelikle, termal kütleinin efektif bir şekilde azaltılması, gereken güç girişini de azaltmaktadır. Mikrodalgalar, fırın atmosferi ya da fırın duvarlarını ısıtmadan toz kompaktlarla direk etkileşime girmektedir. Isıtma daha homojen ve hacimsel olduğundan geleneksel ısıtmaya kıyasla kayda değer enerji ve süre kazanımı gözlenir ve daha üstün mekanik özelliklere sahip ürün çıktıları elde edilebilir (Oghbaei & Mirzaee, 2010).

### ***2.6.5 Mikrodalga Sinterleme Süresi***

Kompaktlar geleneksel fırınlarda ışımsal yolla ısıtılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda kompaktlardaki termal gradyanı korumak, periyodik sıcaklıklarda daha yavaş ısıtma rejimi gereksinimi proses süresini uzatmakta dolayısıyla tane irileşmesine neden olmaktadır. Ayrıca, geleneksel fırınlarda yüksek ısıtma rejimi kompaktlarda sıcaklık gradyanına neden olmakta ve kompaktlarda çarpılma ve homojen olmayan mikroyapılar oluşturmaktadır. Hızlı sinterleme esnasında homojen mikroyapı elde etme tekniklerinden biri mikrodalga ısıtmayla gerçekleşmektedir. Mikrodalgalar, preslenmiş kompaktlardaki parçacıklarla etkileşime girerek hızlı hacimsel ısınmayı sağlamaktadır. Bu da proses süresini azaltmakta ve enerji tasarrufuyla sonuçlanmaktadır. Bazı uygulamalarda mikrodalga prosesinin kullanımı geleneksele kıyasla 10 ya da daha fazla oranda sinterleme sürecini azaltmaktadır. Mikrodalga ısıtma, malzemenin elektromanyetik enerjiyi absorblayıp bunu ısıya dönüştürerek daha kısa proses süresi ve daha fazla enerji tasarrufu sağlamaktadır. Eğer bölgesel seviyede yeterli ısı oluşturulabilirse, kimyasal reaksiyonlar çok kısa bir sürede gerçekleşebilir. İlaveten, hızlı ısıtmanın avantajıyla daha yüksek sinterleme sıcaklıklarına çıkış ile sinterleme süresi de azaltılabilir.

### ***2.6.6 Mikrodalga Sinterlemede Yoğunlaşma ve Mikroyapı***

Mikrodalga sinterleme tekniği iyonların gelişmiş difüzyon mekanizması ile sinterleme prosesini hızlandırarak matrikste tane büyümesi ve yoğunlaşmasını sağlamaktadır. Bilindiği üzere sinterleme prosesi yoğunlaşma ve tane büyüme

kademeleri olmak üzere ikiye ayrılır. Yoğunlaşma hızı numune parçacıkları arasındaki iyon difüzyonuna dayanmaktadır. Tane büyüme hızı ise tane sınırı difüzyonu ile tanımlanmaktadır. Dube ve diğer. (2004), mikrodalga sinterleme esnasında etkin mikrodalga alanın numune çevresinde yoğunlaştığını bulmuşlardır. Özellikle, numune parçacıkları arasındaki mikrodalga alan gücünün dış alandan 30 kat daha fazla olmakta bu da, numune parçacıkları yüzeyinde iyonizasyonu arttırmaktadır. Sonuç olarak, numune parçacıkları arasındaki iyonların difüzyonu ivmelenmekte ve yoğunlaşma süreci ilerlemektedir. Dahası, çevreleyen elektromanyetik alan tane sınırlarındaki iyonlarla etkileşime girmektedir. Mikrodalga alanın etkisiyle, tane sınırlarındaki iyonların kinetik enerjisi artmakta böylelikle, iyonların ileri atılması ile yer değiştirmesi için gerekli aktivasyon enerjisi azalmakta ve geri atılımı engelleyecek bariyer yüksekliğini de arttırmaktadır. Böylelikle, tane içi iyonların ileri difüzyonu desteklenmekte ve sinterleme esnasında tane büyümesini ivmelendirmektedir. Birçok durumda, mikrodalga sinterleme daha homojen tane boyut dağılımı ve daha yüksek yoğunlukta numunelerin üretilmesini sağlamaktadır.

### ***2.6.7 Mikrodalga Sinterlemede Yüksek Isıtma Hızı***

Malzemelerin özellikleri sahip oldukları mikroyapılar ile belirlenmektedir. Mikroyapısal gelişim konusunda kabul edilen görüş, yoğunlaşma ve tane irileşmesi arasındaki etkileşimdir. Mikroyapısal gelişimi kontrol etmek için, sıcaklık, basınç, sinterleme süresi ve ısıtma rejimi optimize edilmelidir. Tüm bu parametrelerden hızlı ısıtmanın, daha yavaş ısıtma ile elde edilen benzer yoğunlukta sonuçları kıyaslandığında, aynı tane boyutu için daha yüksek yoğunluğun elde edildiği belirtilmiştir (Oghbaei & Mirzaee, 2010). Diferansiyel yoğunlaşmaya sebep olan diferansiyel sinterleme konvansiyonel hızlı pişirme esnasında karşılaşılan problemlerden biridir. Bu bağlamda, mikrodalga sinterleme konvansiyonel hızlı pişirmeden kaynaklı problemlerin üstesinden gelebilecek alternatif bir tekniktir çünkü temas etmeyen bir tekniktir ve ısı elektromanyetik dalgalarla malzemeye transfer olmakta ve ısının büyük kısmı malzemenin içine transfer olarak diferansiyel sinterleme olumsuzluklarını minimize etmektedir. Daha ince ortalama tane boyutu ve



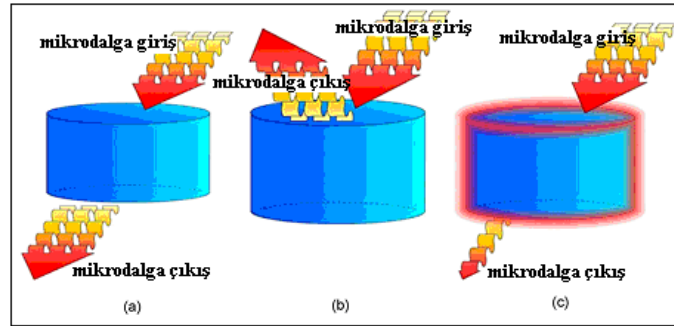
daha yüksek yoğunlukların elde edildiği mikrodalga sinterlemeye bağlı mikroyapısal gelişmeler, konvansiyonele kıyasla daha iyi mekanik özelliklerle sonuçlanmaktadır.

### **2.6.8 Malzemelerin Mikrodalgalarla Etkileşimi**

Enerji malzemeye elektromanyetik alanların etkileşimi ile moleküler seviyede transfer edilmektedir ve yüksek oranda dielektrik özellikleri elektromanyetik alanın malzeme üzerindeki etkisini belirlemekte dolayısıyla mikrodalga prosesinde mikrodalga/malzeme etkileşiminin fiziki öncelikli önem arz etmektedir. Mikrodalgaların moleküler dipoller ile etkileşimi dipollerin yer değiştirmesi ile sonuçlanır ve buna bağlı olarak iç dirençten ortaya çıkan ısı ile sonuçlanmaktadır (Thostenson & Chou, 1999).

Mikrodalgaların etkileşimi anlamında Şekil 2.6'da gösterildiği gibi malzemeler üç kategoride tanımlanabilir : (a) transparan, mikrodalğanın kayba uğramadan içinden geçtiği düşük dielektrik kayıp malzemeler; (b) opak, mikrodalğanın yansıtıldığı ve penetre olamadığı malzemeler; ve (c) absorblayan, dielektrik kayıp faktörü değerine bağlı olarak mikrodalgaları absorblayan yüksek dielektrik kayıp malzemeler. Dördüncü bir etkileşimden de söz edilebilir ki bu da karışık absorblayan olarak adlandırılmaktadır. Son tip etkileşim, fazlardan biri yüksek dielektrik kayıp malzeme diğeri ise tersi özellik gösteren kompozit veya çok fazlı malzemelerde gözlenmektedir. Karışık absorblayıcılar, seçimli ısıtma gibi mikrodalga prosesin etkili karakteristiklerinden birini kullanarak avantaj teşkil edebilmektedir (Oghbaei & Mirzaee, 2010). Mikrodalga hibrid ısıtma, karışık absorblama ısınma mekanizmasına gösterilebilecek en önemli örneklerden biridir. Mikrodalga temas halindeki iki parçacığın boyun kısmında yoğunlaşarak tane sınırlarında veya boyun bölgelerinde iyonik kütle transferinin gerçekleşmesini sağlamaktadır. Malzemelerde mikrodalga ile ısınma, sahip oldukları dielektrik özelliklere ve yapı hatalarına bağlıdır. Sinterleme atmosferi ve katkıların ilavesi mikrodalga alan altındaki ham parçaların difüzyon davranışını etkileyebilen hata konsantrasyonunu ve dielektrik özellikleri değiştirmektedir. Mikrodalgalar, preslenmiş kompaktlardaki mevcut parçacıkların her biri ile aynı anda etkileşime girerek hızlı hacimsel ısınmayı

mümkün kılmaktadır. Metalik tozların mikrodalga sinterlenmesindeki karmaşık durum, ortamdan kaynaklanabilmektedir. Ortamın (hava, polimer veya cam) aşırı dielektrik dayanımı sonucu elektrik alanın lokal konsantrasyonu ile ark, lokal ergime veya hızlı buharlaşma durumuna yol açabilmektedir. Sonuç olarak, mikrodalga sinterleme daha iyi kütle taşınımına bağlı olarak geleneksele kıyasla çok daha yüksek hızlarda gerçekleşmektedir. Dahası, mikrodalga sinterleme prosesi özayarlı (self-regulating) olabilmektedir çünkü boyun oluşumu etkin bir şekilde daha uzun iletken yol oluşturarak başlangıç parçacık dağılımına kıyasla elektromanyetik alan konsantrasyonu bölgelerini azaltmaktadır (Oghbaei & Mirzaee, 2010).



Şekil 2.6 Mikrodalga ile etkileşime bağlı olarak üç tip malzeme: (a) transparan, (b) opak (iletken) ve (c) absorblayıcı (Oghbaei & Mirzaee, 2010).

### 2.6.9 Metalik Tozların Mikrodalga ile Sinterlenmesi

Metalik tozların ısınma mekanizması tam olarak aydınlatılmamıştır. Buchelnikov ve diğer. (2008), hazırladıkları teorik model ile metalik tozların mikrodalga ısınmasını anlatmışlardır. Metalik tozu kompozit bir ortam gibi düşünmüşlerdir. Bu kompozit ortam, küresel metalik toz, bu tozu çevreleyen ince dielektrik oksit kabuk ve gazdan veya vakumdan oluşmaktadır. Demir tozu için yapılan teorik modelleme ve deneysel sonuçlar göstermiştir ki mikrodalga enerjisi toza penetre olabilmektedir. Roy, Agrawal, Cheng & Gedevarishvili (1999), yaptıkları çalışma sonucunda TM ürünlerin mikrodalga ile sinterleme sonrası sahip oldukları mekanik ve mikroyapısal özelliklerin geleneksel sinterlemeye göre daha üstün özellikler sergilediğini göstermişlerdir. Anlekar, Agrawal & Roy (2001), yaptıkları çalışmada bakır içeren

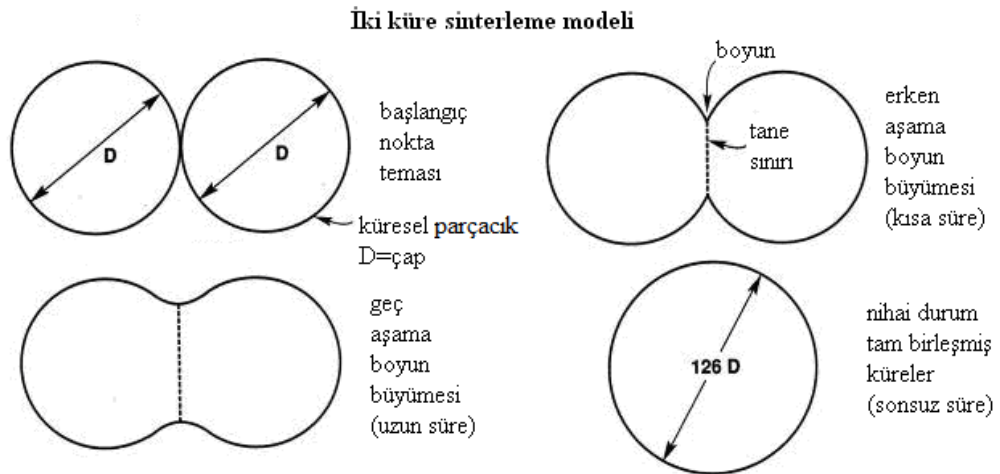
çelik tozlarından hazırladıkları test parçalarını mikrodalga ile sinterleyip geleneksel yöntemle göre kıyasladıklarında, daha yoğun, mikroyapısı daha üstün ve mekanik özellikleri daha iyi sonuçlar elde etmişlerdir. Panda, Singh, Upadhyaya & Agrawal (2006), östenitik paslanmaz çeliklerde farklı östenit stabilizatörlerinin mikrodalga sinterlemedeki etkilerini incelemişler ve yitrium alüminum garnet katkısıyla daha yoğun ve daha iyi mikroyapı özellikleri elde ederken mekanik özelliklerde bir değişim saptamamışlardır. Upadhyaya, Sethi & Agrawal (2003), yaptıkları çalışmada bronz tozlarının (Cu-12Sn) mikrodalga ile sinterlemesini çalışmışlardır. Ön karıştırılmış ve ön alaşımlandırılmış tozlarda da başarılı sonuçlara ulaşmışlardır. Yapılan çalışma mikrodalga ile sinterlemenin geleneksel yöntemle nazaran %50 daha kısa sürdüğünü göstermiştir. Ön karıştırılmış tozlarda mikrodalga ile sinterlemede boyutsal kararlılığı etkileyecek bir büzülme tespit edilmiştir. Bu nedenle bazı çalışmalarda daha pahalı olan ön alaşımlandırılmış bronz tozlarının kullanılması gerektiğini belirtmişlerdir. Petzdolt, Scholz, Park & M. Willert-Porada (2001), endüstriyel çapta yaptıkları çalışmada %3,75 Ni, %1,43 Cu, %0,77 C, ile %0,5 ve %1,54 Mo içeren iki farklı alaşımlı çelik tozlarını mikrodalga enerjisi ile sinterlemişlerdir. Düşük sinterleme sıcaklıklarında bile geleneksel yöntemle göre daha iyi sonuçlar elde etmişlerdir. Gupta & Wong (2005), yaptıkları çalışmada alüminyum ve bronz TM numuneleri mikrodalga katkılı iki yönlü sinterleme mekanizmasıyla başarıyla sinterlemişler, ürün kalitesine veya çevreye zarar vermeden hızlı sinterleme sonucu üretim maliyetlerinin düşürülebileceğini belirtmişlerdir. Mikrodalga enerjisinin TM’de kullanılabilirliği üzerine yapılan çalışmalar konvansiyonel yöntemle kıyasla daha kısa sürede, daha az enerji ile sinterlemenin gerçekleştirilebileceği ve mikroyapı ile mekanik özelliklerin geliştirilebileceği sonucuna varılmıştır ama endüstriyel uygulanabilirliği seri üretimde optimizasyonu hala bu teknolojinin netleşmeyen ve geliştirilmeye çalışılan sorunları olarak araştırılma aşamasındadır.

## BÖLÜM ÜÇ

### SİNERLEMENİN TEMEL İLKELERİ

#### 3.1 Temel Kavram

Sinterleme ısıtma esnasında parçacıklar arası bağ oluşumuna dayanmaktadır. Bağlar serbest yüzeyleri tane büyümesine bağlı olarak tane sınırlarının yok edilmesiyle beraber ortadan kaldırırken yüzey enerjisini azaltırlar. Artan ısıtma ile gözenek hacmi azalabilir ve buna bağlı parçada büzölmeye neden olabilir fakat çoğu uygulamada boyutsal değişim istenmemektedir. Dolayısıyla endüstriyel sinterlemede, yoğunlaşma ve boyutsal değişim gerçekleşmeden mukavimleşme önemlidir. Sinterleme ile bağlanmada yoğunlaşma için sıcaklık gereksinimi malzeme ve parçacık boyutuyla alakalıdır. Sinterleme için eş sıcaklık, mutlak sinterleme sıcaklığın mutlak ergime sıcaklığına bölünmesiyle belirlenir. Yüksek kimyasal kararlılığı olan malzemeler daha yüksek eş sinterleme sıcaklığı gerektirir (Bron, 1963). Birçok malzeme 0,5-0,8 arasındaki eş sıcaklıklarda sinterlenmektedir. Daha yüksek sıcaklık, daha uzun süre veya daha küçük taneler ile oluşan bağlar daha hızlı büyür ve yoğunlaşma daha etkin olur. Sinterleme sıcaklığını aşağıya çekmek için bazı kimyasal katkıları kullanılabilir.



Şekil 3.1 Sinterleme sırasında parçacıklar arası bağlanmanın gelişimini gösteren iki küre sinterleme modeli (German, 1996)

Parçacık temaslarında boyun büyümesi sinterleme esnasında beklenen davranıştır. Şekil 3.1’de yoğunlaşmanın farklı kademelerinde nokta temasındaki iki küredeki boyun

profilleri gösterilmiştir. Boyun büyümesi parçacık temas noktalarında yeni tane sınırı oluşturur. Yeterli süre varsa iki tane birleşerek tek tane oluşturur. Hacim korunumu ve yüzey enerji minimizasyonu iki parçacığın birleşmesiyle oluşan yeni parçacığın başlangıçtaki tek parçacığın çapının 1,26 katı çapında nihai bir küre geometrisi oluşumunu zorlar. İki küre geometresi birçok sinterleme modelini temsil etmede başlangıç noktasıdır. Boyun büyüdükçe kompakt daha güçlü hale gelir. Gerçekte her parçacığın üzerinde birçok boyun oluşma noktaları vardır ve her bir nokta gelişerek yapıda izole olmuş kapalı gözeneklerin oluşumuna neden olur. Kristalin bir malzeme için tane sınırları her bir noktada büyür ve başlangıç katı-buhar ara yüzeylerini oluşturur. İki küre geometrisi için uzun sinterleme sürelerinde tane sınırları taşınır ve parçacıkların bir araya gelmesi ile başlangıç parçacık çapının 1,26 katı büyüklüğünde nihai çapa sahip tek bir küre oluşumu gerçekleşir.

Farklı aşamalar ve katı taşınım mekanizmaları sinterlemenin anlaşılması için önemlidir. Taşınım mekanizmaları; katı hal sinterlemeyi kapsayan yüzey difüzyonu, hacim difüzyonu, tane sınırı difüzyonu, viskoz akış, plastik akış ve katı yüzeylerinden buhar taşınımı ile katının taşınım yollarını detaylandırır. İlk aşama kompaktlaşma sonrası parçacıkların temas noktalarında oluşan zayıf kohezif bağlar ile bir araya gelmesidir. Başlangıç sinterleme aşaması ısıtma esnasında oluşur ve parçacıklar arası bağın hızlı büyümesi ile karakterize edilir.

Bu aşamada kayda değer boyun büyümesi olmasına karşın boyun hacmi küçüktür ve az bir kütle ile boyun oluşur. Bir sonraki aşamada gözenek yapısı düzleşir ve silindirik bir yapı oluşturma eğilimi taşır. Yüzey alanı ve eğrilik derecesindeki düşüş sinterlemenin daha yavaş gerçekleşmesi ile sonuçlanır. Sinterlemenin bu aşamasının sonlarına doğru tane büyümesi oluşur. Yaklaşık %8 gözenekliliğin (%92 yoğunluk) olduğu durumda gözenek uzunluğunun büzülme çapına göre daha büyük olmasından dolayı açık gözenek şebekesi geometrik olarak kararsızlaşır. Bu durum, yoğunlaşan su buharının damlacıklara dönüşmesine benzer şekilde ayrılma olayını meydana getirir. Silindir gözenekler çöker ve tane büyümesini etkin ölçekte yavaşlatmayan merceksi veya küresel gözeneklere ayrışır. Bu izole gözeneklerin varlığı sinterlemenin son aşamasını gösterir ve yoğunlaşmayı yavaşlatır. Gözeneklerdeki gaz, tam

olarak engellenmektedir. Daha yüksek yoğulukların gerçekleştirilmesi için vakum ortamında sinterleme yapılmalıdır çünkü bu işlemde gözenekleri dolduran bir buhar ya da gaz yoktur.

Sinterleme aşamaları arasında ayırt edici bir fark yoktur. Başlangıç aşaması büyük eğrilik gradyanlarına sahip mikroyapıdan oluşmaktadır. Boyun boyutu oranı (boyun/parçacık) genellikle 0,3'den küçüktür ve tane boyutu başlangıç parçacık boyutundan çok büyük değildir. Yüzey alanı orijinal değerinin yaklaşık %50'si kadardır. Orta aşamada, gözenekler daha düzgünleşir ve yoğuluk teorik yoğuluğun %70-92 aralığındadır. Orta aşamanın sonlarına doğru tane büyümesi meydana gelir yani taneler başlangıç parçacık boyutundan daha büyüktür. Sinterlemenin son aşamasında gözenekler küreseldir ve kapalıdır, tane büyümesi mevcuttur ve toplam gözeneklilik %8'nin altındadır.

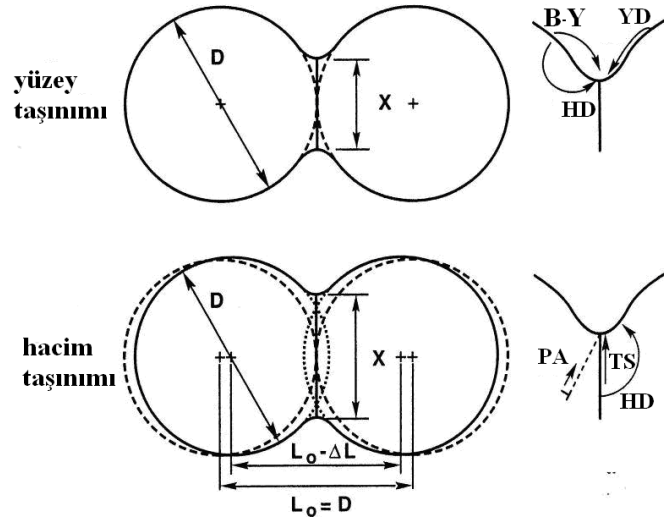
Sinterleme yaklaşımı üzerine yapılan modellemeler izotermal şartlar altında küresel tozlardan yola çıkarak yapılmaktadır lakin gerçekte birçok sinterleme uygulaması sinterleme öncesi preslenen geniş boyut dağılımına sahip küresel olmayan tozlarla yapılmaktadır. Presleme parçacıkları yeniden düzene sokar, büyük gözenekleri bir araya getirir ve parçacık temas alanını artırır fakat bunlar da yeni hataların oluşumuna sebebiyet verir. Maksimum sıcaklığa ulaşmadan önce parçacık bağlanması büyük ölçüde tamamlanır. Son olarak kompaktlar termal gerilmeler ve atmosfer etkileşimi ile oluşan gradyanlara bağlı olarak dinamik durumlara maruz kalabilir. Birçok durumda bu gradyanların sinterleme prosesine etkisi yüksektir.

Bu sorunlardan dolayı mevcut difüzyon verileri gerçek sinterleme prosesini yansıtmamaktadır (Geguzin & Boiko, 1982; German, 1979). Teori ve deneyler arasında farklılıkların gözlenmesi kaçınılmazdır. Problemler genellikle endüstriyel uygulamaların gereksinim ve üretim maliyetlerinden dolayı düşük ısıtma hızı ve kısa sinterleme sürelerinden kaynaklanmaktadır. Fakat bu problemler gelişen teknoloji ile sinterleme şartlarının simüle edildiği bilgisayar teknikleri ile giderilmeye çalışılmaktadır.

Katı-hal sinterleme teorisinin anlaşılması için son olarak irileşmeye karşı yoğunlaşmanın değişimi hakkında da bilgi vermek gerekir. Birçok malzeme yoğunlaşma olmadan parçacıklar arası sinter bağlarını oluşturur. Bu genellikle bir yüzey bölgesinden diğer yüzey bölgesine yüzey difüzyonu ya da buharlaşma-yoğunlaşması mekanizması ile meydana gelir. Boyutsal değişim olmasa bile yüzey alanının azalması, tane boyutunun artması ve gözenek boyutu ve şekline bağlı olarak kompakt mukavemetleşmesinin gerçekleşmesi mümkündür. Bu durumlar irileşme olayları olarak tanımlanırlar ve yüzey alanı, tane boyutu veya gözenek boyutu parametrelerinin ölçülmesi ile belirlenebilirler. İrileşme aşaması yoğunlaşma için gerekli olan yüzey enerjisini tüketmektedir, fakat gözenek alanını azaltmamaktadır. Bu gibi durumlarda yoğunlaşma için bazı önlemlerle irileşme asgari seviyede tutulmalıdır. Mikroyapı değişiminin bir ölçümü gözenek boyutudur. İrileşme esnasında gözenekler büyür, yoğunlaşma esnasında gözenekler azalır. Birçok durumda yoğunlaşma ve irileşme mekanizmaları beraber işleyerek daha iri polaların büyümesi ve küçük gözeneklerin azalmasıyla sonuçlanır. Uzun süreler ve yüksek sıcaklıklarda iri gözenekler yoğunlaşır ve başlangıç yüksek paketleme yoğunluğunun olduğu bölgelerdeki küçükçe gözenekler yoğunlaşarak nihai gözenek boyutunun azalmasıyla sonuçlanır. Fakat, gözenekler irileşme veya iç gazlardan dolayı çok büyürse uzun süreler sonucunda gözenekler daha da irileşerek yoğunlaşmanın tekrardan düşmesiyle sonuçlanacak şekilde kompaktın genişlemesine neden olabilir. Aksi durumda, başlangıç parçacıkları ideal sabit boyutlu gözenek yapısına paketlenenirse, sinterleme yoğunlaşması daha düşük sıcaklık ve daha kısa sürede hızlı bir şekilde gerçekleşir. Bu sinterlenmiş malzemelerde parçacık topaklanması veya paketleme gradyanını engellemek için bir yoldur. Bağlı yoğunlaşma ve irileşme oranlarının belirlenmesinde parçacık boyut dağılımı önemli bir etken olarak bilinmelidir (German, 1996).

### **3.2 Kütle Taşınım Mekanizması**

Taşınım mekanizması sinterleme için gerekli olan itici güce bağlı olarak kütlenin nasıl yer değiştirdiğini belirler. Şekil 3.2’de iki küre modelinde görüldüğü gibi yüzey taşınımı ve hacim taşınımı olmak üzere iki tip mekanizma vardır.



Şekil 3.2 İki küre sinterleme modeline uyarlanan iki sinterleme mekanizması. Yüzey taşınım mekanizmaları boyun büyümesi için yüzey kaynaklarından (B-Y, buharlaşma-yoğunlaşma; YD, yüzey difüzyonu; HD, hacim difüzyonu) kütle taşır. Hacim taşınım mekanizması boyun büyümesi için iç kütle kaynakları (PA, plastik akış; TS, tane sınırı difüzyonu; HD, hacim difüzyonu) kullanır. Sadece hacim taşınım mekanizması parçacıklarda büzülme ile sonuçlanır (German, 1996).

Her iki tipte de gerçekleşen atomik mekanizmalar katı akışını gerçekleştirmektedir. Gözenekler, atom boşluklarının büyük birikimi olarak algılanabilir dolayısıyla, klasik sinterleme mekanizmaları ile gözenek eliminasyonunun anlaşılmasında atom boşluklarının hareketi tanımlanabilir. Atom boşluğu taşınımı, birikimi, ortadan kaybolma sinterleme davranışı için anahtar olaylardır. Atom boşlukları ve atomlar parçacık yüzeyleri boyunca (yüzey difüzyonu), gözenek boşlukları içinden (buharlaştırma-yoğunlaşma), tane sınırları boyunca (tane sınırı difüzyonu), kafes içi boyunca (viskoz akış veya hacim difüzyonu) hareket ederler. Ayrıca, plastik akış veya dislokasyon tırmanması ile dislokasyon yapısı ile de etkileşebilirler. Dahası, atom boşlukları gözenekler arasında taşınır; bu da daha küçük gözeneklerin büzülmesi daha büyük gözeneklerin ise diğer gözeneklerle birleşerek büyümesiyle neticelenir (German, 1996).

Yüzey taşınım prosesleri parçacık yüzeyindeki kütle akışı ile parçacık alanında değişim olmadan yani büzülme veya yoğunlaşma gerçekleşmeden boyun büyümesi oluşturur. Kontrollü sinterleme sırasında yüzey taşınımında yüzey difüzyonu ve



buharlařma-yoęunlařma en önemli mekanizmalardır. Yüzey difüzyonu demiri de içeren birçok metalin düşük sıcaklık sinterlemesini yönetmektedir. Buharlařma-yoęunlařma çok yaygın değildir ama kurşun ve kurşun esaslı bileşikler gibi düşük sıcaklıklarda kararlı malzemelerin sinterlenmesinde baskındır.

Yüzey ve hacim taşınım prosesleri boyun büyümesini geliştirirken temel farkları sinterleme esnasında büzülmede gerçekleşmektedir. Yoęunlařmanın olması için, parçacık içinden gelen kütlenin boyunda depozitlenmesi gerekmektedir. Hacim taşınım mekanizması hacim difüzyonu, tane sınırı difüzyonu, plastik akış ve viskoz akışı içermektedir. Plastik akış genellikle ısıtma esnasında özellikle başlangıç dislokasyon yoęunluęunun yüksek olduęu kompaktlařmış tozlarda önemlidir. Yüzey gerilmeleri genelde yeni dislokasyon oluřturmada yetersizdir. Dolayısıyla, yüksek sıcaklıklarda kristalin tozların tavlanması ile dislokasyonların etkisi azaltılarak plastik akışın rolü azalır. Diğer taraftan camlar, polimerler gibi amorf malzemeler de viskoz akış ile sinterlenerek; parçacık boyutuna ve malzeme viskozitesine baęlı olarak parçacıklar bir araya gelir. Tane sınırlarındaki sıvı faza baęlı olarak viskoz akış tipide metallerde görülebilir. Tane sınırı difüzyonu birçok kristalin malzemenin yoęunlařmasında önemlidir ve birçok sistemin yoęunlařmasını kontrol altında tutmaktadır. Genellikle, hacim taşınım prosesleri daha yüksek sıcaklıklarda aktif hale gelmektedir (German, 1996).

Temas eden parçacıklar arasındaki sinter baęı kritik bölgedir. Atomların depozitlenerek yüzey enerjisini düşürdüğü noktadır. Atomların bu noktalarda depolanması yüzey taşınımı ve hacim taşınımı ile gerçekleşmektedir. Sinterleme esnasında yoęunlařmanın kaynaklarıdır. Her ikisi de bağlanmayı geliştirir. Buharlařma-yoęunlařma ve yüzey difüzyonu genel yüzey taşınım mekanizmalarıdır. Yüksek buhar basıncına sahip malzemeler veya sinterleme atmosferi ile reaksiyona girerek buhar ürünleri oluřturan malzemeler buharlařma-yoęunlařma kontrollü sinterleme eğilimindedirler. Yüzey kirliliklerin buharlařması dışında gözlenen aęırlık kayıpları buharlařma-yoęunlařmanın bir göstergesidir. Birçok malzemedeki buhar fazı taşınımı azdır ve ihmal edilebilir ama düşük sublimasyon entalpili bileşikler için bu doğru değildir. Hidrojen, oksijen, halojen ve su içeren reaktif atmosferlerde yüksek buhar

basıncı oluşturularak sinterleme esnasında yoğunlaşma olmaksızın yüzey alanı azalabilir. Yüzey difüzyonunda boyun büyümesi yüzey alanını düşürür ama büzülme ya da yoğunlaşmayı gerçekleştirmez. Özellikle yüzey difüzyonu boyun büyümesi için düşük aktivasyon enerjisine sahip birçok malzemenin sinterleme ve parçacık irileşmesini geliştiren başlangıç oluşumdur. Yüzey taşınım prosesleri sinterleme yoğunlaşmasının son aşamasında ise gözenek düzleşmesi ve gözenek hareketiyle ilişkilidir.

Kristalin malzemeler sinterleme esnasında tane sınırı difüzyonu, hacim difüzyonu ve plastik akışı içeren hacim taşınım mekanizmaları ile yoğunlaşırlar. Gözeneklerden gelen atom boşlukları kafes boyunca veya tane sınırları boyunca göç ederek oluşan ters akış ile gözeneklerin içine kütle yerleşimi gerçekleşir. Yoğunlaşma gerçekleşir çünkü atom boşlukları parçacıklar arası tane sınırlarında, dislokasyonlarda, faz sınırlarında ve diğer mikroyapısal arayüzeylerde ortadan kaybolur. Tipik olarak, hacim difüzyonu birçok sinterleme sisteminde aktiftir ama tane sınırı difüzyonunda daha düşük aktivasyon enerjisi olduğundan birçok durumda daha etkin olabilmektedir. Birçok malzeme için sinterleme esnasında tane sınırı difüzyonu aktiftir. Hacim difüzyonuna göre daha düşük aktivasyon enerjisinden dolayı parçacıklar arası tane sınırı daha etkin akış yolu oluşturur. Tane sınırlarındaki safsızlıklar da sinterleme hızını etkileyerek sinterlenebilirliği artırır. Plastik akış sinterleme sıcaklığına ısıtma esnasında avantajlıdır ve hem atom boşluklarının kaybolmasıyla dislokasyon tırmanmasını hem de dislokasyon kaymasını içerir. Bu sadece bir geçiş prosesidir ve izotermal sinterleme esnasında devam etmez. Pratik sinterlemede kütle taşınım mekanizması bu birbirinden bağımsız mekanizmaların karışımıdır. Kütle ve atom boşluklarının taşınımı için bazı özel mikroyapısal karakteristiklerinde olması gerekmektedir. Örneğin, tane sınırlarından atom boşluklarının yok olması için tane sınırlarının ikizlenmesi, hareket etmesi veya yer değiştirmesi gerekir. Sinterlemenin gelişimiyle kompakt mukavemetleşmesi yer değiştirmeyi engeller. İlâveten, tane sınırı boyunca kütle difüzyonu yüzey boyunca atomların difüzyonu yeniden dağılımı gerektirir. Dolayısıyla, kütle taşınımı sinterlemeyi yöneten birden fazla mekanizma ile gerçekleşebilmektedir (German, 1996).

## BÖLÜM DÖRT

### TOZ METALURJİSİNDE ÖZELLİKLERİN DEĞİŞİMİ

#### 4.1 Giriş

Sinterleme sıcaklığına ısıtma esnasında kompaktta değişimler başlar. Sinterleme sıcaklığındaki bekleme süresi arttıkça belli bir noktaya kadar yoğunlaşmaya fayda sağlar. Aşırı sinterleme gerçekleşmeye başladıktan sonra özellikler kötüleşir. Uygun sinterleme sonrasında TM çeliklerin mekanik özellikleri alternatif üretim teknikleriyle kıyaslanabilir duruma gelmektedir. Sinterleme sıcaklığına ısıtma esnasında daha fazla atomik hareket ve parçacık bağlanması gerçekleşir ki bu da daha yüksek mukavemet ile sonuçlanır. Sıcaklığın mekanik özelliklere etkisinin yanında yoğunluk, bileşim ve mikroyapı da önemlidir. Daha yüksek yoğunluklar özellikleri geliştirerek mukavemeti artırır. Fırınlarda uygun sinterleme ve üretilebilirlik en yüksek sinterleme sıcaklıklarında genellikle bir saatten daha az sürelerde gerçekleşmektedir. Kompakttaki boyutsal kararlılığın etkisi yüksektir. Dolayısıyla bazı çelikler için sinterleme parametreleri sıfır boyut değişimi için seçilmektedir yani sinter boyutları mukavemet değerlerini geliştirirken kalıplanmış ham boyutlarda aynı kalacaktır. Diğer ferro bileşimler etkin tane sınırı difüzyonunun gözlendiği yüksek sıcaklıklarda sinterlenirken yüksek sinterleme büzülmelerine de maruz kalırlar. Eğer ham kompakt yapısı homojense büzülme çarpılmaya yol açmayacaktır ve nihai boyutlar tekrar edilebilir olacaktır. Boyutsal kararlılık nihai özelliklerle ilişkilidir. Genellikle yoğunluk değerleri arttıkça ürünün boyutsal kararlılığında kayıp olacaktır. Yeniden presleme veya talaş kaldırma sinterleme esnasındaki bu problemleri ortadan kaldırmak için sıklıkla kullanılmaktadır.

Sinterleme esnasında boyutların kontrol altında tutulması TM'nin en temel zorluklarından biridir. Farklı malzemelere yapılan analizler nihai ürün boyutlarındaki değişimin %30-40 oranında başlangıç tozların seçimi, karıştırılması veya yağlayıcının homojen dağılımından; %15-25 oranında presleme prosesinden fakat %40-50 oranında sinterleme prosesinden kaynaklandığını ortaya koymuştur. Benzer sonuçlar enjeksiyon ile kalıplanmış ve kalıpta preslenmiş yapılar içinde belirlenmiştir (German, 1998).

Yorulma dayanımı da gözenek yapısının kontrol edilmesiyle özellikle daha küçük ve yuvarlaklaşmış gözenekler oluşturarak geliştirilebilmektedir. Sabit bir yoğunlukta gözenek boyutu düştükçe yapı içerisindeki sayısı artmaktadır. Küçük gözenekler yuvarlaklaşma eğilimindedir ve daha az gerilme konsantrasyon etkisi vardır. Şekilsiz gözenekler ise yorulma dayanımını olumsuz yönde etkilemektedir. Sinterleme daha yuvarlak, düzgün ve daha küçük gözenek oluşturmak için tasarlanırsa yorulma dayanımı da daha yüksek olacaktır. Bu özelliği daha uzun sinterleme süreleri veya daha yüksek sinterleme sıcaklıklarında sağlamak mümkündür fakat aşırı sinterleme gözenek büyümesine ve yorulma dayanımında kayba yol açacaktır (German, 1998).

Sinterlenmiş çeliklerin özellikleri diğer metal işleme teknikleriyle elde edilen özelliklere yaklaşabilmektedir. Farklardan biri gözenekliliğe bağlı olarak özelliklerdeki düşüşlerdir. Dolayısıyla, gözeneklilik ve yoğunluk önemli parametrelerden biridir. Gözenekliliğin yanında, sinterlenmiş çeliğin davranışı mikroyapıya ve alaşımlandırmaya da bağlıdır. Yüksek yoğunluklu kompaktlar gerilmeye maruz kalan parçalarda en çok arzu edilendir.

Basit geometrilere, gözeneklilik, ağırlık ve hacmin belirlenmesiyle ve bu değerlerin teorik değerlerle kıyaslanmasıyla yoğunluk ölçülebilmektedir. Komplike parçalarda ve homojen olmayan yapılarda ise mikroskop tekniği gerekmektedir. Bu durumda genel yaklaşım metalografik yöntemlerle zımparalanmış ve parlatılmış kesit yüzeylerinde nokta sayımıyla gerçekleştirilebilmektedir. Şeffaf milimetrik grafik kağıdın mikroyapı üzerine yerleştirilmesi ve gözeneklerin üzerine düşen kare sayısından yola çıkarak gözeneklilik miktarı hesaplanabilmektedir. Gözenek yapısı zımparalama, parlatma ve dağlama esnasında korunmalıdır. Aşırı yük uygulama durumunda metalin gözenekleri kapatması mümkündür ki bu da düşük gözeneklilik ölçümüyle sonuçlanabilir. Dağlama ise gözenekleri genişletebilir ki bu durumda da daha yüksek gözeneklilik ölçümü gözlenebilir. Çelikler için genel dağlayıcı olarak nital (%1-5 nitrik asit, kalanı metanol veya etanol), pikral (4 g pikrik asit, 100 ml metanol ve bazı durumlarda çok az oranlarda hidroklorik veya nitrik asit) ve diğer asidik esaslı kimyasallar kullanılabilir.

Yoğunluk ölçümünde, gözeneklere su penetrasyonunu engellemek için uygun sızdırmazlık sağlanabilirse Archimed prensibi faydalı olabilmektedir. Silikon yağı gibi farklı sızdırmazlar kullanılabilir. Bunu takip eden ağırlık ölçümleri ile de yoğunluk belirlenebilir. Ölçümlerde biri sinterlenmiş kompaktın kuru olarak ölçülmesi, ikincisi gözeneklerin yağla doldurulması ve üçüncüsü sudaki ağırlığının ölçülmesidir. Suyun yoğunluğunu  $1 \text{ g/cm}^3$  alırsak; daldırma ile ağırlık değişimi hacmi vermektedir ve ağırlıktaki her gramlık düşüş  $1 \text{ cm}^3$  'lük hacme denk gelmektedir. İlk ölçümün hacme bölünmesi de yoğunluğu vermektedir.

Gözenek şekli sinterlenmiş özellikleri etkileyen diğer bir faktördür. Gözenekliliklerde küreselden şekilsiz doğru morfolojik bir değişim olabilmektedir. Özellikle yüksek gerilmeye maruz kalan parçalarda dayanıma olumsuz etkileri olabilmektedir. Açık gözeneklilikler akışkanın sinterlenmiş parça boyunca ilerlemesini sağlar ve özellikle kendinden yağlayıcı rulmanlarda ve filtrelerde istenilen bir özelliktir.

Dolayısıyla, TM ürünlerin özelliklerinin anlaşılmasında gözeneklilik ve gözenek yapı farklılıklarının ölçülebilir olması gerekmektedir. İstenilen gözenek şeklinin sağlanabilmesi yöntem parametreleriyle alakalıdır. Genellikle, sinterlenmeyi geliştiren olgular mekanik özellikler için faydalıdır. Düşük yoğunluklarda dayanım yüksek oranda gözenek yapısına ve parçacık sınırlarına bağlıdır (German, 1998).

#### **4.2 Mekanik Özelliklere Gözeneklilik Etkisi**

Ferro TM'de yapısal uygulamalar ön plandadır dolayısıyla sertlik, dayanım, süneklik, darbe enerjilerinin iyi bir şekilde incelenmesi gerekmektedir. Gözenekler yük başına düşen alanın azalmasından dolayı mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir. Tam yoğunluğa ulaşılmış malzemelerde bile mikroyapısal hatalara bağlı düşük özellikler belirlenebilir. TM çeliği incelerken ilk başta sertlik ve mukavemeti incelemek mantıklı olanıdır. Eğer bu incelemeler tatmin edici ise sonrasında sünekliğe odaklanılabilir. Son olarak, eğer mukavemet ve süneklik tatmin edici ise dinamik özelliklere odaklanılmalıdır (German, 1998).

#### 4.2.1 Yarı Statik Özellikler

Gözenekler etkin kesit alanını azaltmaktadır ve sertlik ve çekme mukavemetini olumsuz etkilemektedir. Yarı statik özellikler düşük yükleme oranlarında ölçülmektedir. Yarı statik özellikleri belirlemede kullanılan temel testler 3-nokta eğme (Transverse Rupture Strength), akma dayanımı, çekme dayanımı, kırılma uzaması, kesit alanında daralma, elastik modül ve Poisson oranıdır. Benzer şekilde sertlik testleri de çekme yada eğme numunelerinin hasarsız kısımlarından yapılmaktadır. Bu farklı ölçüm yöntemleri ile elde edilen mekanik özellikler arasında bir bağıntı bulmak için çalışmalar yapılmıştır. Fakat bazı çalışmalarda bu bağıntı geçersiz. Örneğin, martenzitik çelikler için 3-nokta eğme mukavemetinin çekme mukavemetine oranı 1,5 iken östenitik çelikler için 2,3'dür (German, 1998).

Tüm yarı statik mekanik özellikler yoğunluk ve mikroyapı ile farklılık göstermektedir. Hataların varlığı dayanımı düşürmektedir. Gözeneklilik, dayanımı düşürdüğü gibi sünekliği de düşürmektedir. Ayrıca gözenek şekli ve dağılımının da etkisi vardır. Geniş alana yayılan düzgün gözenekler, küçük, kapalı gözeneklere göre daha az zararlıdır. Gözeneklerin sünekliğe olumsuz etkisi gözeneklerdeki çatlak başlangıcıyla alakalıdır. Dolayısıyla gözenekliliğin sünekliğe etkisinin yanında gözenek şekline duyarlılıkta dikkat edilmesi gereken bir husustur. Gözeneklerin şekil, dağılım, boyut ve yerleşimi süneklikte farklılıklar oluşmasına neden olabilmektedir. %15'ten daha fazla gözeneklilik içeren yapılarda süneklik önemini yitirmektedir.

Mikroyapısal problemlerin olmadığı durumda mukavemet ( $\sigma$ ), yoğunlukla Eşitlik 4.1'deki gibi değişmektedir :

$$\sigma = \sigma_0 K \left( \frac{\rho}{\rho_T} \right)^m \quad (4.1)$$

$\sigma_0$  alaşımın tam yoğun dayanımı, K gerilme konsantrasyon sabiti gibi geometrik ve proses sabiti, m yoğunluğa dayalı exponensiyeli verir ve yaklaşık 0,35 'dir,  $\rho$  yoğunluk ve  $\rho_T$  teorik yoğunluk.  $\rho/\rho_T$  oranı kısmi yoğunluktur. Elastik modülü benzer ilişkiyi takip eder. Kırılgan çelikler için, normal mukavemet ölçümü 3-nokta eğme dayanımı ile

ölçülür. Tipik olarak 3-nokta eğme dayanımı çekme dayanımının 1,6 katıdır (German, 1998).

#### **4.2.2 Dinamik Özellikler**

Yarı statik mekanik özelliklere gözeneklerin olumsuz etkisinin yanında dinamik özelliklerde de daha farklı olumsuzluklar meydana gelebilmektedir. Bu özellikler darbe dayanımı, kırılma tokluğu ve yorulma dayanımıdır. Bunlar aynı zamanda mikroyapı ile de ilişkilidir. Düşük sinter yoğunluklarda, tekrarlı gerilmeler veya darbe yüklerine karşı iyi bir dayanım beklenemez. Yüksek yoğunluklarda ise dinamik ortamlardaki dayanım mikroyapı, gözenek boyutu ve gözenek yerleşimine bağlıdır.

Gözenekler yorulma çatlaklarının oluşumu ve yapı boyunca ilerlemelerinde önemli rol oynamaktadır. Dinamik yük altında çatlak büyümesi her bir gerilme tekrarında düzgün bir şekilde ilerlemektedir. Dolayısıyla, milyonlarca gerilme tekrarı sonucunda çatlak genişleyerek yapıda hata oluşumuna neden olmaktadır. TM'de bu zayıflığı gidermek için sinterleme sonrası kumlama, bakır infiltrasyonu, yüksek sıcaklık sinterleme ve yüzey karbürizasyonu gibi birçok çalışma yapılmıştır. Buna rağmen gözenekler her zaman temel zorluk olarak ortaya çıkmıştır. Darbe dayanımı ve kırılma tokluğu da gözeneklerle ilişkilidir. Darbe dayanımı parçayı kırmak için gerekli olan enerjiyi ölçerken, kırılma tokluğu ise hatalı yapıda çatlak büyümesi için gerekli olan enerjiyi ölçmektedir. Gözenekli TM çelikleri bu testlerde zayıf kalmaktadır. Tokluk tam yoğun malzeme üretimiyle geliştirilebilir (German, 1998).

### **4.3 Üretim Parametre Faktörleri**

#### **4.3.1 Yoğunluk**

TM çeliklerin özelliklerinde yoğunluk baskın faktörlerden biridir. Yapılan çalışmalar çeliğin dayanımının yoğunluğun 7,0'den 7,6'ya arttırılmasıyla %25 oranında arttığını göstermiştir. Benzer sonuçlar 316L paslanmaz çelikler içinde elde edilmiştir (German, 1998).

### 4.3.2 Bileşim

TM'de mekanik özelliklere yoğunluğun etkisi açıkça ortaya koyulabilmektedir, ancak alaşımlandırmanın etkisi daha az açıklanabilir durumdadır. Demir esaslı kompaktlarda %92 oranında teorik yoğunluğun sabit tutulduğu bir çalışmada alaşımlandırma ile dayanımın arttığı fakat süneklik ve tokluğun %2 Ni oranında en yüksek seviyede kaldığı ve yüksek karbon içeriklerinde düştüğü belirlenmiştir. Diğer bir çalışmada en yüksek dayanımın %5 Cu ve %1 C katkılı olanlarda olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla, yoğunluğun aksine alaşımlandırmanın mekanik özelliklere etkisi daha az sistemattir. Alaşım elementlerine ve konsantrasyon farklılığına bağlı olarak mikroyapısal değişimlerin gerçekleşmesi de alaşımlandırmanın belli bir sistemde incelenememesinin bir neticesidir. Birçok ferro alaşım ısıl sertleşebilir dolayısıyla elde edilen özellikler iki kat farklılık gösterebilmektedir. Örneğin Fe-2Cu-0,8C alaşımın çekme dayanımı ısıl işlem ile 925 MPa 'a çıkarılabilirken aynı alaşımın sinterleme sonrası çekme dayanımı 500 MPa 'dır (German, 1998).

### 4.3.3 Mikroyapı

Proses parametrelerin nihai mekanik özelliklere etkisi yoğunlukla mikroyapı ile anlaşılabilir. Sabit bir yoğunlukta dahi gözenek boyutunda, tane boyutunda ve ikinci faz içeriğinde farklılıklar olabilmektedir. Gözenekler ovallaşmış ya da sivri olabilir fakat oval gözenekler en çok tercih edilendir ve yüksek sinterleme sıcaklığı gerektirmektedir. Büyük ve sivri gözenek içeren parçalar düşük dayanım ve zayıf yorulma dayanımı sergiler.

Yüksek sıcaklık sinterlemesi mikroyapı homojenliği ve gözenek şeklini arzu edilen şekilde geliştirdiğinden mekanik özellikleri özellikle dinamik özellikleri artırır. Homojen olmayan alaşımlama, karışım tozlarda ve kısa süreli sinterleme neticesinde oluşmaktadır. Aynı zamanda sinterleme sıcaklığından soğuma esnasında da özelliklerde değişim gözlenir. Alaşımlı çeliklerde hızlı soğuma, yavaş soğumaya kıyasla iki kat daha yüksek çekme dayanımı gösterebilir. Uygulamalarda, ön alaşımlandırılmış 4600 çeliği



(2Ni-0,9Mo) %0,5 C ve %2 Cu katkısıyla  $7 \text{ g/cm}^3$  yoğunluğa vakumda  $1250^\circ\text{C}$  'de sinterlenip yavaş soğutulduğunda 600 MPa dayanıma ulaşırken, hızlı soğutulduğunda 1190 MPa dayanıma çıkarılabilmektedir (German, 1998).

Mikroyapısal analizler numune kesitinin zımparalanması, parlatılması uygun dağlayıcı ile dağlanması ve son olarak ışık mikroskopunda incelenmesi ile yapılmaktadır. Mikroskopta incelenen görüntü dijital ortama aktarılabilir ve ölçeklendirilerek mekanik özellikleri etkileyen gözenek boyutu, gözenek şekli, gözenek dağılımı ve tane boyutu gibi parametreler ölçülebilir. Demir ve çelikler için genel olarak kullanılan dağlayıcılar etanol ve nitrik asit karışımı (nital) veya seyreltilmiş hidroklorik asit veya seyreltilmiş bakır sülfat veya ferrik klorid gibi diğer asitlerdir. Diğer bir alternatif ise taramalı elektron mikroskopuna dayanmaktadır. Bu da görüntü analiz sistemi ile beraber kullanılabilir. Bu da kırılma modundaki değişikliklerden yola çıkarak özelliklerdeki farklılıkları açıklamada yardımcı olmaktadır. Sinterlenmiş kırılğan çeliklerde yapılan SEM incelemelerinde düz kırılma yüzeyleri demir parçacıkları arasındaki tane sınırlarında varılmaktadır, bu da sinterlemede tane sınırlarının kırılğanlaştığını (embrittled) göstermektedir (German, 1998).

Sonuç olarak yoğunluk, alaşımlandırma veya mikroyapıdaki farklılıkların mekanik özelliklerde önemli bir etkisi olmaktadır.

## **BÖLÜM BEŞ**

### **TOZ METALURJİSİNDE DEMİR VE ALAŞIMLARI**

#### **5.1 Giriş**

Tüm malzemelerde çelik günümüzün en çok ihtiyaç duyulanlarından biridir. Her yıl 750 milyon ton çelik ticareti yapılmaktadır. Baz olarak ağırlık alındığında çelikler en çok kullanılan malzemeyken hacim bazında plastikler mühendislik malzemelerinde başı çekmektedir. Bu iki malzeme otomobillerde baskın rolünü sürdürmektedir. Her ikisi de kolay şekillendirilmekte ve maliyetleri nispeten düşük olmaktadır.

Çelikleri anlamak için demirle başlamak gerekmektedir. Tüm çeliklerin temel bileşeni demirdir. Oda sıcaklığında katı, ergime noktası 1537°C ve kaynama sıcaklığı 2735°C'dir. Doğada çok nadir saf halde bulunmaktadır. Genellikle oksit ya da sülfürlü bileşikler halinde bulunmaktadır. Dolayısıyla saf element haline metalurjik indirgeme kademeleriyle dönüştürülmektedir. En meşhur indirgenmiş ürün temel safsızlık olarak karbon içeren pik demirdir. Demir madenleri bol bulunmaktadır ve demiri bu madenden indirgemek için gerekli enerji nispeten düşüktür ve demiri şekillendirmek kolay ve az maliyetlidir. Saf halinde parlak, gümüşümsü, yumuşak ve sünektir. Aslında bu özellikler çoğu geliştirilmiş plastiklere göre daha zayıf kalmakta ayrıca plastikler çok daha kolay ve hacim başına daha düşük maliyetle şekillendirilebilmektedir. Dolayısıyla, alaşımlama demiri daha yüksek dayanım, sertlik veya korozyon dayanımı kazandırmak için geliştirilmiştir. Saf demir polimorfik dönüşümler ile kristal yapısını değiştirmektedir. 910°C 'ye kadar hacim merkezli kübik yapıdadır. Bu sıcaklığın üzerinde yüzey merkezli kübik yapıya dönüşmektedir. 1392°C 'de tekrar hacim merkezli kübik yapıya dönüşür. Bu kristal yapılar arasındaki farklılıklar alaşımlandırmayı, özellikleri ve ısıl işlem kabiliyetini etkilemektedir. Demir tüm ferro alaşımların bazıdır ve çelikler tüm mühendislik malzemelerinde en çok rağbet gören sınıfların başında gelmektedir. TM'de demir tozuyla başlanılmakta fakat diğer tozlar demirle karıştırılarak sinterleme esnasında çelik oluşturmaktadır.

## 5.2 Toz Metalurjisinde Ticari saflıkta Demir

Demirin atomik dizilimi sonucu oluşturduğu kristal yapısı sinterlenme hızını etkilemektedir. 910°C 'nin altında kararlı olan hacim merkezli kübik yapıdaki alfa demir ( $\alpha$ -Fe) yani ferrit fazından sinterleme sıcaklıklarında kararlı yüzey merkezli kübik yapıdaki gama demir ( $\gamma$ -Fe) yani östenit fazına dönüşümden dolayı ısıtma esnasında sinterleme hızında keskin düşüş olmaktadır. Alaşımlandırma atomları hacim merkezli kübik yapıda daha hızlı difüze olduklarından dolayı sinterleme için ferrit fazını tercih etmektedir. Dolayısıyla, demir 900°C civarlarında 1000°C 'ye kıyasla daha hızlı sinterlenme davranışı sergilemektedir. Demir esaslı kompaktların sinterlenmesinin 1100-1300°C aralığında yapıldığı göz önüne alındığında; ısıtma esnasında sinterlenme hızı artar fakat ferrit fazından östenit fazına geçince sinterleme hızı yavaşlamaktadır. Dolayısıyla ferrit fazındaki sinterleme hızına ulaşmak için daha yüksek sıcaklıklara çıkmak gerekmektedir.

Demirin kalıpta preslenmiş, iri, su atomize tozların yüksek ham yoğunluklara sahip olmasından dolayı sinterleme esnasında kuvvetli sinter bağlara ihtiyacı vardır. İri taneler için yoğunlaşma genellikle presleme esnasında gerçekleşmektedir. Sinterleme sadece ince taneli tozlarda yoğunlaşmayı desteklemektedir. Daha ince tozlar, daha düşük ham yoğunluklar, daha uzun sinterleme süreleri ve yüksek sıcaklıklar sinterleme büzülmesine neden olmaktadır. Daha ince demir tozlarının daha fazla yüzey alanı vardır ve sinterleme eğilimi iri tanelere göre daha yüksektir. Aynı zamanda, daha yüksek sıcaklıklar daha fazla atomik hareketi meydana getirmekte ve daha uzun süreler daha fazla büzülmeyle sonuçlanmaktadır. Sonuç olarak ince tanelerde daha fazla sinterleme yoğunlaşması istenirken iri taneler için sadece kuvvetli sinter bağların oluşması istenmektedir. Sinterleme esnasında atomik taşınım mekanizmalarından tane sınırı difüzyonu ve yüzey difüzyonu önemlidir. Yüzey difüzyonu büzülme olmaksızın kaynaşma sağlarken, tane sınırı difüzyonu kaynaşma sonucunda büzülme meydana getirir. Farklı sinterleme döngüleri, toz boyutları ve atmosferleri bu mekanizmaların etkilerini kontrol etmek için kullanılabilir.

Demirin sinterlenme hızı kararlı kristal fazına bağlıdır. Ferrit fazı yüksek sinterlenme hızından dolayı en çok tercih edilendir fakat çeliklerin çoğu östenit fazının kararlı olduğu sıcaklıklarda sinterlenerek oluşturulmaktadır. Demir parçacıkları yüzey difüzyonu ve tane sınırı difüzyonu ile birbirine bağlanmaktadır. Mekanizmaların gelişimi parçacık boyutu, bileşim, sıcaklık, bekleme süresi ve ham yoğunluk parametrelerine bağlıdır.

### 5.3 Demir Esaslı Karışım Toz Sinterleme

Genellikle demir tozu presleme ve sinterleme öncesi alaşımlama katkıları ile karıştırılmaktadır. Bazı genel katkılar grafit, fosfor, nikel, bakır, bor, silisyum, krom, mangan ve molibdendir. Başlangıç yapısı homojen değildir. Mikroyapının belli bir bölgesine bakıldığında tanelerden biri ticari saflıkta demir iken diğeri alaşım parçacığdır. Her bir noktada homojen dağılım gözlenebilmesi için atomların difüzyonunun tamamıyla gerçekleşmiş olması gerekmektedir. Homojen alaşım oluşturmak için yeterli sıcaklık ve süre gerekmektedir. Dolayısıyla, sinterleme döngüsü parçacıkların bağlanması esnasında homojenizasyonu sağlamaktadır. Genellikle bağlanmaya nazaran homojenizasyon daha yavaş gerçekleşmektedir. Bu durum katkının yayılımı için daha yüksek sıcaklıklar veya süreler gerektirir.

Karışım tozlardan alaşımlandırmanın birçok avantajı vardır. Bunlardan biri bileşimin kolay ayarlanabilmesidir. Ayrıca, yumuşak tozların alaşımlandırılmış tozlara kıyasla daha kolay preslenebilmesi ve ön alaşımlandırılmış tozlara kıyasla daha ucuz maliyetli olmasıdır.

Sinterleme esnasında homojenizasyon tüm katkı atomlarının uzun mesafeler kat ederek tüm bölgede eşit dağılım göstermesi için uzun sürede gerçekleşmektedir. Atomların bu difüzyonu bir atomun diğer atomla yer değiştirmesine dayanmaktadır. Atomik hareketler daha yüksek sıcaklıklarda daha hızlı gerçekleştiğinden dolayı yüksek sıcaklıklarda sinterlenmiş kompaktların daha iyi özellikler sergilemesi beklenmektedir.

Sinterleme karışım tozları homojenize ederek gelişmiş özelliklere sahip alaşımlar oluşturur. Birçok ferro alaşım sinterleme esnasında alaşım katkılarının homojen dağılımını sağlamaktadır. Her elementin demir içinde farklı hareket kabiliyeti vardır dolayısıyla, homojenizasyon süresi bileşime bağlıdır. Genellikle, atomik difüzyon hızı yavaş gerçekleşmektedir bu nedenle sinter bağlanmaya kıyasla homojenizasyon daha yavaş olmaktadır. Daha hızlı alaşımlama için daha küçük katkı parçacıkları kullanılmalıdır. Her hangi bir bileşim için katkı parçacık boyutu küçüldükçe ham kompakt içinde daha homojen dağılım sergileyecektir.

### ***5.3.1 Sinterleme Esnasında Demir Alaşımlarında Faz Değişimi***

Daha öncede bahsedildiği gibi, ferro alaşımların sinterlenmesindeki zorluklardan biri ısıtma esnasındaki kristal yapı değişimidir. Demirin düşük sıcaklık formu olan ferritin düşük karbon çözebilirliği vardır. Diğer taraftan, sinterleme sıcaklığında oluşan östenit fazının yüksek karbon çözebilirliği vardır. Karbon çözebilirliğindeki değişim sinterleme hızını etkilememektedir. Faz dönüşümü karbon içeriğine dayanırken, karbon seviyesine bağlı olarak sinterleme hızının da etkilenmesi mümkündür. Karbon tarafından stabilize edilen östenit içinde difüzyon ferrit içine kıyasla daha yavaş olması nedeniyle yüksek karbon seviyeleri sinterleme süresini yavaşlatır. Yine de, yüksek karbon içeriği ve yüksek sıcaklıklar sıvı faz oluşturur ki bu da genellikle sinterleme kabiliyetini artırır. İkinci faz genellikle sinterleme esnasında tane büyümesini yavaşlatır. Sinterleme hızı tane boyutunun küpüyle ters orantılı bir şekilde değişmektedir. Yavaş gelişen tane büyümesi de sinterlenebilirliğe yardımcı olmaktadır. Genellikle, karbürler östenit oluşumuyla çözümlenir. Bundan dolayı, sinterleme sıcaklığına ulaşıldığında etkileri kaybolmaktadır.

### ***5.4.2 Gözenek Yapısının Değişimi***

Parçacıklar arası boşluklar yağlayıcı, bağlayıcı ve safsızlık içermektedir. Isıtma gerçekleştiğinde, bu içerikler buharlaşarak parçacıklar arası boşluk bırakırlar.

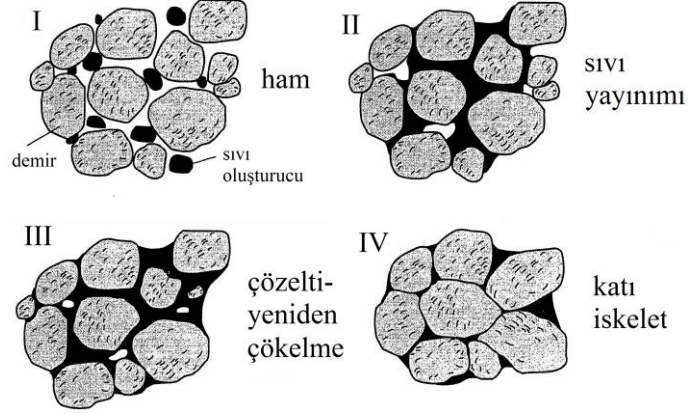
Sinterleme geliştikçe gözenek boşluklarında değişim meydana gelir. Eğer toz yüksek basınçlarda sıkıştırıldıysa, gözenekler yassı şekildedir. Sinterleme esnasında bu yassılaştırmış gözenekler küreselleşir. Gözenek küreselleşmesinin sonucu uzun yönde gözeneğin büzülmesi ve kısa yönde genişmesi gerçekleşir. Bu nedenle, sinterleme esnasındaki boyutsal değişim anizotropiktir. Bazen presleme yönündeki kompakt yüksekliği genişlerken, presleme yönüne dik boyutlar büzülmemektedir. Bu anizotropik boyutsal değişimler, nihai boyutlarda istenileni elde etmeyi güçleştirir. Sıkıştırma basıncı arttıkça anizotropik boyutsal değişim de artmaktadır. Tam tersi davranışta, sıvı faz sinterleme esnasında gerçekleşebilir.

Sinterleme süresi, sıcaklığı ve parçacık boyutuna bağlı olarak sinterleme esnasında farklı gözenek yapısal değişimleri meydana gelebilir. Başlangıçtaki şekilsiz gözenekler yuvarlaklaşır ve boyutu değiştirir. Gözenek genişmesi, irileşme olayı ile sonuçlanır ve bu durum Ostwald Olgunlaşması olarak adlandırılmıştır. Bu durum daha çok geniş gözenek boyut dağılımı olması durumunda büyük gözeneklerin daha küçük olanlar üzerinde ilerlemesiyle gerçekleşmektedir. Bu durum soda yada bira yüzeyindeki köpükte gözlemlendiği gibi büyük baloncuklar büyürken küçükler gözden kaybolmaktadır. Sinterlemede, tüm gözeneklilik azalabilmektedir. Bu yoğunlaşmadır. Gözenek yapısındaki değişim başlangıç gözenek boyut dağılımı ve sinterleme parametreleri gibi birçok ayrıntıya dayanmaktadır. Çoğunlukla, şekilsiz gözenekler yuvarlaklaşmakta ve süreye bağlı olarak sayıları azalmaktadır. Yüksek sinterleme sıcaklıklarında ve uzun sinterleme sürelerinde gözenekler giderilebilmektedir.

### ***5.3.3 Sinterleme esnasında sıvı fazın oluşumu***

Sinterleme esnasında sıvı faz oluşumu ferro alaşımlarda parçacık bağlanmayı arttırmaktadır. Demir-bakır alaşımında sinterleme sıcaklığının bakırın ergime sıcaklığının üzerinde olması gibi sıvı, karışım tozlardan birinin ergimesi sonucu oluşmaktadır. Şekil 5.1'de görüldüğü gibi sıvı, parçacık temas bölgelerinde oluşmaktadır ve sinterleme esnasında kısmi ergimiş alaşım tozunun içinde oluşmaktadır. Bu olgu paslanmaz çeliklerin ya da takım çeliklerin tam yoğunlaşma

sinterlemesinde kullanılmaktadır. Diğer seçenek ısıtma esnasında en son katılaşılan tozun ergitilmesi ile geçici sıvı oluşturmaktır. Bu ısıl işlem olarak ferro TM'de kullanılabilir. Örnek olarak %2,5 titanyum ile karıştırılmış demirin geçici sıvı faz ile sinterlenmesi verilebilir.



Şekil 5.1 Sıvı faz sinterleme genellikle demir tozunun sıvı oluşturuç toz (borür, karbür, fosfat, bakır, kalay) ile karıştırılıp sıvının oluştuğu (I) ve yayıldığı (II) sıcaklığa ısıtılarak parçacık bağlanması (III) ve yoğunlaşmayı (IV) içerir (German, 1996)

Sıvının, nihai özelliklerin gelişimine her zaman olumlu bir katkısı yoktur. Bazı sıvılar sinterlenen malzemede genişlemeye yol açarken diğerleri yoğunlaşmayı geliştirebilir. Belli bir bileşim için yoğunlaşmadan genişlemeye kayma eğilimi ham yoğunlukla ilişkilidir. Yüksek ham yoğunluklu kompaktlarda sıvı parçacıkları ötelirken, düşük ham yoğunluklu kompaktlarda parçacıkları bir araya getirebilmektedir. Genellikle sıvı faz sinterleme, parçacıklar arası temas noktalarında etkin olmaktadır. Sıvı faz sinterleme esnasında irileşme tanelerin zamanla büyümesinden dolayı hızlı olmaktadır. İri tanelerin büyümesi küçük tanelerin tüketilmesiyle gerçekleşmektedir. Aslında, küçük taneler büyük taneler içinde tercihen birleşerek veya sıvı içinde çözünerek iri tanelerin bu çözülmüş malzemeleri sıvı içinden yapısına almasıyla gerçekleşmektedir. Sıvı varlığı sürdükçe bu tane büyümesi devam etmektedir. Sinterleme esnasında sıvı faz oluşumunun olumlu etkisi sıvının gelişmiş sinter bağlarını oluşturduğu durumda gerçekleşmektedir. Ferro alaşımlar için, etkin sıvı faz sinterleme sistemleri bakır, fosfor, titanyum, çeşitli karbürler ve bor ile oluşmaktadır. Difüzyon hızları sıvı fazda yüksektir ve bu da

parçacık bağlanmasını iyileştirmektedir. Katkı ile alaşımlandırma genellikle daha yüksek sinter mukavemetlerini sağlamaktadır.

#### ***5.4.4 Mikroyapı Değişimi***

Sinterlemede baskın mikroyapı değişimi parçacıklar arası bağın büyüyerek kompaktın mukavemetlenmesini geliştirmesidir. Gözeneklerin sayısında, boyutunda ve tane boyutunda değişimler oluşmaktadır. Gözenekliliğin zamanla azalmasına rağmen, poların ve tanelerin ortalama boyutlarının her ikisi de artmaktadır. Yani küçük gözenekler ve taneler sinterleme esnasında azalmaktadır. Buna bağlı olarak gözeneklerin sayısı ve tanelerin sayısı azalmaktadır. Bu tanımlama sinterlemeye bağlı olarak mikroyapıdaki değişimleri açıklamaktadır.

Mikroyapı irileşmesi sinterlemenin olumsuz etkilerindedir. Daha iri tane boyutu mukavemetteki düşüşle sonuçlanmaktadır. Yani bir taraftan gelişen sinter bağına bağlı olarak mukavemet artarken mikroyapı irileşmesinden dolayı mukavemette düşüş gözlenmektedir. Genel olarak en yüksek mukavemetler 30-60 dakika arasında yapılan sinterleme sürelerinde elde edilmektedir. Sinterleme esnasında gözenek büyümesi genel durumken, bu esnada gözeneklerin yuvarlaklaşması mekanik özellikleri geliştirmektedir. Yüksek sıcaklık sinterlemesi esnasında tane yapısı oluşumuyla gözenek yapısı arasında ciddi bir etkileşim vardır. Gözeneklerin sayısı azalırken ortalama gözenek boyutu artabilir. Büyüyen taneler gözenekleri de çevreleyerek yapıdan uzaklaştırmaktadır. Başlangıçta gözenekler tane büyümesini yavaşlatır fakat yuvarlaklaştıkça bu etkisini kaybetmektedir. Buna bağlı olarak, sinterleme döngüsünün son aşamasında hızlı tane büyümesi gerçekleşir. Eğer son sıcaklık yüksek ise, tane büyüme hızı etkin olur. Sinterleme sonucunda tanelerin içinde gözeneklerin izolasyonunda gerçekleşebilir. Bu durum oluşuktan sonra gözenekler kararlı hale gelir ve daha uzun sinterleme sürelerinde bile giderilemez. Bu durum aynı zamanda birçok mühendislik özelliklerini de düşürür.

Sinterleme, yoğunlaşmanın gerçekleştiği durumlarda olursa, kapalı gözeneklerin oluşumu gerçekleşir. Kapalı gözenekler kompakt yüzeyinde yer almazlar.



Kompaktlar 1120°C 'de normal sinterlemeye maruz bırakılırsa çok az gözenek yuvarlaklaşması gösterirler. Buna karşın yüksek sıcaklıklarda gözenekler yuvarlaklaşır ve kompaktlar yoğunlaşır. Gözenekler yuvarlaklaştıktan sonra daha fazla sinterleme atmosferiyle etkileşime girmezler. Gözeneklerin içinde hapsolmuş safsızlıklar kompakt içinde kalarak daha yüksek sıcaklıklarda daha uzun süre bekletilmelerine rağmen giderilemezler. Sinterleme esnasında gözeneklerin kapanması özellikle sinterlenmiş yoğunluğu 7 g/cm<sup>3</sup> 'ün üzerinde olan parçalarda normal bir durumdur. Gözenekler kapandığı zaman, tane büyümesini engelleyemediğinden tane büyümesi hızlanır.

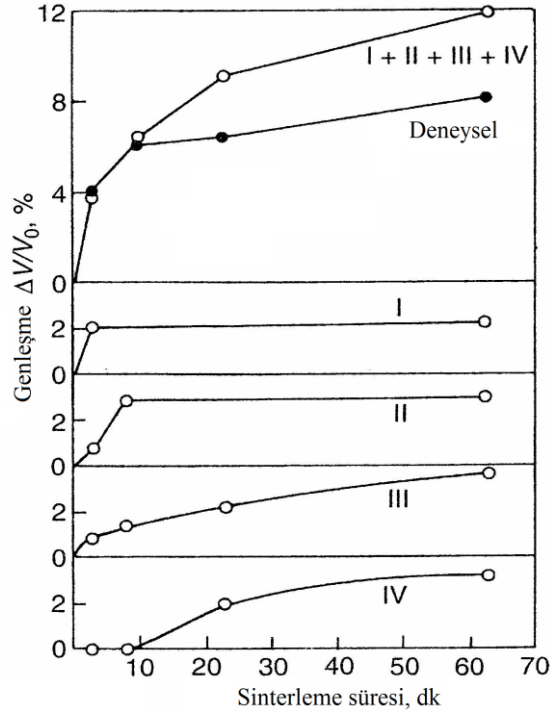
Farklı yöntemler ile sinterlemeyi ve sinterlenmiş mikroyapı oluşumunu geliştirmek mümkündür. Örneğin, daha ince parçacıklar daha küçük gözenekler oluşturur ve sinterlenme hızını artırır fakat yapıda genellikle daha fazla çarpılma oluşturur. Diğer taraftan, pik sıcaklıkta daha uzun bekletme yoğunlaşmayı destekler, fakat bu durum da üretim maliyetlerini artırır. Genellikle, yüksek sıcaklık sinterlemesi daha kısa bekletme sürelerinde yapılarak mikroyapısal hatalar azaltılabilir.

### **5.5 Toz Metalurjisinde Demir-Bakır (Fe-Cu) Alaşımları**

Sinterlenmiş düşük alaşımlı çeliklerde çok az miktarda bakır katkısıyla bile çeliğin mukavemeti çok artmaktadır. Sinterleme sırasında bakır miktarına bağlı olarak boyutsal değişim gözlenmektedir. Bakırın demir içinde çözünebilirlik sınırı olan %8-10 oranına kadar Cu katkısıyla boyutsal artış meydana gelmektedir. Bu etkisinden yola çıkarak demir kompaktların sinterleme esnasındaki büzülmesini kompanse etmek için %1-2,5 oranında bakır ilavesi sıklıkla kullanılmaktadır. Bakır büyümesi sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi ve ısıtma hızının optimizasyonu ile engellenebilir. Diğer metotlar karbon ve fosfor katkısı ve demir ile bakır tozların boyutunun küçültülmesine dayanmaktadır. Bu durumda toz maliyetleri de artacaktır. Sinterleme sıcaklığından oda sıcaklığına soğuma hızının da nihai özelliklere etkisi olmaktadır. Hızlı soğuma yüksek çekme mukavemeti ve sertlik fakat daha düşük sünekliğe sebep olmaktadır. Phadke (1981) yaptığı çalışmada demir içindeki bakır

konsantrasyonu arttıkça fırında soğuma sonrası yaşlanma eğiliminin azaldığını bulmuştur. Sertlikteki artışın %2, 4 ve 6 Cu alaşımı için sırasıyla %27, 19 ve 9 olduğunu ve Fe-8Cu alaşımı için yapılan yaşlandırma için 1000 dakikaya kadar herhangi bir sertleşme olmadığını belirlemiştir.

Bakır büyümesinde iki neden düşünülmektedir. Birincisi demir içine bakır difüzyonu sonucu hacim artışına dayanmaktadır. Maksimum genleşme oranında yapılan basit hesaplamalar göstermektedir ki bakırın ergime sıcaklığının hemen üzerindeki sıcaklıklarda kompaktlarda meydana gelen hızlı genleşme sadece difüzyon ile açıklanamaz. İkincisi ise katı demir parçacıkları boyunca sıvı bakırın penetrasyonu sonucu genleşmenin gerçekleştiğidir. Sıvı faz sinterlemenin farklı adımlarındaki katkılarına belirlemek için Kaysser, Huppmann ve Petzow (1980) benzer boyutlarda (98 $\mu$ m) küresel demir ve bakır tozlarını %93 gibi yüksek ham yoğunlukta sıkıştırmış ve farklı sürelerde sinterleyerek hızlıca soğutmuştur. Simültane ölçümler ile Fe-Cu kompaktlardaki genleşme mekanizmalarını dört başlıkta toplamıştır: (1) demir parçacıkları arasında eriyiğin penetrasyonu, (2) tane sınırları boyunca eriyiğin penetrasyonu, (3) bakırın demir parçacıklarına parçacık yüzeyinden difüzyonu ve (4) demir tanelerine bakır difüzyonunun tane sınırları boyunca olması. Oysa demir parçacıkları arasında penetrasyon kapiler kuvvetlerin sonucudur ve tane sınırları boyunca penetrasyonda dihedral açı faktörleri ile açıklanabilmektedir. Şekil 5.2 yukarıdaki dört faktörü şematik olarak göstermektedir. Sinterleme esnasında parçacık yeniden düzenlenme iki kısma ayrılabilir. Bakırın ergimesinden hemen sonra birincil parçacık yeniden düzenlenmesi ile düşük mukavimli kompaktların hızlı yoğunlaşmasını sağlar. Tane sınırları boyunca ergimiş metalin penetrasyonu, demir parçacıkların içindeki ayırık tanelerin yeniden düzenlenmesiyle yoğunlaşmasını sağlar.



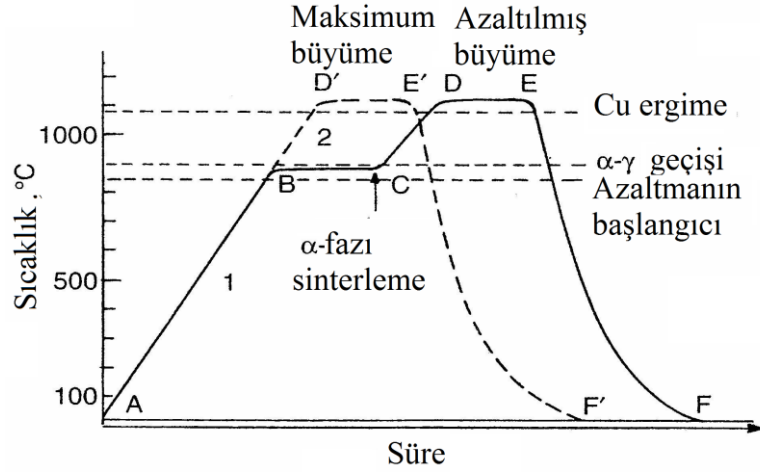
Şekil 5.2 785 MPa'da preslenmiş 1165°C'de sinterlenmiş Fe-ağırlıkça %20 Cu kompakta büzülmenin değişimi. I parçacık temas alanlarına ergimiş metalin penetrasyonu, II tane sınırları boyunca ergimiş metalin penetrasyonu, III parçacık temas alanlarından başlayan Fe içine Cu difüzyonu, IV ayrılmış Fe tanesi içine Cu difüzyonu (Kaysser, Huppmann ve Petzow, 1980)

Kingery (1959) ayrıca Cannon ve Lenel (1953) demir-bakır sisteminin sinterlenme hızlarını tartışmak için teori geliştirmişlerdir. Esper, Freise ve Zeller (1969) tarafından yapılan dilatometrik deneyler sistemin 700°C 'de az genleşme ve 1000°C 'nin üzerindeki sıcaklıklarda hızlı genleşmenin olduğunu göstermiştir. 900°C civarında ferritten östenit fazına dönüşüm bakırın demir içindeki çözünebilirliğini geliştirmiş dolayısıyla genleşmede ani düşüş olmuştur. 900°C 'de uzun süreli sinterleme sonucunda çok az boyutsal değişim oluşmuştur. Mekanik özellikler hızla gelişerek ilk 30 dakikada 160 MPa değerinde en üst seviyeye ulaşmıştır.

Watanabe ve Masuda (1973) sinterleme esnasında Fe-Cu kompaktlarda irileşme olayını çalışmışlardır. Sinterleme sonrası tane boyut dağılımı aynı zamanda irileşme kinetiği difüzyona bağlı büyümenin ve birleşmenin baskın olduğunu ortaya çıkarmıştır. Yapılan çalışma beklenen irileşme oranının katı parçaların sıvı faz içinde difüzyonu tarafından kontrol edildiğini doğrulamıştır. Froscher ve Fulrath (1975) tarafından demir-bakır sistemindeki sıvı faz sinterlemeyi gözlemleyen çalışmalarında hacmen % 40 oranında sıvı faz ile yeniden düzenlenmenin mümkün olabileceğini belirtmiştir. Bakırın ergimesi ile büzülmenin başlamasına rağmen, ısıtma esnasında demir parçacıkları arasında boyun büyümesi yeniden düzenlenmeyi engellemektedir.

Önalaşımlandırılmış tozlardan sinterlenen Fe-Cu (%1-13) alaşımları için demir parçacıkların bakır ile doymuşluk derecesine dayanan çok az oranda bakır büyümesi belirlenmiştir (Trudel ve Angers, 1975). %6'dan daha fazla bakır içeren ön alaşımlandırılmış tozların elementel tozlara nazaran mekanik özelliklere ve boyutsal kararlığa bağlı daha çok avantaj teşkil ettiği gözlenmiştir.

Sinterleme döngüsünde, bakır büyümesini kontrol etmek önemlidir. Şekil 5.3 iki durumu temsili göstermektedir: birincisi ferritten östenite dönüşüm sıcaklığının hemen altındaki sıcaklıkta izotermal bekletme ve ikincisi bakırın ergime noktasına kadar beklemeden gerçekleştirilen ısıtma. Birinci durumda büyüme ikinciye kıyasla daha az gerçekleşmektedir. Bocchini ve Marchini (1985) önce bir demir toz iskeletinin meydana gelerek herhangi bir boyutsal değişimin azaltılacağını önermişlerdir fakat katı halde demir içinde bakırın difüzyonunu göz ardı etmişlerdir.



Şekil 5.3 Şematik olarak ısıl dalgalanmanın Cu büyümesine etkisi (Bocchini ve Marchini, 1985)

### 5.6 Toz Metalurjisinde Demir-Bakır-Kalay (Fe-Cu-Sn) Alaşımları

Kalay demirin ergime sıcaklığını düşürmektedir. Esper, Freise ve Zeller (1969) bu sistem hakkında ilk dilatometrik çalışmaları yapmıştır. Kalay ferritin hacim merkezli kübik yapısını stabilize etmektedir ve bu katkı ile ilk sinterleme reaksiyonları 420-460°C aralığında başlayarak genişlemeye neden olur. Genleşme derecesi, artan kalay miktarıyla artmaktadır. 460-880°C sıcaklık aralığında meydana gelen intermetalik bileşikler genişlemeye neden olmaktadır. 900°C'nin üzerinde intermetalik bileşikler geride hacim merkezli kübik katı çözümleri bırakarak parçalanmaktadır. 820-1100°C aralığındaki sinterleme sıcaklıklarında en yüksek mukavemet yaklaşık %2 kalay katkısında gözlenmiştir.

Lang ve Robins (1979) demir kafesinde çözülmüş kalayın sinterlenme performansını arttırdığını raporlamışlardır. Çalışmalarında Fe-Sn bileşiklerinin oluşumu ve parçalanmasına geçici sıvı fazın önemini ihmal etmişlerdir. Ayrıca kalay etkisinin demirin boyut ve saflığına bağlı olduğunu belirtmişlerdir.

Moules ve Calow (1972), %1'e kadar kalay içeren kompaktları çalışmışlardır. %0,5 oranına kadar artan kalay miktarına bağlı olarak çekme sünekliğinin düştüğünü ama mukavemetin arttığını bulmuşlardır. Bu oranın üzerinde kalayın mukavemet değerlerini düşürdüğünü belirtmişlerdir. Genellikle, 1100°C'nin üzerindeki

sinterleme sıcaklıklarının istenilen mekanik özellikleri sağlayabileceğini ifade etmişlerdir.

Çalışmaların çoğu elementel tozların karıştırılması ile yapılmıştır ama ön alaşımlandırılmış tozlarla da çalışmalar yürütülmüştür. Kompaktların sinterlenme oranı prosesin ilk süreçlerinde elementel kalayın olmamasından dolayı biraz etkilenebileceği belirtilmektedir. Fe-Sn-Cu sisteminde sinterleme aşağıdaki ana faktörlerle gelişmektedir (Long ve Robins, 1971) :

- (1) Ferrit çözeltilisindeki kalaya bağlı olarak kendinden difüzyon (self-diffusion) oranında artış
- (2) Östenit fazının oluşması gereken sıcaklıklarda demir çözeltilisindeki kalaya bağlı olarak ferrit fazının stabilizasyonu; ferrit fazındaki kendinden difüzyon (self-diffusion) östenit fazından daha yüksektir
- (3) Sinterleme prosesi esnasında oluşan sıvı faz

Barua ve Ainsworth (1971), kalay katkısı ile bakırın ergime sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda %5-10 arasında Cu içeren demir kompaktlardaki genişlemenin azaltılabileceğini belirtmişlerdir. Genleşmedeki azalma kalayın varlığı ile demirdeki bakırın çözünürlüğünün azalmasına neden olmasından kaynaklı bakırca zengin ikinci fazın varlığından kaynaklanmaktadır. Kalay ile üretilen daha az genişleme sonucunda mekanik özelliklerde çok kayda değer bir değişim görülmemiştir.

Chatterjee ve Thwaites (1981), demir-kalay ve demir-kalay-bakır içerikli sinterlenmiş toz kompaktların özelliklerini çalışmışlardır. Kullanılan tozlar ön alaşımlandırılmış temiz ve kullanılmış teneke talaşlarında elde ettikleri Fe-Sn tozları kullanmışlardır.

Demirin içine %2 Sn ve %3 Cu katkısı ile sinterleme sıcaklığı 950°C'ye düşerken sadece bakır katkısı ile 1150°C olmaktadır. Bu ayrıca sinterlemedeki hacim değişimini azaltarak parçalardaki boyutsal değişimi ortadan kaldırmaktadır.

İlaveten, sinterlenmiş Fe-2Sn-3Cu alaşımı ile Fe-10Cu alaşımı arasında mekanik özelliklerde çok belirgin fark belirlenmemiştir. Ön alaşımlandırılmış Fe-Sn ve Fe-Cu tozları kullanarak sadece 700°C civarında sinterlemenin mümkün olabileceği belirtilmiştir (Kim, Yamane, Watanabe ve Iwatsu, 1988). Bu alaşımın 900°C'deki sinterleme sonrası Fe-Cu-Sn karışım kompaktlardan daha iyi mekanik özellikler ortaya koyduğu belirlenmiştir. 400°C'de ergimiş kalayın demir-bakır alaşımı üzerindeki ıslatma açısı 30°'dir. Yaklaşık 700°C'ye ısıtma esnasında demir-bakır ön alaşımlandırılmış tozun yüzeyinin yanındaki bakır çökeltileri kalay ile ergiyerek Cu-Sn alaşım sıvı fazını oluşturmaktadır. Bu faz sinterleme esnasında oluşan boynun dış yüzeyine hareket ederek yapıyı daha mukavemetli hale getirmektedir.

### 5.7 Toz Metalurjisinde Paslanmaz Çelikler

Paslanmaz çelikler, yaklaşık en az %11 krom içeren demir esaslı alaşımlardır. Sadece birkaç paslanmaz çelik türü %30 üzerinde krom veya %50'den az demir içerir. Paslanmaz özelliklerini görünmeyen ve yüzeye çok iyi yapışmış (adherent) olan kromca zengin yüzey oksit filminin oluşumuyla kazanır. Bu oksit, oksijenin varlığında oluşmaktadır. Paslanmaz çeliklerin bazı özelliklerini geliştirmeye dönük olarak da Ni, Mo, Cu, N, S ve Se gibi alaşım elementleri ilave edilebilir. Karbon ise genellikle %0,03'den az ve bazı martenzitik kalitelere %1'in biraz üzerinde kullanılmaktadır. Bazı kalite paslanmaz çelikler özel gereksinim uygulamalara dönük olarak TM teknikleri ile şekillendirilir ve üretilirler. Temel uygulama alanları otomotiv, deniz ve hava endüstrisi, ev aletleri, ofis aletleri, dekorasyon, medikal aletler, bilgisayar donanımı ve takıdır. Her durumda kullanım nedeni ekonomidir. Bakım ve onarım masrafları arttıkça paslanmaz çeliklerin kullanımı ile bu masraflar azaltılabilmektedir (German vd, 2007).

Paslanmaz çelikler; su verme ile sertleşebilen sade krom kalite olan martenzitik; geleneksel yolla su verme ile sertleşemeyen sade krom kalite olan ferritik ve yeterli miktarda nikel veya yüzey merkezli kübik yapıyı oluşturmak için nikel ilaveten mangan içeren östenitik ve düşük tokluğa sahip ferritik çelik özelliği ile çok iyi stres korozyon dayanımına sahip östenitik çeliklerin özelliğini bir arada içeren ve son

yıllarda uygulama alanları artan çift fazlı (dubleks) östenitik-ferritik olarak sınıflandırılmaktadır. Aynı zamanda, iki fazlı alaşım birçok korozif ortamdaki taneler arası saldırıya karşı dirençlidir fakat bu çeliklerin hassas kimyasal bileşime sahip olması ve sıcaklık kontrol gereksinimi gibi üretim zorlukları vardır. Mevcut zorluklar bu çeliklerin TM yöntemiyle üretimini çekici kılmıştır.

Sinterlenmiş paslanmaz çeliklerin üretimi diğer demir esaslı ürünlerin üretimine kıyasla daha fazla dikkat gerektirmektedir. Paslanmaz çeliklerin demir ve çelik ürünlerin TM pazarındaki yeri sadece yaklaşık %3 kadardır ve bazı özel nedenlerle bu pazar kısıtlanmıştır:

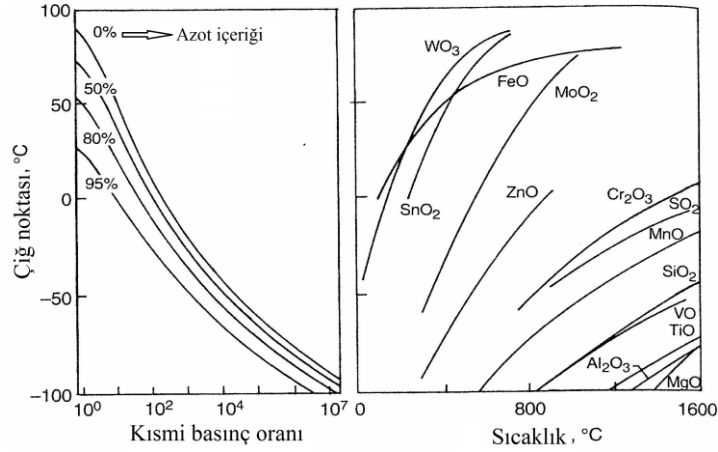
- (1) Yüksek alaşım içeriğinden dolayı toz üretimi pahalıdır.
- (2) Katı-çözelti sertleşebilirliğinden dolayı ön alaşımlandırılmış paslanmaz çelik tozun sıkıştırılabilirliği alaşımsız demir tozundan daha kötüdür
- (3) Sinter çelikler içinde sinterleme ortamı çok daha fazla dikkat ve ekipman gerektirmektedir.

Paslanmaz çelik tozların sıkıştırma davranışı toz üretim yöntemine veya kimyasal bileşime dayanır. Tüm ferrit-martenzit kaliteler katılaşma sonrası martenzite dönüşür. Martenzit toz sıkıştırılabilirliğini arttırmak için tavlama işlemi ile ferrit yapısına dönüştürülmelidir. Çift sıkıştırma ya da çift sinterleme ile yüksek yoğunluklara ulaşılabilir.

Ön sinterleme esnasında, kromlu çelikler azot absorblayabilir ki bu durum da sinterleme prosesi esnasında ikincil işlem olan yeniden presleme özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir. Su atomizasyon esnasında oluşan yüzey oksit katmanını sinterleme esnasında indirgenmelidir ki iyi süneklik ve güçlü sinter bağları oluşturulabilsin. Oksit genellikle krom oksit içeren silikon atomlarından oluşur. Krom oksiti indirgemek için gerekli olan çığ noktasını gösteren termodinamik datalar Şekil 5.4'de verilmiştir. Çığ noktası, krom oksitin indirgenebileceği sinterleme sıcaklığı ve atmosferine göre seçilmelidir. Günümüzde paslanmaz çelik tozların



üretimi atomizasyon prosesi ile gerçekleşmektedir. Hammaddelerin ergitilmesi hava ortamında veya vakum indüksiyon fırınında gerçekleşmektedir. Düşük mangan konsantrasyonları (<%0,3) ve deoksidasyon için %0,7-1 Si içerecek kadar ferrosilisyum ilavesi su atomizasyon esnasında tozların oksidasyonunu engellemektedir. Azot veya argon gazı altında yapılan gaz atomizasyon prosesi ile küresel parçacıklardan oluşan paslanmaz çelik tozları elde edilebilir. Bu yöntemle oksijen içerikleri 200 ppm altına inebilmektedir.



Şekil 5.4 Farklı elementlerde oksit indirilmesi için gerekli çığ noktası (Munro, 1972).

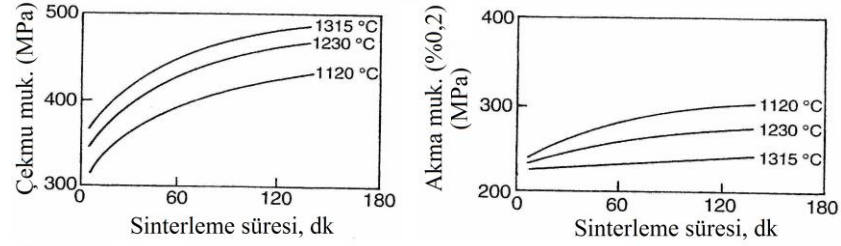
Paslanmaz çelik tozlar genellikle 600-1000 MPa basınç altında sıkıştırılarak 5,9-6,9g/cm<sup>3</sup> yoğunluğunda ham kompaktlar elde edilebilir fakat ferritik paslanmaz çelik gibi bazı kalitelerde 900 MPa'nın üzerinde uygulanan basınçlarda bile 6,5 g/cm<sup>3</sup>'ün üzerinde ham yoğunluk elde etmek mümkün değildir. Nihai sinterleme işlemi öncesi toz sıkıştırılabilirliğini arttıran ve kalıptan çıkarılmayı kolaylaştıran yağlayıcıların tamamen temizlenmesi gerekmektedir. Kalıntı yağlayıcıdan gelecek karbon sinterlenmiş paslanmaz çeliğin korozyon davranışını olumsuz etkileyecektir. Kalıntı karbon parçaya difüze olarak karbon yüzdesini arttıracaktır. Bu, sinterleme sonrası takip eden yavaş soğutma ile hassaslaşmaya neden olmaktadır. Bu durum kromca zengin karbürlerin tane sınırlarına çökerek korozyon davranışını olumsuz etkilemesine neden olmaktadır. Bundan dolayı, iyi bir korozyon davranışı isteniyorsa yağlayıcının tamamıyla yakılması şarttır. Türüne bağlı olarak yağlayıcının yakılması 425-540°C aralığında gerçekleşmektedir.

Stousy ve Ambs ve Stousy farklı paslanmaz çelik tozların sinterlenebilirliği hakkında incelemelerde bulunmuşlardır. Shaw ve Honeycombe östenitik paslanmaz çeliklerin sinterleme davranışını incelemiştir. Imai ve Hirotani 13Cr-ferritik, östenitik ve martenzitik çeliklerin sinterlemelerini yapmışlardır. Fleming de yaptığı çalışmada farklı kalite paslanmaz çeliklerin sinterlenebilirliğini incelemiştir (Upadhyaya, 1999).

Farklı kalite paslanmaz çeliklerin sinterleme davranışları az çok birbirine benzemektedir. Nikel sinterleme oranını düşürürken, silisyum ve molibden gibi ferrit stabilize ediciler arttırmaktadır. Hacim merkezli kübik yapısından dolayı ferritik paslanmaz çeliklerin sinterleme oranı daha hızlıdır. Üretim yöntemine bağlı olarak, paslanmaz çelik tozların sıkıştırılabilirliğini arttırmak için 700-800 °C sıcaklıkta hidrojen atmosferinde tavlmalıdır.

Paslanmaz çelik tozlar genellikle 1100-1500°C sıcaklık aralığında sinterlenmektedir. Yüksek sinterleme sıcaklıkları daha iyi mekanik ve korozyon dayanım özellikleri sağlamaktadır. Oksijen içeriği ve karbon katkısı da yüksek sıcaklık sinterleme davranışını etkileyen faktörlerdendir. Yapılan çalışmalar (Danninger, 1992; Tracey, 1992; Benesovsky ve Kieffer, 1950; Fedorchenko ve Ivonava, 1966; Fedorchenko ve Ivonava, 1966; Eisenkolb, 1955) artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak daha yüksek çekme dayanımı ve uzama, buna bağlı daha düşük akma dayanımı ve sertlik değerleri raporlamışlardır. Düşük sıcaklık sinterlemeleri daha az büzölmeye bağlı olarak daha iyi boyut kontrolü sağlamaktadır fakat yüksek yoğunluk istenilmesi durumunda daha yüksek sıcaklıklarda sinterleme gerekmektedir.

Sinterleme süresi uygun atmosferde bir saatten daha uzun sürelerle kadar değişebilmektedir. Artan sinterleme süresi ile hem çekme hem de akma dayanımı artabilmektedir. Bu değişim ilk 30 dakika ile 3 saat arasında daha çok gerçekleşmektedir. 316L paslanmaz çelik kompaktlar için sinterleme sıcaklığı ve süresinin nihai çekme ve akma dayanımlarına etkisi Şekil 5.5'de gösterilmiştir. Bu sonuçlar diğer kalite paslanmaz çelikler için kabul edilebilir.



Şekil 5.5 Farklı sıcaklıklarda parçalanmış amonyak atmosferinde sinterlenen 316L paslanmaz çeliğin çekme ve akma mukavemetine sinterleme süresinin etkisi (Danninger, 1992).

Sinterlemenin ilk aşamasında yüzey oksitlerin indirgenmesinden sonra, parçacıklar katı hal difüzyonu ile birbirine bağlanmaktadır. Bu durumu daha ileri bağlanma ve tane boyutunda artış izlemektedir. Her iki durum simültane bir şekilde ortaya çıkmakta fakat büyüme oranı sinterleme süresi ve sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Bağ alanları arttıkça akma ve çekme dayanımları da artmaktadır.

Sinterleme esnasındaki atmosfer sinterlenmiş ürünlerin özelliklerini etkileyen en kritik parametrelerden biridir. Mevcut literatürde (Lindskog ve Thombald, 1990; Svensson, 1971; Chiou ve Wang, 1986; Benesovsky ve Keiffer, 1950; Eisenkolb, 1955; Naito, 1960; Wakabayashi, Morika ve Wwatanabe, 1965; Chatterjee ve MacKey, 1980; Chatterjee, Evans ve Ainsworth, 1972; Desforgues, Duckworth ve Ryan, 1975) paslanmaz çeliklerin sinterlenmesi için argon, azot, parçalanmış amonyak, hidrojen ve vakum atmosferlerinin kullanımını tavsiye edilmektedir. Argon 316L kalite ayarındaki paslanmaz çelikler için en iyi sinterleme atmosferidir. Hidrojen en iyi indirgeyici atmosferdir ama yüksek maliyeti dezavantajdır. Hidrojenin su buharına oranı yüzey krom oksit tabakasının sinterleme ve soğuma esnasında indirgenmesini etkilemektedir. Pratikte fırın içinde en az -35 ile -40°C arasında çığ noktası seçimi indirgenme ortamını sağlayabilmektedir. Hidrojen ve oksitlerin reaksiyonu ile oluşan su buharını gidermek için yeterli miktarda gaz akışı gerekmektedir. Enerji korunumu ve ekolojik durumlardan dolayı vakum sinterlemenin kabulü ve kullanımı artmıştır. Sinterleme sıcaklığında krom gibi bazı elementlerin buharlaşma basınçları ticari vakum fırınlarla sağlanan basınçlara yakındır. Vakum basıncı krom buharlaşma basıncının altına düşerse krom kaybı

başlayarak hem bileşimin değişmesine hem de korozyon dayanımının kötüleşmesine yol açar dolayısıyla, vakum sonrası fırın içi basıncı alaşım bileşimini oluşturan herhangi bir elementin buharlaşma basıncının üzerine argon, azot gibi gazlarla arttırmak gerekmektedir. Eğer vakum sonrası argon gazı ile iç basınç arttırılırsa elde edilen mekanik özellikler hidrojen altında sinterleme ile aynı olabilir. Azot kullanıldığı zaman da sinterlenmiş özellikleri parçalanmış amonyakla benzer olmaktadır. Paslanmaz çelikler parçalanmış amonyakta sinterlenirse oksidasyonu engellemek için çığ noktası  $-45$  ile  $-50^{\circ}\text{C}$  arasında olmalıdır. Birçok parça %3 hidrojen içeren azot esaslı atmosferlerde başarıyla sinterlenebilmektedir.

Sinterleme atmosferinin yanında soğuma hızının da nihai özelliklere etkisi önemlidir. Tüm paslanmaz çelikler karbon ve sinterleme atmosferine bağlı olarak azot içerebilmektedir. Bu elementlerin miktarı oda sıcaklığı çözünebilirlik limitlerinin üzerinde olabilmektedir. Soğuma esnasında karbürler ve nitrürler ince parçacıklar şeklinde çökme eğilimi göstermektedir. Fırın içi soğutma gibi çok düşük soğuma hızlarında çökme tane sınırlarında gözlenmektedir. Sonuç olarak, dayanımda artış ve/veya süneklikte düşüş meydana gelmektedir. TM üretiminde  $10-30^{\circ}\text{C/dk}$  gibi normal soğuma hızlarında tane sınırlarında daha az çökme gözlenmektedir. Bu durumda dayanım düşer fakat süneklik artar. Suda su verme gibi hızlı soğuma ise karbür ve nitrür çökmesini engelleyerek maksimum süneklik sağlar (Upadhyayav, 1999).

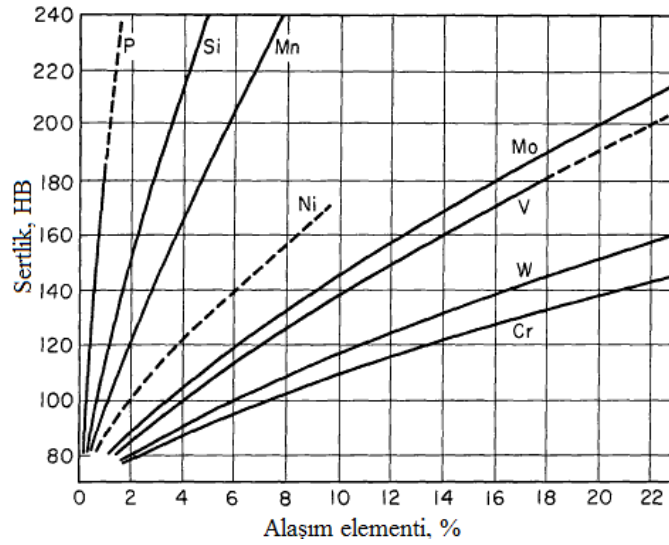
### ***5.7.1 Sinterlenmiş Paslanmaz Çeliklerin Mekanik Özellikleri***

Dövme veya TM paslanmaz çelikler sahip oldukları korozyon dayanımları ve fiziksel özellikleri dolayısıyla tercih edilmektedir. Ayrıca birçok uygulamada iyi mekanik özelliklere ve sünekliğe sahip oluşu kullanım alanını arttırmaktadır. Alaşımlarından yüksek korozyon dayanımlı östenitik ailesi ve düşük maliyetli ferritik ailesi tutarlı mekanik özellikleri ile bazı uygulamalarda tatmin edici olmaktadır. Daha yüksek mukavemet ve aşınma dayanımı gerektiren uygulamalarda ise martenzitik veya çökelti sertleşmiş paslanmaz çelik kaliteler ihtiyaçları karşılayabilmektedir. İlk bahsi geçen östenitik ve ferritik kalite paslanmaz çelikler

düşük maliyetli olmasına karşın düşük sünekliğe sahip olmaları dolayısıyla sınırlı kullanım alanı bulmaktadır. Çökelti sertleşmiş paslanmaz çelikler yüksek dayanım ve sünekliğin yanında iyi korozyon dayanımları ile beklentilere cevap vermektedir. Isıl işlem özellikleri ve işlenebilirlikleri optimal özellikleri sağlayabilmesi için kontrol altında tutulmalıdır. Östenit ve ferrit mikroyapılarını içeren çift fazlı paslanmaz çelikler her iki alaşım grubunun da korozyon dayanımı ve mekanik özelliklerini sergileyebilmektedir.

### ***5.7.2 Paslanmaz Çeliklerde Mukavimleşme Mekanizması***

Daha önceden bahsedilen paslanmaz çelik tiplerinin mukavimleşme mekanizması birbirinden farklılık göstermektedir. Ferritik ve östenitik paslanmaz çelikler, karbon ve düşük alaşımlı çeliklerde gözlenen ikinci faz veya östenitten martenzite dönüşüm esnasında oluşan mukavimleşme mekanizmasını sergileyemezler. Bu iki kalite paslanmaz çelikte katı çözümlü mukavimleşmesi ile mukavemet kazanımı öncelikli gerçekleşendir. Ana alaşım elementi olan krom başlıca katı çözümlü mukavimleştircisidir. Ana alaşımlandırma elementi olan nikel orta derece katı çözümlü mukavimleştircisidir. Şekil 5.6, ferrit fazının sertliğine alaşım elementlerin etkisini göstermektedir. Sertlikteki bu değişim matriste çözünen atomların kafes parametresini değiştirmesiyle meydana gelmektedir. Kroma kıyasla molibdenin katı çözümlü mukavimleştircisi olarak daha büyük bir etkisi vardır. İçerdikleri daha yüksek Cr ve Mo miktarlarına bağlı olarak 430L, 434L ve modifiye 434L gibi orta kromlu ferritik paslanmaz çelikler; 409L, 409LE, 410L gibi düşük kromlu ferritik paslanmaz çeliklere kıyasla daha yüksek akma dayanımı göstermektedirler (Klar & Samal, 2007).



Şekil 5.6 Ferritteki farklı alaşım elementlerin katı-çözelti sertleşmesi etkisi (Youseffi, Wright, Jeyacheya, 2002)

Östenitik paslanmaz çeliklerde katı çözelti mukavimleşmesi de çözünen atomların kafes parametresini değiştirmesinden kaynaklanmaktadır. Yüzey merkezli kübik alaşımda çözünen atomun varlığı ikinci bir etki olarak yığılma hatası (stacking fault) enerjisini değiştirmektedir. Tablo 5.1 302 tipi tavllanmış östenitik paslanmaz çelik için çözünen elementlerin kafes parametresine, akma ve çekme mukavemetlerine olan etkisini listelemektedir. Standart östenitik alaşımlarda %9-14 oranında nikel katkısının akma dayanımına pozitif bir etkisi olmamakta ayrıca çekme dayanımını azda olsa düşürmektedir buna karşın nikel molibden gibi katkılar yüksek sıcaklık akma ve çekme dayanımını geliştirmektedir.

Benzer oranda krom ve molibden ihtiva eden östenitik ve ferritik paslanmaz çelikler benzer akma dayanımı göstermektedirler ama östenitik paslanmaz çelik daha yüksek oranda pekleşme özelliği gösterdiğinden dolayı ferritik paslanmaz çeliğe göre daha yüksek çekme dayanımı göstermektedir. Yüzey merkezli kübik yapıdaki östenitik paslanmaz çelikler ferritik kaliteye göre daha sünektir.

Dövme östenitik paslanmaz çelikleri, ppm mertebesinde azot alaşımlandırması ile dayanımını arttırmak mümkün değilken TM östenitik çeliklerde bu durum daha farklıdır. Çok dikkatli bir şekilde proses kontrol altında tutulabilirse krom nitrür

çökeltisinin oluşumuna yol açmadan TM paslanmaz çeliklerde yapıya azot ilavesi yapılabilir. Ferritik paslanmaz çeliklerde azot ferrit matrikste çok az çözünebildiğinden ve düşük kromlu ferritik alaşımlarda düşük oranlarda bile martenzit oluşturma yatkınlığından dolayı tercih edilmemektedir.

Tablo 5.1 AISI 302 tip östenitik paslanmaz çelikte alaşım elementinin kafes parametresi ve mukavemete etkisi

Çözünen	Tipi	atomik % başına kafes parametresindeki değişim, nm	Akma mukavemeti için muk. katsayısı (a)	Çekme mukavemeti için muk. katsayısı (b)
C	Arayer, östenit stabilize edici	0,00060	23,00	35,00
N	Arayer, östenit stabilize edici	0,00084	32,00	55,00
Si	Yeralan, ferrit stabilize edici	-0,00050	1,30	1,20
Nb	Yeralan, ferrit stabilize edici	NA	2,60	5,00
Ti	Yeralan, ferrit stabilize edici	NA	1,70	3,0
V	Yeralan, ferrit stabilize edici	0,00015	1,20	0,0
Mo	Yeralan, ferrit stabilize edici	0,00033	0,90	0,0
Cr	Yeralan, ferrit stabilize edici	NA	0,20	0,0
W	Yeralan, ferrit stabilize edici	0,00033	0,30	0,0
Ni	Arayer, östenit stabilize edici	-0,00002	0,00	-0,10
Mn	Arayer, östenit stabilize edici	0,00002	0,00	0,0
Cu	Arayer, östenit stabilize edici	0,00023	0,00	0,0
Co	Arayer, östenit stabilize edici	-0,00004	0,00	NA

(a) Akma mukavemeti ( $\text{ton/in.}^2$ ) =  $4,1 + \Sigma$  (element katsayısı)(ağ. % element) +  $0,16(\% \text{ ferrit}) + 0,46d^{1/2}$  (d, mm olarak ortalama tane çapı), (b) Çekme mukavemeti ( $\text{ton/in.}^2$ ) =  $29 + \Sigma$  (element katsayısı)(ağ. % element) +  $0,14(\% \text{ ferrit}) + 0,82t^{-1/2}$  (mm olarak ikizlenme arası mesafe) (Novak, 1977)

Martenzitik paslanmaz çelikler dislokasyon hareketlerinin güçleştiği çarpılmış hacim merkezli tetragonal kristal yapısı ile dayanımını arttırmaktadır. Bu alaşımlarda, karbon ve azot gibi martenzit oluşturuçuların toplam miktarı oluşan martenzit miktarlarını belirler ve alaşımın dayanımının artmasını sağlar. Birçok düşük alaşım ve standart martenzitik çeliklere aksine martenzit kalite paslanmaz çelikler kromun yüksek sertleştirilebilirlik etkisine rağmen östenitleme sıcaklığından itibaren soğuma hızına karşı daha az hassastır. Martenzitik paslanmaz çelikler düşük süneklik ve tokluk gibi olumsuz özelliğe sahip olsa da düşük yoğunluklu malzemelerde bu durum daha kötüdür. Bu bazı durumlarda temperleme veya tavlama gerektirebilir. Tavlama sonrası krom karbür oluşturmeyen %0,1 C'lu 410 kalite paslanmaz çelikler en çok tercih edilenlerdir. %0,3 C içeren 420 kalite ise daha

yüksek sertliğe sahiptir ama tavlandığı zaman aşırı karbon ile krom karbür oluşturabilir. Bu durumda alaşım matriksinde yaklaşık %6-7 oranında krom kaybına yol açarak korozyon direncini düşmesiyle sonuçlanır. Bu problem 440A, 440B veya 440C kalite gibi yüksek krom ihtiva eden alaşımların kullanılmasıyla önlenir. Böylelikle krom karbür oluşmasına rağmen matrikste %17 seviyesinde yeterli krom ile korozyon dayanımında bir düşüş gözlenmez. Bu alaşımlar yaklaşık %0,6-1 C içermektedir. Temperlenmiş martenzit matrikste krom karbürün varlığı bu malzemeleri 55-60 HRC sertlik aralığına ve 650-1900 MPa akma dayanımı aralığındaki takım çelikleriyle mukayese edilebilir kılmaktadır (Klar & Samal, 2007).

Çökelti sertleşmiş kalite paslanmaz çelikler dayanımını ısı işlem esnasında alaşım matrisinde sert ve mikron büyüklüğünde çökeltilerin varlığıyla oluşturmaktadır. Daha fazla dayanım alaşım matriksin martenzitik yapısının olduğu martenzitik ve yarı östenitik tiplerinde ortaya çıkmaktadır. Mukavimleşmenin çökelti sertleşme ile meydana geldiği durumlarda yüksek dayanımla beraber yüksek tokluk ve yeterli seviyede süneklik elde edilebilir. Dolayısıyla, mekanik özellikler açısından incelendiğinde bu kaliteler martenzitik kalitelere kıyasla daha çok tercih edilir.

### **5.7.3 TM paslanmaz çeliklerin mekanik özelliklerini etkileyen faktörler**

#### **5.7.3.1 Gözeneklilik**

Dövme ve TM parçaların mekanik özellikleri arasında geleneksel yolla işlenmiş düşük alaşımlı TM çeliklerdeki gözeneklilik büyük farklılıkların oluşmasına neden olmaktadır. TM paslanmaz çeliklerde ise içerdiği oksijen, karbon, azot miktarının kontrolüne bağlı olarak gözenekliliğin olumsuz etkisi giderilebilmektedir. Geleneksel yolla işlenmiş TM paslanmaz çelikler 6,6-7,3 g/cm<sup>3</sup> aralığında sinter yoğunluklara ulaşabilmektedir bu da %7-16 arasında gözeneklilik hacmine denk gelmektedir. Teorik analizlerle yapılan çalışmalar gözeneklilik miktarı arttıkça süneklik ve statik mekanik özelliklerin düştüğünü göstermiştir (Kubicki, 1995).

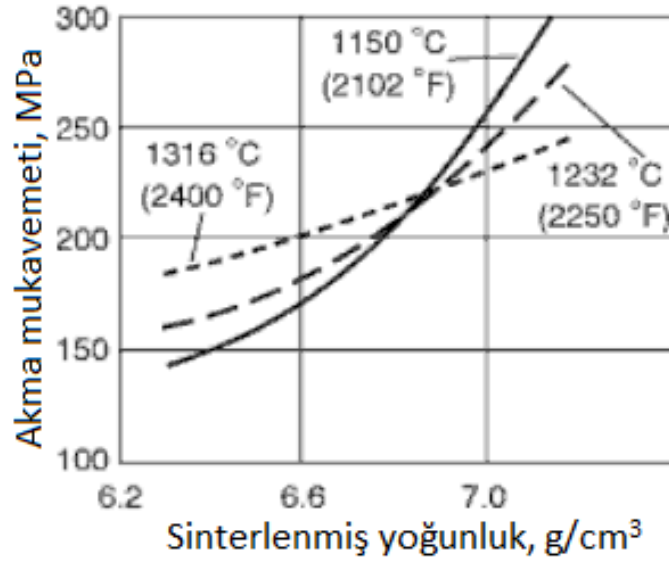


Gözenekliliğe mukavemete eksponensiyel ve lineer bağılılığı literatürde belirtilmiştir. Kutsch, Beiss ve Jager (1997), yaptıkları çalışmada 316L paslanmaz çelikleri saf hidrojen ve %70 N<sub>2</sub>-%30 H<sub>2</sub> ortamlarında 1280°C’de 2 saat süre ile sinterleme sonucunda mukavemet ile yoğunluk arasında lineer bir bağıntı bulmuşlardır. Fakat bu çalışmada % 80-90 gibi dar bir yoğunluk aralığında yaptıkları için yanltıcı olabilmektedir. Geniş yoğunluk aralığında yapılan mukavemet ölçümleri çoğunlukla eksponensiyel bir bağıntı sergilemektedir. Kutsch, Beiss ve Jager (1997), çalışmalarında ayrıca Young modülünün sinterleme atmosferiyle bir ilişkisinin olmadığını belirtmişlerdir.

### 5.7.3.2 Sinterleme Sıcaklığı ve Süresi

TM paslanmaz çeliklerin mukavemeti büyük ölçüde sinterleme sıcaklığına buna nazaran daha az derecede sinterleme süresine bağlıdır. 1149°C gibi düşük sinterleme sıcaklıklarında yüzey oksitlerin indirgenmesi, parçacıklar arası bağlanma ve gözenek yuvarlaklaşmasındaki gelişim düşük olmaktadır. Bunun sonucunda daha düşük süneklik, darbe ve çekme dayanımları elde edilmektedir. TM paslanmaz çeliklerin büyük bir kısmı için 1232°C civarında yapılan sinterleme çalışmaları tatmin edici süneklik, darbe ve çekme dayanımları sağlamaktadır. 1316°C civarında yapılan sinterleme çalışmaları ise süneklikte, darbe ve çekme dayanımında biraz daha gelişim aynı zamanda daha yüksek sinter yoğunlukları sağlayabilmektedir. Yüksek sinter yoğunlukları ve yuvarlaklaşmış gözenekler ile yorulma gibi dinamik mekanik özellikler de geliştirilebilir. 1316°C gibi yüksek sinterleme sıcaklıkları aynı zamanda sinterleme süresini ve döngüsünü de azaltmaktadır. Bunun gibi yüksek sıcaklıklarda gözenek yuvarlaklaşması en üst seviyededir. TM malzemelerde gözenekler tane sınırlarını hareketsiz kılarak aşırı veya anormal tane büyümesini engellemektedir ama çok uzun süre sinterleme koşullarında bu etkisini kaybedebilmektedir. Malzeme içindeki mevcut oksit ve karbür esaslı inklüzyonlar da tane büyümesini engelleyebilmektedir. 1343°C’nin üzerindeki çok yüksek sinterleme sıcaklıklarında tane sınırları gözeneklerle bağlantılarını kesmektedir. Bu sıcaklıklarda ferritik paslanmaz çelikler için sinterleme süresi kısa tutulursa tane büyüme hızı artabilmekte ve bunun sonucu olarak yüksek yoğunlukta elde edilen mukavemet değerlerine

ulaşabilmektedir. Sinterlenmiş malzemelerde tane irileşmesi özellikle akma dayanımını düşürmektedir. Ferritik paslanmaz çeliklerde bu durum yüksek atomik hareket hızından dolayı daha sık gözlenmektedir. Yüksek sıcaklıkta sinterlenmiş diğer TM paslanmaz çelik sınıflarında ise düşük sıcaklık sinterleme sonuçlarına kıyasla daha düşük akma dayanımı göstermesi sık rastlanan bir durum değildir. Bu etki Şekil 5.6'da hidrojen ortamında sinterlenmiş 304L için verilmiştir. Bu etki daha çok gözeneklerin yapı içinde daha az dağıldığı yüksek sinter yoğunluğuna sahip parçalar için söz konusu olabilmektedir (Klar & Samal, 2007).



Şekil 5.6 Hidrojende sinterlenmiş 304L kompaktına sinterleme sıcaklığının oda sıcaklığı akma mukavemetine etkisi (Klar & Samal, 2007)

Kararlı karbür ve oksit şeklinde malzeme içinde bulunan inklüzyonlar tane büyümesine bariyer oluşturmaktadırlar. 410L, 434L ve 304L gibi alaşımlarda iğnemi tane çökeltileri yok denecek kadar azdır dolayısıyla yüksek sıcaklık sinterlemelerinde tane büyümesine daha yatkındır. Bu durum yüksek sıcaklıklarda sinterlenmiş 409L kalite paslanmaz çeliğin 410L kaliteye nazaran oda ve yüksek sıcaklıklarda daha yüksek akma dayanıma sahip olduğuna açıklık getirmektedir.

20 dakikadan daha az olanlar dışında, sinterleme süresinin mekanik özelliklere etkisi çok çalışılmamıştır. Parçaların sinterlenebileceği sıcaklıklarda farklı sinterleme

sürelerinin ve sıcaklığın etkisi de dikkate alınmalıdır. Ambs ve Stosuy (1977) yaptıkları çalışmada 1232°C’de parçalanmış amonyakta TM 316L parçaları 30 ile 60 dakika arasında sinterleme sonrasında mekanik özelliklerinin %8 oranında arttığını bulmuşlardır. Süneklikteki artış daha belirgindir ve çekme uzaması %10-15 oranında artmıştır.

#### ***5.7.4 Oda Sıcaklığı Statik Mekanik Özellikleri***

1980’lerin sonlarında TM paslanmaz çelikler hakkında yayınlanan çalışmalar korozyon dayanımını etkileyen faktörlere yoğunlaşmıştı. Mekanik özelliklerin belirlenmesi konusunda çok az çalışma mevcuttu. Toz üreticileri tarafından oluşturulan mekanik özellik verileri nihai parça özellikleri için bilgi bankalarını oluşturmaya başlamıştır. Ek olarak, 1990’lı yılların ortalarında yayınlanan verilerin çoğu sinterlenmiş ürünlerden ziyade ham yoğunluk ya da presleme basıncıyla alakalıydı. 1992’de MPIF (Metal Powder Industries Federation) için çalışan Sanderow ve Birleşmiş Milletler donanması için çalışan Prucher, TM paslanmaz çeliklerin korozyon ve mekanik özellikleri üzerine sistematik çalışmalar yürütmüştür. Sanderow ve Prucher (1995), yapılan çalışmalar ile mekanik özellik verilerini yayınlamak aynı zamanda 35 numaralı MPIF standartlarını oluşturmuştur. Aynı zamanda şuan Northern American Hoganas olan SCM Metal Products Inc. firması farklı kalite paslanmaz çeliklerin sinter yoğunlukları, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme atmosferini de içeren mekanik özellikler hakkında geniş bir ürün rehberi oluşturmuştur. Ayrıca 1990’ların ortalarında US meşeli arabaların egzoz susturucularında 400 serisi paslanmaz çelikler kullanılmaya başlanmıştır. Yapısal bir uygulama olarak geniş üretim yöntemlerine ve çoğunluğu ferritik olan TM paslanmaz çeliklere bağlı olarak mekanik özellik verilerinin gelişimini sağlamıştır. Östenitik ve ferritik kalite TM paslanmaz çeliklerin sinter yoğunluğu, sinterleme sıcaklığı, sinterleme atmosferi değişkenlerine bağlı olarak değişen statik mekanik özellikleri Tablo 5.2’de ve Tablo 5.3’te verilmiştir (Klar & Samal, 2007).

Tablo 5.2 Östenitik paslanmaz çeliklerin TM parametrelerine göre özelliklerin değişimi (Klar & Samal, 2007)

Alaşım	Sinter yoğ. (g/cm <sup>3</sup> )	Sint. Sıc. (°C)	Sint. Atm.	Çekme muk. (MPa)	Akma muk. (MPa)	% uzama	Sertlik (HRB)	Darbe enerjisi (J)	Referans
303L	6,36	1121	PA (*)	295,2	252,4	1,5	59	7,9	Sanderow & Prucher (1995)
	6,51	1316	PA(*)	376,6	270	8,1	60	34,6	Sanderow & Prucher (1995)
	6,61	1288	Vakum	274,5	145,5	16,9	25	57,4	Sanderow & Prucher (1995)
	6,9	1316	PA(*)	470	311,7	12,6	72	54,2	Sanderow & Prucher (1995)
	6,92	1288	Vakum	333,8	165,5	19,9	40	80,4	Sanderow & Prucher (1995)
	6,71	1149	PA(*)	317,3	245,5	7	60		Reinshagen & Brockius (1995)
	6,82	1316	H2	325	144	25,1	29		Samal, Mars, Hauer (2005)
304L	6,45	1121	PA(*)	345,5	280,7	2,8	60	9,9	Sanderow & Prucher (1995)
	6,42	1316	PA(*)	436	297,3	10,7	60	40,7	Sanderow & Prucher (1995)
	6,85	1316	PA(*)	525	338,6	15,8	72	80	Sanderow & Prucher (1995)
	6,5	1288	Vakum	309,7	160,7	19,8	30	70,1	Sanderow & Prucher (1995)
	6,92	1288	Vakum	393,1	184,8	26,9	52	127,9	Sanderow & Prucher (1995)
	7,01	1316	PA(*)	413,8	299,3	...	...		Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	7,06	1316	H2	403,5	198	25	...		Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	6,61	1149	PA(*)	350,4	272,4	5,5	63		Reinshagen & Brockius (1995)
	6,93	1250	H2	328,3	...	16,5	...	78,6	Smith, Liu, Smith, German (1999)
	6,82	1250	90H2/10N2	471,8	...	8	...	40,7	Smith, Liu, Smith, German (1999)
	6,78	1316	H2	338	148	27	30		Samal, Mars, Hauer (2005)
316L	6,44	1121	PA(*)	327,6	271	2	61	9,8	Sanderow & Prucher (1995)
	6,5	1316	PA(*)	426,9	298	9,9	58	37,7	Sanderow & Prucher (1995)
	6,81	1316	PA(*)	482,8	314,5	14,8	66	35,5	Sanderow & Prucher (1995)
	6,53	1288	Vakum	281,4	155,2	17,3	26	53,3	Sanderow & Prucher (1995)
	6,91	1288	Vakum	404,9	215,9	21,6	50	88,1	Sanderow & Prucher (1995)
	6,6	1316	H2	333,1	160,7	22	...		Samal, Terrel, Klar (2001)
	6,57	1316	PA(*)	374,5	192,4	17,5	...		Samal, Terrel, Klar (2001)
	6,58	1316	90H2/ION2	351,7	189,7	19	...		Samal, Terrel, Klar (2001)
	6,61	1177	PA(*)	344,9	296,6	4	60		Reinshagen & Brockius (1995)
	6,97	1177	PA(*)	386,9	322	6,5	68		Reinshagen & Brockius (1995)
	6,72	1149	PA(*)	355,9	275,9	5,5	62		Reinshagen & Brockius (1995)
	7,07	1316	H2	375,9	200	21	...		Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	7,11	1316	PA(*)	509,7	310,4	12	...		Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	6,93	1250	H2	328,3	...	19	40	67,8	Smith, Liu, Smith, German (1999)
6,88	1250	90H2/ION2	472,4	...	10	64	51,5	Smith, Liu, Smith, German (1999)	

(\*) PA : Parçalanmış amonyak

Tablo 5.3 Ferritik paslanmaz çeliklerin TM parametrelerine göre özelliklerin değişimi (Klar & Samal, 2007)

Alaşım	Sinter yoğ. (g/cm <sup>3</sup> )	Sint. Sıc. (°C)	Sint. Atm.	Çekme muk. (MPa)	Akma muk. (MPa)	% uzama	Sertlik (HRB)	Darbe enerjisi (J)	Referans
409L	7,17	1260	H2	374,5	220	21	NA	170	Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	7,10	1304	H2	358,6	193,1	18	57	115	Shah, McMillen, Samal, Klar, (1998)
	7,25	1304	H2	379,3	220,7	25	60	169	Shah, McMillen, Samal, Klar, (1998)
	7,10	1316	H2	358,6	189	NA	NA	88	Albee, dePoutiloff, Ramsey, Regan, (1997)
	7,26	1366	H2	373	214	17	NA	163	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,27	1321	H2	366	212	16	NA	146	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,25	1271	H2	357	209	17	NA	136	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,26	1238	H2	377	208	9	NA	104	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,30	1316	H2	372	211	32	57	NA	Samal, Mars, Hauer (2005)
410L	6,94	1288	Vakum	343,5	198	19,8	50	83,1	Sanderow & Prucher (1995)
	7,19	1260	H2	389,7	319,3	18	NA	NA	Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	7,10	1304	H2	344,8	206,9	20	50	115	Shah, McMillen, Samal, Klar, (1998)
	7,25	1304	H2	358,6	220,7	25	55	169	Shah, McMillen, Samal, Klar, (1998)
	7,10	1316	H2	379,3	186,2	...	...	81	Albee, dePoutiloff, Ramsey, Regan, (1997)
	6,96	1250	H2	300	...	17,5	39	98	Smith, Liu, Smith, German (1999)
430L	7,08	1121	PA (*)	413,1	230,4	7	64	34,8	Sanderow & Prucher (1995)
	6,89	1288	Vakum	341,4	212,4	18	40	84	Sanderow & Prucher (1995)
	7,17	1288	Vakum	383,5	239,3	24,2	62	46	Sanderow & Prucher (1995)
	6,93	1250	90H2/10H2	300		14,2	55	65	Smith, Liu, Smith, German (1999)
	6,88	1250	PA (*)	345,5		7,5	62	41	Smith, Liu, Smith, German (1999)
434L	7,09	1316	PA (*)	428,3	246,9	10,3	68	22,1	Sanderow & Prucher (1995)
	7,25	1316	Vakum	460,7	257,9	17,2	73	24,8	Sanderow & Prucher (1995)
	7,06	1288	H2	377,3	251,1	18,7	57	102	Sanderow & Prucher (1995)
	7,00	1200	H2	358,6	206,9	10	NA	NA	Baran, Segall, Shaw, Kopech, Haberberger (1997)
	7,20	1290	H2	400	234,5	16	NA	NA	Baran, Segall, Shaw, Kopech, Haberberger (1997)
	7,20	1316	H2	386,2	220,7	NA	NA	108	Lee, Saxion, Regan, dePoutiloff (1998)
	7,11	1260	H2	404,8	264,8	22	NA	130	Hubbard, Couchman, Lall (1997)
	7,28	1360	H2	402	246	16	....	137	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,29	1316	H2	405	248	16	....	146	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,29	1260	H2	477	277	7	....	129	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,29	1227	H2	512	329	3	....	42	Samal, Mars, Hauer (2005)
	7,10	1304	H2	372,4	220,7	18	60	108	Shah, McMillen, Samal, Klar, (1998)

## BÖLÜM ALTI

### TOZ METALURJİSİ PARÇALARDA ÖLÇÜM TEKNİKLERİ

#### 6.1 Kompaktlaşma Etkisi

Sinterleme öncesi tozun şekillendirilmesi gerekmektedir. Bununla birlikte tozu kalıp içine koyarak basit parçalar için tek eksenli, karmaşık parçalar için çok eksenli kalıplama ile kolaylıkla yapılabilmektedir. Toz şekillendirildikten sonra kompakt özelliklerindeki değişime bağlı olarak sinterleme değerlendirilebilir. Sinterlenmiş boyutların, ham boyutlara oranlanmasıyla elde edilen büzülme veya yoğunlaşma ile sinterlenme ölçülebilir. Sinterleme parametreleri arasındaki yorumlama için toz şekillendirme ve presleme prosesine dayanan sinterleme öncesi kompaktın durumu hakkında bilgi sahibi olunması gerekmektedir.

Basınç zayıf parçacıkları şekle sokmaktadır. Kompaktlaşma süreci sinterleme öncesi yapılmaktadır. Bu parçacık yeniden düzenlenmesi, deformasyon ve muhtemelen kırılma ihtiva etmektedir. Yüksek kompaktlaşma basıncı, yüksek başlangıç parçacık paketleme koordinasyonu sağlar. Sünek malzeme için, kompaktlaşma esnasındaki deformasyon parçacıklar arasındaki temas noktalarında gerçekleşmektedir. Basınç arttıkça temas yüzeyi artarak parçacık yeniden düzene girme ve kayma mekanizmaları ile parçacıkları hareket ettirerek bir araya getirir ve kompaktta yoğunlaşma artar. Bununla birlikte, temas noktalarındaki gerilme konsantrasyonu plastik deformasyonu oluşturarak her temasın boyutunu genişletir. Yüksek kompaktlaşma basınçlarında yeniden düzene girme durur ve yoğunlaşma tamamen temas alanının büyümesi ile olur. Kompaktlaşma ile gözenek boyutu ve gözeneklilikte azalma olur. Etkin sinterleme esnasında önce küçükçe gözenekler ortadan kalkar ki böylelikle tozlar zayıf parçacıklara kıyasla daha hızlı sinterleme eğilimi ve daha yüksek sinter yoğunluklar gösterir. Ayrıca yüksek kompaktlaşmış toz yoğunluğu nihai parça şekli ve boyutlarının kontrolünü kolaylaştırır.

Kırılgan parçacıklar için plastik deformasyon olmamaktadır ve parçacıklar deformasyondan ziyade kırılma eğilimi içindedir. Yeniden paketleme (repacking) ve

kırılmalar ile önemsiz oranda yoğunlaşma meydana gelir. Boyun boyutu, gözeneklilik ve boyutlar gibi etkenler sinterleme için önemlidir. Sinterleme öncesi bunların durumunu bilmek önemlidir.

Sünek parçacıkların kompaktlaşması esnasında parçacıklar arası temas alanı artarak yoğunlaşma derecesi belirlenir. Genel yaklaşım olarak düzlemsel kesitte yüzey alanı  $D$  çapındaki parçacıkların üzerine  $X$  çapındaki çemberin yaklaştırılmasıdır. Bu iki parametre birimsiz oran olarak boyun boyutu oranını ( $X/D$ ) oluşturur. Sinterleme esnasında boyun boyutu artar ve sinterlemenin gelişimi boyun büyümesi kinetiği ile gerçekleşir. Örneğin, kesirsel yoğunluk oranı ve boyun boyutu oranı Eşitlik 6.1'deki gibi şöyle hesaplanır:

$$\frac{X}{D} = 4 \left[ 1 - \left( \frac{V_G}{V_S} \right)^{\frac{1}{3}} \right]^2 \quad (6.1)$$

$V_G$  başlangıç zayıf tozun kesirsel paketleme yoğunluğu ( $X=0$  da) ve  $V_s$  presleme ile deformasyon sonrası kesirsel paketleme yoğunluğudur. Koordinasyon numarası  $N_c$  kesirli katı yoğunluğu  $V_s$  ile Eşitlik 6.2'deki gibi hesaplanır:

$$N_c = 7 + 17,5(V_s - 0,6) \quad (6.2)$$

Bu tanımlama yüksek sinter yoğunlukları için çok uygun değildir ama 0,6-0,9 arası kesirli yoğunluklar için uygulanabilir. Genellikle, presleme ile deformasyon homojen değildir dolayısıyla başlangıç temas bölgesi ile paketleme koordinasyonu arasında doğal farklılıklar vardır (German, 1996).

## 6.2 Yoğunluk, Gözeneklilik ve Gözenek Karakteristiği

Yoğunluk sinterlemede en çok tartışılan özelliktir. Hacim başına düşen kütle olarak tanımlanmaktadır. Bileşime bağlı kesin yoğunluktan ( $\text{g/cm}^3$ ) ziyade kesirsel veya yüzdesel yoğunluk malzemeden bağımsız olarak sinterleme esnasında gerçekleşen temel olayları daha iyi açıklamaktadır. Bu da ölçülen yoğunluğun teorik yoğunluğa oranı şeklinde tanımlanmaktadır. Yoğunluk kütle ve hacmin

belirlenmesiyle ölçülmektedir. Basit geometrilerde hacim boyutların hesaplanmasıyla belirlenebilmektedir. Eğer şekil karmaşık ise genellikle suyun kullanıldığı daldırma yoğunluğu uygundur. Daldırma öncesi, açık gözenekler su veya silikon ya da parafin yapı gibi suda çözünmeyen akışkanlar ile doldurulmalıdır. Yağ emdirme numunenin yağ banyosunda vakumlanmasıyla kolaylıkla yapılabilir. Gözenekli malzemenin Archimeds tekniğiyle yoğunluğunun belirlenmesi bir sıra tartım işlemi gerektirmektedir. Numune önce kuru tartılır ( $W_1$ ), sonra akışkan emdirme sonrası yine tartılır ( $W_2$ ) ve son olarak suda tartılır ( $W_3$ ). Tüm ölçümler gram olarak alınır. Genellikle bir tel vasıtasıyla numune suda sabitlenir ve bu telin sudaki ağırlığı ( $W_w$ ) da ölçülmelidir. Bu işlemlerden sonra yoğunluk ( $\rho$ ) belirlenen ağırlıklardan Eşitlik 6.3'deki formülle hesaplanır:

$$\rho = \frac{W_1 \rho_w}{[W_2 - (W_3 - W_w)]} \quad (6.3)$$

$\rho_w$  suyun yoğunludur ( $\text{g/cm}^3$ ) ve az da olsa T ( $^{\circ}\text{C}$ ) sıcaklığına Eşitlik 6.4'deki bağıntı ile bağlıdır.

$$\rho_w = 1,0017 - 0,0002315T \quad (6.4)$$

Bu ölçüm serileri şekilsiz yapının yoğunluğunu kesin olarak belirleyebilmektedir. Kesirsel yoğunluk  $V_s = \rho / \rho_T$  'den belirlenebilir.  $\rho_T$  teorik ya da gözeneksiz yoğunluktur.

X-ışını absorpsiyonu, manyetik rezonans görüntüleme, küçük açılı nötron saçılımı, ultrasonik sönüm ve gama-ışını absorpsiyonu gibi diğer yoğunluk ölçümleri çok net sonuçlar vermemektedir. Cihazın maliyetine bağlı olarak kullanımları çok sık değildir fakat ham ve sinterlenmiş parçalardaki relatif yoğunluk gradyanlarının belirlenmesinde etkilidirler. Mesela, X-ışını absorpsiyonu sırasındaki noktadan noktaya değişen şiddet ile ham ve sinterlenmiş parçaların yoğunluk değişimleri karakterize edilebilir. Bazı noktadan noktaya ölçümlerde ham parçalarda %2 ve sinterlenmiş parçalarda %1,5 oranında farklılık oluşabildiği belirlenmiştir.



Alternatif olarak vakumlanmış hacmin içine yerleştirilmiş numunenin gaz piknometre ile ölçülmesine dayanmaktadır. Bu yöntemde genellikle Helyum gazı kullanılır. Gaz, hacmi doldururken basıncı artar ve sinterlenmiş kompaktın hacmine göre dolabilen gaz miktarı değişir. Genelde gözenekler gazların penetrasyonu için kapalıdır dolayısıyla sağlıklı ölçümler ancak yüksek kesirsel yoğunluklar için uygundur.

Gözenekler sinterlemenin doğasında vardır. Toz kompaktlarda parçacıklar arası boşluk şeklinde mevcuttur. Aynı zamanda, gözeneklerin sinterlenmesi esnasında beklenilmeyen faz dağılımları, dengesiz difüzyon olayları, atmosfer ile reaksiyon ve ergime esnasında sıvının kapiler yayılımı oluşabilir. Gözenek boşluğu kompakt boyunca miktarı, boyutu, şekli ve dağılımına göre karakterize edilebilir. Gözenekler 3-boyutlu ağ yapılıdır dolayısıyla belirli bir obje olarak algılanamazlar. Parçacıklar sinterlendiğinde her zaman olmamakla beraber çoğunlukla kompaktlar yoğunlaşır ve gözenekler azalır. Sinterleme esnasında sıvı fazları veya reaksiyonları içeren bazı durumlarda genişlemeye bağlı olarak yoğunlaşmadan ziyade gözeneklerde artış gözlenir. TM sistemlerinde sinterleme döngüsü boyutsal değişimin önüne geçecek şekilde tasarlanır.

Gözenek yapısının büyük ölçümü olan gözeneklilik yapıdaki boşlukların toplam hacminin kesrini verir. Toplam parça hacmine oranlanarak kesir ya da yüzde olarak tanımlanır. Basit geometrilere gözeneklilik ağırlık ve boyutların belirlenmesi ve yoğunluğun teorik yoğunluk ile kıyaslanmasıyla ölçülür. Karmaşık şekillerde ve homojen olmayan yapılarda mikroskop ve nokta sayım teknikleri ile gözeneklilik ölçülebilir. Metalografik işlemler gözenek yapısına zarar verebilir dolayısıyla daha düşük gözeneklilik veya numune hazırlama esnasındaki parçacık kopmasıyla daha yüksek gözeneklilik ölçümlerine sebebiyet verilebilir. Diğer taraftan dağlama genellikle gözenekleri genişletir ki bu da beklenmeyen gözeneklilikle sonuçlanabilir. En iyi mikroyapı korunumu zımparalama ve dağlama sonrası numuneye epoksi emdirilerek sertleşme sonrası yeniden zımparalama ile yapılabilir. Bu prosedür ile zarar görebilecek gözenek yapısını değiştirmeden nihai zımparalamayı uygun kılar.

Mikroyapı fotoğraflarında nokta sayımı basit bir tekniktir. Gözeneklere düşen gridteki noktaların oranı ile kesirsel gözeneklilik belirlenebilir.

Gözenek boyutu, şekli ve bağlanabilirlikleri sinterleme esnasında karakteristik ilgilidir. Bu etkenlerin ölçümü için farklı teknikler mümkündür. Optik mikroskop veya elektron mikroskobu genellikle en uygun olanlarıdır. Civa gözenekölçeri kompakt yüzeyine bağlı olan açık gözeneklerin miktarını ve boyutunu belirlemede uygulanabilir. İlâveten, akışkan emdirme veya epoksi reçinelerin kullanılması diğer fazların dağlanmasından sonra gözenekleri 3-boyutlu olarak incelemeyi mümkün kılar. Gözenek boyutu ve gözenek şekli ölçümleri için kantitatif mikroskopi kullanılması uygundur ama uygulaması zor olabilmektedir. Dolayısıyla, her bir gözeneğin algılanan boyutu yüzey diliminin oryantasyonuna bağlıdır. Dikkatli bir şekilde bir seri dilim mevcut 3-boyutlu gözenek modellerin oluşturulmasında işe yarayabilir. Gelişigüzel hazırlanan numuneyi temsil eden kesitler, gözeneklerin en büyük boyutunu yakalamada yetersiz kalabilir. Gelişigüzel hazırlanan 2-boyutlu kesitler ortalama gözenek boyutu ve yerleşme düzenini belirlemede kullanılabilir.

Sinterleme esnasında gözeneklerin boyutu ve şekli değişmektedir. Başlangıçta gözenekler şekilsizdir. Sinterleme sırasında düzgün ve kısmen silindirik ağlar oluştururlar. Kabaca %8 gözeneklilik içeren parçada silindirik gözenekler birleşerek küresel gözenekleri oluştururlar. Bu nedenle gözeneklilik gözenek yapısının tamamlanmamış ölçümüdür. Birçok farklı gözenek boyutu, şekli ve bağlanma seviyesi verilen herhangi bir gözeneklilik değerinde mevcut olabilir.

Civa gözenekölçeri açık gözenek içeren malzemelerin gözenek boyut dağılımının belirlenmesinde en uygun yöntemlerden biridir. 1nm büyüklüğündeki gözeneklerin ölçülmesine kadar uygulanabilir. Civaya uygulanan basınç ile dış yüzeyden gözenek yapısına akış gerçekleşir. Civa birçok malzemeyi ıslatamamaktadır. Uygulanan basınca karşın malzemeye giren civa miktarı gözenek boyut dağılımının ölçümünü sağlar.

Genellikle gözenek boyutu düştükçe ıslatamayan akışkanlar gözeneklere penetrasyona karşı dayanım gösterir. Civa için, birçok malzeme için kontak açısı  $130^\circ$  dir ve yüzey enerjisi yaklaşık  $0,48 \text{ J/m}^2$  dir. Yüksek kontak açısından dolayı, civa gözenek boyutuna ters ilişkili olarak gözeneklerin içine basınçla girmeye direnç gösterir. Silindirik bir gözeneği düşünürsek, civanın iletimini sağlayan P basıncı kontak açısı  $\theta$ , gözenek çapı  $d_p$  ve yüzey enerjisi  $\gamma$  ile Washburn eşitliği (6.5) ile aşağıdaki gibi orantılıdır:

$$P = \frac{-4\gamma\cos\theta}{d_p} \quad (6.5)$$

Gözenek boyutunu belirlemek için civa gözeneklilik deneyi malzemenin civayla kaplanmasıyla gerçekleşir. Önce vakum ile numunede hapsolan gazlar giderilir. Basınç uygulanarak açık gözeneklerden civanın girmesi sağlanır. Düşük basınçlarda önce iri gözenekler dolar. Uygulanan basınca karşılık kullanılan civa hacminden yola çıkarak hacimsel gözenek boyut dağılımı hesaplanır. Gözenek boyut dağılımı dataları kümülatif veya diferansiyel anlamda açıklanabilir. Doğru gözenek boyut dağılımının belirlenmesi için numune, civa ve numune tutucu için doğrulamalar yapmak gerekebilir. Şekilsiz gözeneklerin dolumu sırasındaki gecikmeler ve gözenek şeklinden gelen karmaşıklık civa girişi hakkında bilgi almada zorluk oluşturabilir. Asıl ölçümler yüksek basınç odalarında gerçekleşir. Numune kalibre edilmiş bir tüpün içine yerleştirilir ve civa hacmi basınca bağlı olarak optik veya elektriksel anlamlarda algılanır.

Gözenek şekli ve açık gözenek yüzey alanı civa gözenekölçeri ile belirlenebilir. Basıncın azaltılması esnasında gözenek şeklindeki düzensizlikler gecikmelere yol açabilir. Gecikmelerin artması silindirik gözenek şeklinden uzaklaşmışlığının göstergesidir. Homojen olmayan gözenek kesiti, civanın gözenek içine ve dışına akışını limitler. Ölçümdeki bu dezavantajlara rağmen benzer malzemelerde gözenek yapılarının kıyaslanması için civa gözenekölçer uygun bir ölçüm yöntemidir.

Düşük sinterleme sıcaklıklarında toplam gözeneklilik miktarı azalırken gözeneklerin bir araya gelmesi sonucu gözenek boyutu artmaktadır. Sinterlenmiş

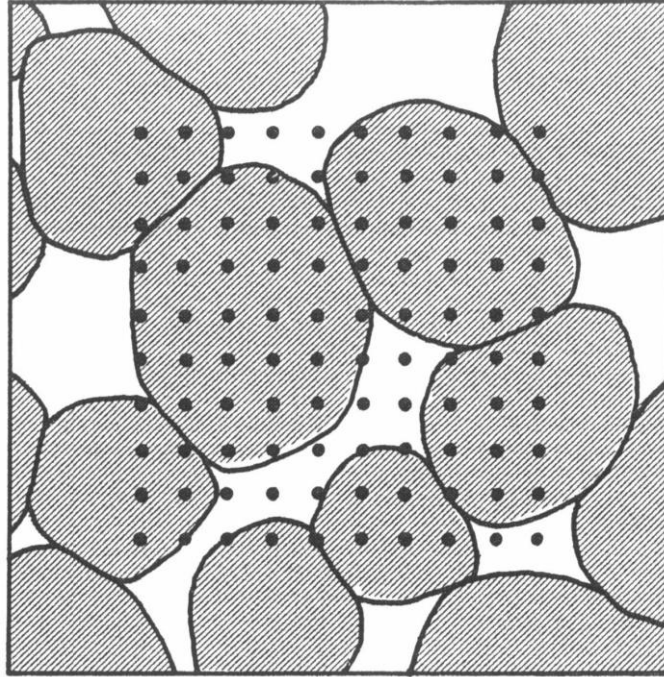
malzemelerde iki tür gözenek vardır. Açık gözenekler kompakt yüzeyinden giriş mümkündür böylelikle sinterleme atmosferi sinterleme esnasında bu gözeneklerden giriş ve çıkış yapabilir. Aksi olarak kapalı gözenekler yalıtılmıştır ve sinterleme atmosferinin girişini engellemektedir. Civa gözenekölçer sadece açık gözenekleri tayin edebilmektedir. Optik mikroskop incelemeleri açık ve kapalı gözenekleri birbirinden ayıramamaktadır. Helyum piknometre kapalı gözeneklilik miktarlarını ölçebilmektedir. Gaz adsorpsiyonu ve gaz geçirgenliği gibi diğer gözenek yapısı analiz teknikleri de yalnız açık gözenekler için uygulanabilir. Daha küçük izole olan porlar genellikle kapalı porlardır. Bazı durumlarda iki tip poru birbirinden ayrı düşünerek değerlendirmek mümkündür ama her iki por tipini de içeren toplam gözenekliliğin belirlenmesi sinterleme çalışmalarında en önemli parametredir (German, 1996).

### 6.3 Mikroyapı

Sinterlenmiş malzemelerde mikroyapı; gözenek yapısı, tane şekli, tane boyutu, tane oryantasyonu, her fazın göreceli miktarı ve fazlar arası bağlanmalar ya da kontaklar gibi parametreler ile karakterize edilir. Tane boyutu ve tane şekli sinterleme esnasında görülen genel değişimlerdir. Ayrıca, ara yüzey enerjisine bağlı kalıntı gözeneklerinde yerini içeren faz dağılımları belirlenebilir. Bileşim fazların oranını değiştirerek sinterlenmiş parçaların mikroyapısına etki etmektedir. Örneğin, göreceli olarak düşük katı seviyelerinde yapılan sıvı faz sinterlemede katı taneler küçüktür ve hemen hemen küresel şekillidir. Katı konsantrasyonu arttıkça, tane boyutu büyür, tane temasları sıklaşır ve yüksek katı konsantrasyonlarında taneler daha az küresel şekil eğiliminde olur. Sinterleme prosesinin görüntülenmesinde farklı mikroyapısal varyasyonların kantitatif olarak tanımlanması önemlidir.

Sinterleme prosesi ölçümleri mikroyapı görüntüsü oluşturulduktan sonra mümkündür. Kantitatif mikroskopi sinterlenmiş parçaların parlatılmış kesitinden bilgi toplayabilir. Bu uygulama yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Fischmeister, 1975). Ölçümlerin çoğu kolaylıkla gözlenebilen parametrelere dayanmaktadır. Örneğin, gözeneklilik gözenek alanına düşen test noktalarının kesiri ile belirlenebilir.

Şekil 6.1 test noktalarının kare gridini kullanan testi temsil etmektedir. Bu durumda toplam 100 noktanın 81'i katı üzerine düşmektedir ki bu da yapıda yaklaşık %19 gözeneklilik olduğu anlamına gelir.



**10 x 10 grid (100 nokta)**

Şekil 6.1 Kısmi sinterlenmiş kompaktta kesirli yoğunluk ve gözenekliliğin belirlenmesi için kantitatif mikroskopinin uygulandığı. Katı faza düşen test noktaları sayıları katı faza düşen test noktaları sayısını sağlar. Burada %81 yoğunluğa karşılık gelmektedir (German, 1996).

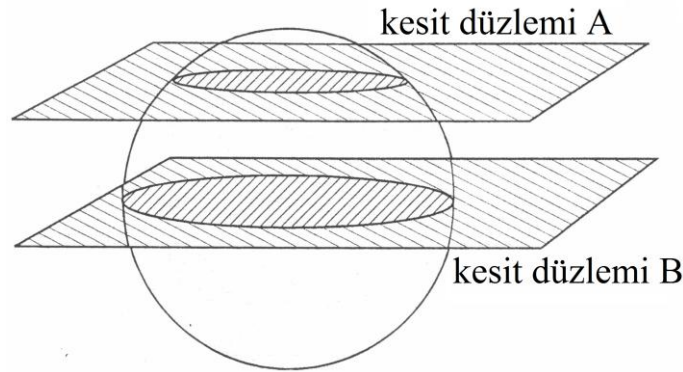
Genellikle, sinterlenmiş mikroyapıya yapılan tekrarlı ölçümlerin ortalaması gözeneklilik olarak kaydedilebilir. Sağlıklı ölçüm yapılabilmesi için numune hazırlama esnasında gözenek alanının zarar görmemesine dikkat etmek gerekir. En doğru gözeneklilik değerlerinin belirlenmesi için kantitatif mikroskopi ile elde edilen sonuçların hacim yoğunluğu ölçümleriyle elde edilen değerlerle doğrulamasını yapmak gerekir. Sıvı faz ile sinterlenmiş yapılar için sıvı faz hacmi kesri benzer prosedür ile belirlenebilir.

Parlatılmış mikroyapıdan belirlenen gözenek boyutu ve tane boyutu için rastgele kesişim, eşdeğer çember veya kuşatan çember teknikleri kullanılabilir. Rastgele

kesişim en sık kullanılandır. Eş boyutlu küreler için tane boyutu  $G$ ; test çizgisi uzunluğu  $N_L$  başına düşen kesişimlerin sayısı ve kesit alanı  $N_A$  başına düşen şekil sayısı ile Eşitlik 6.6'daki gibi tanımlanır:

$$G = \frac{4 N_L}{\pi N_A} \quad (6.6)$$

Tane boyutu ve gözenek boyutunun her ikisi de yapı içinde değişen parametrelerdir yani mikroyapıda doğal dağılım gösterirler. 2-boyutlu kesitte şeklin boyutu gerçek değerinden daha küçüktür. Bunun nedeni düzlemsel kesitin kesişmesinin rastgele olmasından kaynaklanır ve sadece en büyük çaptan kesilen alanlar için doğru neticeyi vermektedir.



Şekil 6.2 Kantitaif mikroskobide aynı küresel objeden geçen iki kesit düzleminin gösterilişi (German, 1996).

Örneğin, Şekil 6.2'de görüldüğü gibi küresel obje çember olarak gözükecektir ama gerçek boyutundan daha küçük olacaktır. Kesit düzleminin bağıl yerleşimine bağlı olarak aynı obje farklı boyutlarda ölçülebilir. Eğer gözenekler ve taneler homojen küreler olursa mikrogaf ölçümlerinden doğru sonuçlara ulaşmak mümkün olabilir. Tane boyutu ölçümünde üç farklı dağılımdan dolayı ölçümde zorluklar yaşanmaktadır: (1) doğru tane boyut dağılımı, (2) rastgele düzlemsel kesitlere bağlı olarak herhangi bir tane için görünür boyutlarındaki dağılım farklılığı ve (3) küresel tanelerin varsayımıyla yanılgıya düşüren boyut dağılımı. Ayrıca, birçok analiz tekniğinde rastgele test çizgilerin var olan tane ve gözenek boyutlarının en yüksek değerlerine denk gelmemesinden kaynaklanan eksik ölçümler. Gerçekte, tane şekli

ve gözenek şekli küresel değildir dolayısıyla doğru tane boyutu ölçümü mümkün olamamaktadır. Bu da, kesişen boyutlar üzerinde daha zahmetli çalışma gerektirir.

Ortalama kesişme boyutu  $L$ , kesirli yoğunluğun  $V_S$  birim uzunluk başına düşen kesişen tane sayısına  $N_L$  oranıdır (Eşitlik 6.7).

$$L = V_S / N_L \quad (6.7)$$

Saf bakır gibi tek fazlı yoğun malzeme için ortalama kesişen tane boyutu test çizgisi uzunluğu başına düşen tanelerin sayısı ile ters orantılıdır. Genellikle, ortalama kesişim uzunluğu tane boyutunu belirlemede yeterlidir. Fakat bazı durumlarda boyut dağılımı önemlidir dolayısıyla rastgele oryante olmuş test çizgilerini kullanarak şekil uzunluklarının çok dikkatli bir şekilde ölçülmesi gerekmektedir.

#### 6.4 Kompaktlarda Büzülme ve Genleşme

Toz kopmaktaki boyutsal değişim sinterleme esnasında sıklıkça gözlenmektedir. Birçok durumda sinterleme kayda değer boyutsal değişim göstermeden parçacıkları bağlamak için yapılırsa da çok fazla durumda büzülme yada genleşme gerçekleşmektedir. Bazı durumlarda, boyuttaki değişim %30'a kadar çıkabilmektedir. Bunun anlamı 10mm uzunluğundaki bir parça sinterleme sonrası 7mm'ye kadar düşebilir. Her eksen yönünde küçülme sinterleme sonrası hacimde başlangıç şartlarına göre daha fazla oranda azalmayla sonuçlanır. Birçok durumda istenilen nihai boyutları sağlamak için bu büzülme ve genleşmenin önüne geçecek önlemler alınmaya çalışılmaktadır. Büzülme veya genleşmenin beklendiği parçalar için imal edilen kalıplarından beklenen nihai boyutları sağlaması için kalıp daha büyük ya da daha küçük yapılmaktadır. Presleme yönü, gözenek şekli hatta yerçekimine bağlı olarak anizotropik boyutsal değişim gözlenebilir. Bazı durumlarda bir yön boyunca büzülme olurken buna dik yönde genleşme olabilir. Birçok malzeme sinterleme esnasında genleşme gösterir. Bunlar genelde sinterleme sıcaklığına ısıtma esnasında bileşiklerden birinin ergidiği veya gözeneklilik artımını oluşturacak şekilde reaksiyona giren reaktif sistemlerdir. Genleşmenin gözlemlendiği diğer bir

durum sinterlemenin son aşamalarında kapalı gözeneklere hapsolan atmosfer gazının iç gaz basıncında artışa neden olarak gözenekliliği arttırması sonucudur.

Normalde lineer boyutsal değişim  $\Delta L/L_0$  olarak tanımlanır.  $\Delta L$  başlangıç ham boyut olan  $L_0$ 'dan nihai sinter uzunluğu olan  $L_s$  arasındaki değişimdir. Eğer boyutlar sinterleme sonrası daha büyükse proses genleşme olarak tanımlanır ve  $\Delta L/L_0$  pozitif ve tam tersi durum büzülme olarak tanımlanmaktadır. Genellikle pozitif ve negatif gösterimler ihmal edilerek değer büzülme veya genleşme şeklinde tanımlanır. Boyut ölçümleri uzunluk, kalınlık veya çap şeklinde olabilir. Katı hal sinterlemenin başlangıç aşamalarında boyun boyutu ile büzülme arasında Eşitlik 6.8'deki gibi bir bağıntı oluşmaktadır (Exner & Petzow, 1975; Exner, 1979).

$$\frac{\Delta L}{L_0} = - \left( \frac{X}{D} \right)^2 \quad (6.8)$$

Büzülme negatif değer olarak tanımlanırsa elde edilen değer de negatifi gösterecektir. Hacimdeki değişim  $\Delta V/V_0$  için genel kabul izotropiktir; dolayısıyla  $\Delta L/L_0 = Y$  olan büzülme arasındaki ilişki Eşitlik 6.9'daki gibidir:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = 1 - \left( 1 - \frac{\Delta L}{L_0} \right)^3 = 1 - (1 - Y)^3 \approx 3Y = 3 \frac{\Delta L}{L_0} \quad (6.9)$$

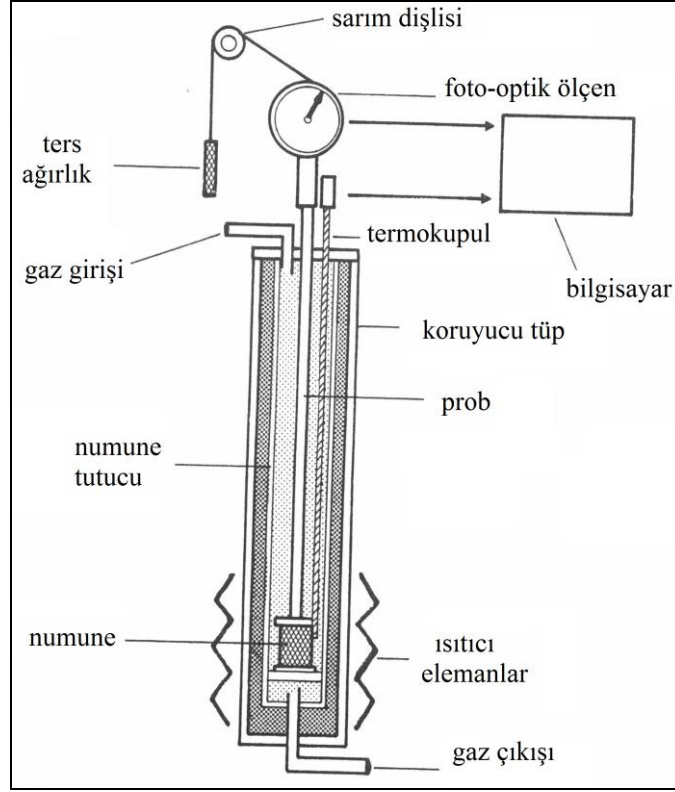
Bu yaklaşım düşük orandaki büzülmeler için geçerlidir ve hata faktörü büzülme artışıyla lineer olarak artmaktadır. Genleşme gözlenirse, boyutsal değişim ve hacimsel değişim pozitifdir. Genellikle, sinterleme esnasında kütle buharlaşan yağlayıcılar veya bağlayıcılar dışında sabit kalmaktadır dolayısıyla, sinterlenmiş kesirsel katı hacim  $V_s$  büzülmeden  $\Delta L/L_0$  ve başlangıç katı kesirsel hacim, kesirsel ham yoğunluk  $V_G$ 'den yola çıkarak Eşitlik 6.10'daki gibi tahmin edilebilir :

$$V_s = V_G / (1+Y)^3 \quad (6.10)$$

Eğer kompakt büzülürse ( $\Delta L/L_0$ , negatif) sinterlenmiş yoğunluk artar tersi durumda genleşirse ( $\Delta L/L_0$ , pozitif) yoğunlukta azalma gözlenir.



Sinterleme esnasındaki boyutsal deęişim kompaktın sinterleme öncesi ve sonrası lineer ölçüm aygıtı vasıtasıyla ölçülebilir. Sinterleme büzülmesi veya genleşmesine dayalı ölçümlerdeki fark %0,01 oranında sapmalarla mümkün olabilmektedir. Araştırma ve geliştirme faaliyetlerinde dilatometre vasıtasıyla sinterleme esnasındaki boyutsal deęişimlerin ölçümü in-situ olarak sinterleme fırınında yapılabilmektedir. Şekil 6.3 dilatometre sistemini temsil etmektedir. Toz kompakt fırın içine kalibre olmuş bir proba temasta olacak şekilde yerleştirilir. Kompakt genleşince veya büzülünce prob hareket eder ve bir sinyal oluşturur. Sinyalin kalibrasyonu boyutsal deęişim ile ilişkilendirilir. Genellikle, uygun elektronik aygıtlar vasıtasıyla uzunluk ölçümleri elde edilebilir. Bilgisayar donanımı vasıtasıyla zamana ve sıcaklığa karşı uzamadaki deęişim başlangıç boyutlarından yola çıkarak elde edilir ve büzülme ya da genleşme hesaplanabilir. Dilatometre kullanılmasının en büyük faydalarından biri hangi sıcaklık aralığında kompaktın nasıl boyutsal deęişim gösterdiğini ölçebilmesidir. Deneyler genellikle yaklaşık 10°C/dk gibi lineer ısıtma hızlarına programlanır. Dilatometrenin yapı malzemeleri maksimum sıcaklık, ısıtma hızı ve yüksek basınca göre deęişiklik gösterebilir. Dilatometre cihazı yüksek basınç altında çalışacak şekilde de dizayn edilebilir. Bu da basınç altında yapılan sinterleme proseslerinin kontrol altında tutulmasına yardımcı olmaktadır.



Şekil 6.3 Dilatometre sistemi (German, 1996)

### 6.5 Yüzey Alanı

Sinterleme esnasında yüzey alanında ciddi kayıp meydana gelmektedir (Gray, 1954). Sinterleme esnasında toz büzülme eğilimi gösterince parçacıklar arası bağ artarak yüzey alanını düşürür. Sinterlemenin ilk aşamalarında boyun boyutu oranı  $X/D$  ile yüzey alanındaki kayıp  $\Delta S/S_0$  arasında Eşitlik 6.11'deki gibi bir bağıntı vardır:

$$\Delta S/S_0 = -k_s(X/D)^m \quad (6.11)$$

$\Delta S/S_0$  yüzey alanındaki değişimin, sinterlenmemiş yüzey alanına bölümüdür (German & Munir, 1975). Büzülme esnasında yüzey alanı azalması yaşandığından dolayı elde edilecek sonuç da negatif değerli olacaktır. Buradaki  $m$  katsayısı ( $m$  ile cümle başlatılmaz), transfer mekanizmasına ve ham kompakt yoğunluğuna bağlı olarak genellikle 1,8 – 2 arasında değişmektedir. Bu katsayı yüzey difüzyonu veya buharlaşma-yoğunlaşma ve yüksek başlangıç yoğunluklarına bağlı olarak 2 değerine yaklaşmaktadır.

Yüzey alanının ölçümünde kullanılan iki ana teknik gaz adsorpsiyonu ve gaz geçirgenliğidir. Her iki teknikte açık gözenek yapısı gerektirerek gazın kompakt boyunca ilerlemesini mümkün kılmalıdır. Kantitatif mikroskopi düşük yüzey alanının veya kapalı gözenek yapısının bulunduğu kompaktlar için kullanılabilir. Birim hacim başına düşen yüzey alanı, test çizgi uzunluğu başına düşen gözenek yüzey kesişim sayılarının belirlenmesi ile gerçekleştirilebilir.

Gaz adsorpsiyonu vakum veya inert gaz ile temizlenmiş toz yüzeyinde başlar. Ölçümler kısmi basınca karşı yüzeyde adsorblanan gaz miktarının belirlenmesi ile yapılmaktadır. Brunauer, Emmett ve Teller'in 1938 yılında geliştirdiği BET spesifik yüzey alanı ölçümleri ile bu ölçümler yapılabilir.

Geçirgenliğe dayanan yüzey alanı ölçümlerinin uygulanabilirliği kolaydır. Kısmen sinterlenmiş toz kompakt bilinen akışkan hızının ve basınç azalmasının ölçülmesiyle geçirgenlik değerleri ölçülebilir. Teknik, genellikle yüksek yüzey alanına sahip kompaktlara uygulanmaktadır. Gözeneklilik ve teorik yoğunluklar kullanılarak Eşitlik 6.12'den yüzey alanı hesaplanabilir (Prochazka & Coble, 1970):

$$S = \frac{1}{\rho_m} \left[ \frac{V^3 P}{5\alpha(1-V_p)^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6.12)$$

$\rho_m$  malzemenin teorik yoğunluğu,  $V_p$  toplam hacimdeki kesirsel boşluk alanı ve  $\alpha$  geçirgenlik katsayısıdır.

Son olarak mikroskoba bağlı ölçüm tekniklerinde test çizgisi uzunluğu  $N_L$  başına düşen gözenek-katı kesişim sayısı ile birim hacme düşen yüzey alanı  $S$ , Eşitlik 6.13'den kesirsel katı yoğunluğu  $V_s$  ile orantılanarak ölçülebilir:

$$S_v = 2N_L/V_s \quad (6.13)$$

Mikroskop tekniđi düşük yzney alanına sahip rnekler iwin uygunken gaz adsorbsiyon ve gaz geiwirgenlik, yzney alanı dwtwtkwe hatalı rlwmlere neden olmaktadır.

Yzney alanı sinterleme hızını ve mekanizmasını etkilemektedir. Kwtle veya hacme bađlı olarak tanımlanabilir. Yzney alanı civa gizenekrler rlwmleri ile de hesaplanabilmektedir (Brakel, Modry ve Svata, 1981). Yzney alanı, yzney enerjisi ve temas aawısına dayanan ıslatmayan civanın gizeneklerin iwine ywnlendirilmesi ile gerwekwstirilir. Dolayısıyla, civa gizenekrler verileri gizenek boyutu, gizenek şekli ve yzney alanına dwnrk bilgilerin elde edilmesini sađlamaktadır.

## 6.6 Mekanik rzelliklerin Belirlenmesi

Mekanik rzellikler birwok sinterlenmiw malzeme iwin rnemlidir ve sinterleme prosesinin optimizasyonu iwin kullanılabilir. Gizenekler kesit alanını dwtwreterek mukavemeti olumsuz ywnde etkiler. Gizenek miktarlarının azaltılması ywksek mukavemet ve diđer mekanik rzelliklerin elde edilmesi iwin gereklidir.

Sinterlenmiw malzemelerdeki boyun boyu veya kesirsel yođunluđa bađlı mukavemet deđiwiimi birwok modelle izah edilmeye walıwmıwtır (Bockstiegel, 1956). İlk yaklawım olarak gizenekler, ywk taawıyan kesit alanını azaltarak mukavemeti dwtwrmektedir. Kesit alanını daraltmasının dıwında gizenekler parwacıklar arası sinter bađının boyutunda gerilme konsantrasyonunu deđiwtirerek mukavemeti belirler. Dwtwrek yođunluklarda parwacıklar arası sinter bađı mukavemeti belirler. Ywksek yođunluklarda ise mukavemet gizenek yapısına ve parwacık sınırlarına karmawık bir şekilde bađlıdır. Mukavemet sinterlemedeki baawarının bir rlwwmr olmasına karwın, sinterlemeye bađlı olmayan birwok diđer faktre bađlıdır. rneđin, akma dayanımı alaawım katkılarına, emprwte seviyelerine, watlaklara, tane boyutuna, homojenliđe ve gizenek karakteristiđine gre deđiwebilir. Dolayısıyla, sinterleme wartlarına bađlı elde edilen mukavemet bilgisi faydalıdır ama genellikle mukavemeti hangi faktwrn etkilediđi bilinmemektedir.

Mikroyapısal problemlerin dışında sinterlenmiş mukavemet kesirsel yoğunluk ile aşağıdaki Eşitlik 6.14 gibi ilişkilendirilebilir :

$$\sigma = \sigma_0 K V_s^m \quad (6.14)$$

Bu eşitlikte  $\sigma$  mukavemettir,  $\sigma_0$  aynı malzemenin dövme (wrought) mukavemetidir, K gerilme konsantrasyon faktörü gibi geometrik ve proses sabitidir, m yoğunluğa bağlı eksponansiyel ifadedir ve  $V_s$  kesirsel yoğunluktur. Genellikle eksponansiyel m; 3-6 arasında değişmektedir fakat m ve K gözenek morfolojisinden etkilenebilmektedir.

Sinterlenmiş malzemelerde, gözenek şekli düzensizleştikçe mukavemet düşer; onun için daha küçük küresel gözenekler istenir. İstenen gözenek konfigürasyonunu sağlamak proses şartlarına bağlıdır. Genellikle, sinterleme derecesini arttıran durumlar mekanik özellikler için tercih edilmektedir. Statik mekanik özelliklerle kıyaslandığında yorulma ve darbe dayanımı gibi dinamik özelliklere ve sünek malzemelere kıyasla kırılğan malzemelere gözenekliliğin olumsuz etkisi daha fazladır.

Toplam gözenek hacminin yanı sıra gözenek morfolojisi de mekanik özellikleri olumsuz etkilemektedir. Bunu gözeneklerin şekli ve boyut dağılımı etkilemektedir. Aynı toplam gözenek hacmi için birçok küçük gözenek daha iri gözeneklere kıyasla daha az zararlıdır.

Benzer şekilde, yüksek sıcaklık sinterlemelerinde oluşan yuvarlaklaşmış gözenekler mekanik özelliklere keskin, şekilsiz gözeneklere nazaran daha az olumsuz etki etmektedir. Keskin, şekilsiz gözeneklerin olumsuz etkisi statik mekanik özelliklere kıyasla dinamik özelliklerde daha hissedilir olmaktadır. Keskin, şekilsiz gözenek yüzeyleri gerilme konsantrasyon noktaları oluşturmakta ve çatlak ilerlemesi için potansiyel oluşturmaktadır.

Gözeneklerdeki gerilme konsantrasyonun mekanik özelliklere olumsuz etkisi yoğunluğun etkisinden daha fazla dikkat çekmektedir. Gerilme konsantrasyon etkisi sünekliğe bağlı olarak malzemeden malzemeye de farklılık göstermektedir. Bu farklılığın nedeni, sünek malzemelerin, gerilme noktalarında meydana gelen plastik deformasyon ile gerilme konsantrasyonunu daha iyi absorblamasındandır. (Klar & Samal, 2007).

Birçok araştırmacı TM malzemelerin akma dayanımı ile yoğunluğu arasında eşitlikler önermişlerdir. Salak & Miscovic (1974), sinterlenmiş demir için yapılan çok fazla deney sonuçlarını kullanarak Ryshkievich tarafından önerilen formülle çakıştırabilmişlerdir. Ryshkievich'in formülü Eşitlik 6.15'e göre şöyledir :

$$\sigma = \sigma_0 e^{-kp} \quad (6.15)$$

$k$  prosese ve deneysel verilere bağlı katsayı. Sinterlenmiş demirde  $\sigma_0=443$  MPa için 0,043 değerindedir.

Elastik modülü, Poisson oranı, yorulma ömrü ve kırılma tokluğunu içeren tüm mekanik özellikler, sinterlenmiş yoğunluğa ve mikroyapıya bağlıdır (Haynes, 1981). Elastik modülü  $E$ , tahribatsız yolla ölçülebilir. Elastik modülü, kesirsel yoğunluk üssel kuvvetiyle Eşitlik 6.16'daki gibi değişiklik gösterebilir.

$$E = E_0 V_s^Z \quad (6.16)$$

Burada  $E_0$  tam yoğunluk elastik modülüdür ve  $V_s$  kesirli katı yoğunluktur.  $Z$  üsteli gözenek yapısına bağlı olarak 0,3-4 arasında değişir. Örneğin, sinterlenmiş çelikte %100 yoğunlukta elastik modülü 207 GPa'dır fakat %90 yoğunlukta %30 azalarak 147 GPa değerine düşer ve %80 yoğunlukta 89 GPa'dır. Bu durumda  $Z$  üsteli yaklaşık olarak 3,4'tür.

Poisson oranı ( $\nu$ ) da kesirsel yoğunluğa bağlıdır. Darbe mukavemeti, kırılma tokluğu ve yorulma mukavemeti gibi dinamik mekanik özelliklerde sinterlenmiş

yoğunluğa ve mikroyapıya göre farklılık göstermektedir. Düşük sinterlenmiş yoğunluklar da yorulma davranışı eşitlik 6.14'e benzer ilgi gösterir. Yüksek sinterlenmiş yoğunluklar da ise gözenek boyutu ve yerleşimini içeren mikroyapıya dayanmaktadır. Gelişen çatlakların önündeki plastik bölge gözenek boyutunun yanında ise gözenekler yorulma çatlak ilerlemesini önleyemez ve ani gelişen hasarlar meydana gelir. Benzer durumlar da mikroyapı bilgisini gerektiren özellikler ve sinterleme arasında bağlantı kurar.

### **6.7 Kompaktlarda Homojenizasyon ve Reaksiyonlar**

Tozların karışımında karmaşık bir kimyaya sahip sinterlenmiş malzemeler oluşturulması genel bir durumdur. Bu yolla sinterlenmiş metalik malzemelere bronz, çelik ve birçok kompozit örnek verilebilir. Diferansiyel termal analiz yöntemi kullanarak sinterleme esnasındaki reaksiyonlar tahmin edilebilir. Benzer şekilde dilatometre ile boyutlardaki ani değişikliklerden yola çıkarak reaksiyonlar tespit edilebilir. Reaksiyonları belirlemek için uygulanabilir diğer teknik de X-ışın difraksiyonu ile oluşan fazların analizidir.

Sonuç olarak, sinterleme esnasındaki reaksiyonlar proses atmosferi kullanarak da gözlemlenebilir. Bu yeni bir inceleme alanıdır ama sonuçlar göstermektedir ki basınç ve gaz bileşimi sinterleme esnasındaki kapalı gözeneklerin ve önemli kimyasal reaksiyonların belirlenmesine olanak sağlar.

### **6.8 Bölüm Özeti**

Bu bölümde, Tablo 6.1'de özetlendiği gibi sinterlemeyi takip edebilmek için farklı parametre ve teknikler anlatılmaya çalışılmıştır. Açık olan şudur ki sinterleme esnasında her şey değişmektedir. Genellikle sinterleme için tek bir metotla ölçüm yapmak yetersizdir. Yoğunlaşma, mikroyapı ve reaksiyonlar için detaylı inceleme yapmak gerekmektedir.

Önemli ölçümler tane boyutu, boyun boyutu veya gözenek boyutu gibi mikroyapısal parametreleri; yoğunluk, elektriksel iletkenlik veya manyetik geçirgenlik gibi hacimsel parametreleri; sertlik, mukavemet veya elastik modülü gibi mekanik özellikleri anlamayı sağlar. Yüzey alanı ve büzülme parametrelerinin mikroyapısal parametrelerle kombinasyonu ile çok daha faydalı bilgiler edinmek mümkündür. Kinetik datalar arasında yaklaşım yapmak sinterleme prosesinin ayrıntılarına ve toz kompaktın başlangıç koşullarına bağlıdır. Bu yüzden iyi bir sinterleme pratiği başlangıç tozun ve kompakt şartlarının doğru bir şekilde anlaşılmasıyla başlar.

Tablo 6.1 Sinterleme çalışmalarında parametreler ve ölçüm teknikleri (German, 1996)

Parametre	Ölçüm tekniği
Yoğunluk ve gözeneklilik	Boyutlar ve ağırlık, su emdirme ile Archimedes X-ışını, gama ışını, nötron absorblama Kantitatif mikroskopi Helyum piknometre Ultrasonik sönümlenme
Gözenek boyutu	Kantitatif mikroskopi Baloncuk noktası Civa gözenekölçeri Küçük açılı nötron saçılımı
Tane boyutu	Kantitatif mikroskopi
Boyun boyutu	Kantitatif mikroskopi
Büzülme ve ya genleşme	Lineer boyutlar Dilatometre
Yüzey alanı	Gaz adsorpsiyonu Civa gözenekölçeri Gaz geçirgenliği Kantitatif mikroskopi
Termal, elektriksel, manyetik	Diferansiyel Termal Analiz (DTA) İletkenlik, eddy akımı Termogravimetrik analiz (TGA) Manyetik geçirgenlik
Mekanik ilgi	Kopma veya kırılma mukavemeti Çekme veya akma mukavemeti Sertlik Elastik modülü Titreşimli frekans veya sonik hız Kırılma tokluğu, darbe enerjisi
Reaksiyonlar ve homojenizasyon	X-ışını difraksiyonu Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Mikroprob veya elektron mikroskobu Kütle spektroskopisi Termogravimetrik analiz (TGA)



## BÖLÜM YEDİ

### DENEYSEL ÇALIŞMALAR VE BULGULAR

#### 7.1 Giriş

TM üretim tekniklerinde en önemli aşamalardan biri sinterlemedir. Kompaktın nihai yoğunluğu ve dayanımının elde edildiği bu aşama günümüzde geleneksel olarak elektrik rezistanslı fırınlarda gerçekleşmektedir. Bu üretim tekniğine alternatif olarak son yıllarda toz metal kompaktlarla mikrodalga enerjisinin etkileşimi sonucu gerçekleşen sinterleme sonucunda daha iyi özellikler belirlenmiştir. Bu tez kapsamında toz metal kompaktların mikrodalga ile etkileşimi ve geleneksel yöntemle kıyaslanması üzerine odaklanılmıştır. Bu yeni yöntemin TM üzerindeki etkilerini araştırmak için demir ve alaşımları seçilmiştir çünkü tüm mühendislik malzemelerinde çelik günümüzün en çok tercih edilenleri arasındadır temel bileşeni demirdir. Bu nedenle deneysel çalışmalara ticari saflıkta demir tozlarından başlanılmıştır. Ticari saflıkta demir tozları ve düşük alaşımlı bileşenlerinden oluşan kompaktlar endüstriyel olarak 1120°C'de sinterlenmektedir. Bu sıcaklığı daha yüksek noktalara çıkarmak mümkündür fakat endüstriyel alanda üretim maliyetlerini arttırdığından dolayı çoğu uygulamada bu sıcaklık kullanılmaktadır. Bu nedenle deneysel çalışmalarda demir alaşımlarına da dönük olarak seçilecek sinterleme sıcaklığı optimizasyonu için 3-nokta eğme numunesi ebatlarında preslenen ticari saflıkta demir kompaktlar 1100-1250°C sıcaklık aralığında sinterlenmiştir. TM'ne demir tozuyla başlanılmakta fakat diğer tozlar demirle karıştırılarak sinterleme esnasında çelik ya da demir alaşımları oluşmaktadır. Dolayısıyla ferro TM, demirle başlamakta fakat çelikle sonlanmaktadır. Sinterlenmiş düşük alaşımlı çeliklerde çok az miktarda bakır katkısıyla bile çeliğin mukavemeti çok artmaktadır. Yeralan atomları şeklinde demir kristaline yerleşen bakır atomları kristalin mukavemetinin artmasını sağlamaktadır. Sinterleme sırasında bakır miktarına bağlı olarak boyutsal değişim gözlenmektedir. Bu etkisinden yola çıkarak demir kompaktların sinterleme esnasındaki büzülmesini kompanse etmek için %1-2,5 oranında bakır ilavesi sıklıkla kullanılmaktadır. Bakır demir içinde farklı sıcaklıklarda farklı oranlarda

çözünmektedir. Çözünürlük limitinin üzerindeki bakır ise demirin sinterleme sıcaklığının altında ergidiğinden dolayı sıvı faz sinterlemeye neden olarak sinterleme mekanizmasını değiştirmekte buna bağlı olarak nihai mekanik özellikler değişmektedir. Bu kapsamda ticari saflıkta demir kompaktların sinterleme sıcaklığı optimizasyonundan sonra Fe tozları Fe-Cu ikili faz diyagramında seçilen sinterleme sıcaklığında bakırın demir içinde çözünürlük limitinin biraz üzerindeki Cu oranına kadar farklı oranlarda bakır katkısı ile karıştırılarak geleneksel ve mikrodalga enerjisi ile sinterlenerek iki tekniğin üstünlükleri kıyaslanmıştır. Bir sonraki aşama da ticari saflıkta Cu katkısına alternatif olabilecek Fe-bronz kompaktlar üzerine yoğunlaşmıştır çünkü, saf kalay demire düşük ergime noktası katkısı sağlamaktadır. Kalay ferritin hacim merkezli kübik yapısını kararlı kılmaktadır; bu da alaşım elementlerin difüzyonunu arttıran ve ayrıca sinterlenme hızının nispeten artmasını sağlayan bir durumdur. Dolayısıyla, kalayın bu özelliğinden yola çıkarak yapılan deneysel çalışmalarda, demiri bakır-kalay alaşımı olan bronz ile alaşımlandırma çalışmaları yapılarak aynı oranda ticari saflıkta bakır ile alaşımlandırılmış demir kompaktlar ile mukayeseye gidilmiştir. Bu kompaktlara da mikrodalga ile sinterleme yöntemi uygulanarak geleneksel yolla sinterlenen numunelerle kıyaslanmıştır. Deneysel çalışmaların son aşamasında ön alaşımlandırılmış 316L paslanmaz çelik tozlarına farklı sıkıştırma basıncının etkisi ve bu tozların bakır ve bronz ile alaşımlandırılması ile gerek geleneksel gerek mikrodalga enerjisi ile sinterleme çalışmaları yürütülmüş ve elde edilen sonuçlar mukayese edilmiştir.

## **7.2 Kullanılan Hammaddeler**

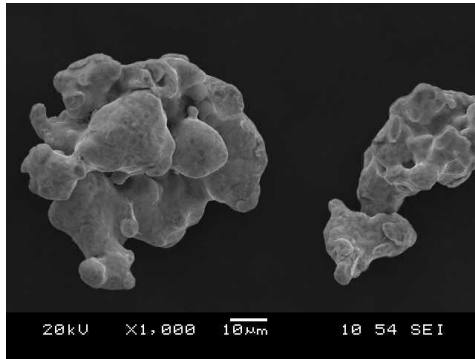
### ***7.2.1 Kullanılan Metal Ve Alaşım Tozları***

Deneysel çalışmalarda kullanılan demir (Fe), bakır (Cu), bronz (Cu-Sn) ve 316L kalite paslanmaz çelik tozların parçacık boyut dağılım analiz sonuçları, atomizasyon yöntemi, üretici firma bilgileri Tablo 7.1'de verilmiştir. Parçacık boyut dağılım analizi Malvern Mastersizer 2000 model cihaz ile belirlenmiştir. Parçacık boyutları seçiminde ticari olarak kullanılan demir ve paslanmaz çelik parçacık boyutundan daha küçük bakır ve bronz parçacıkları seçilerek bu katkıların daha homojen bir

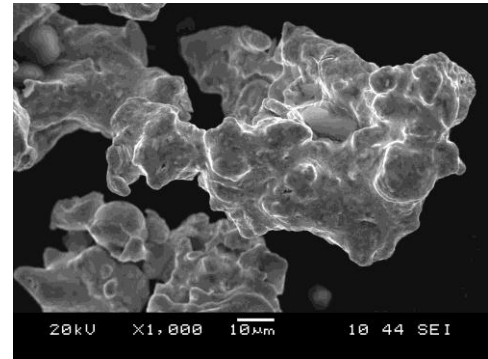
şekilde matris içinde dağılımı hedeflenmiştir. Kullanılan metal tozların morfolojik görüntüleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiş olup Şekil 7.1’de verilmiştir. Bu görüntülerde su atomize demir, paslanmaz çelik ve bakır tozunun şekilsiz bir görünümde olduğu; gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş Cu ve bronz tozların daha çok küresel görünümde olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 7.2’de ise bronz tozunda yapılan EDS analiz sonucunda tozun %85Cu-%15Sn bileşiminden oluştuğu belirlenmiştir.

Tablo 7.1 Kullanılan metal tozlar ve özellikleri

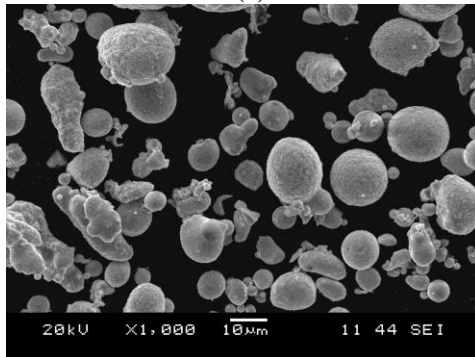
Metal tozu	Parçacık boyut dağılımı ( $\mu\text{m}$ )			Atomizasyon yöntemi	Ağırlıkça % Bileşim	Üretici firma
	d10	d50	d90			
Fe	35	87	164	Su	< 0,01C, kalan Fe, H <sub>2</sub> kaybı 0,11	Höganäs, SE
316L	26	72	151	Su	17 Cr, 2 Mo, 0,9 Si, 13,2 Ni, 0,1 Mn, 0,026 C, kalan Fe	Höganäs, SE
Cu	12	32	70	Gaz	0,01 Fe, 0,02 Pb, 0,01 Al, kalan Cu	Sentes-Bir, TR
Cu	10	32	71	Su	0,01 Fe, 0,02 Pb, 0,025 Al, kalan Cu	Sentes-Bir, TR
Bronz	8	21	60	Gaz	14,6 Sn, 0,049 P, 0,018 Sb, kalan Cu	Sentes-Bir, TR



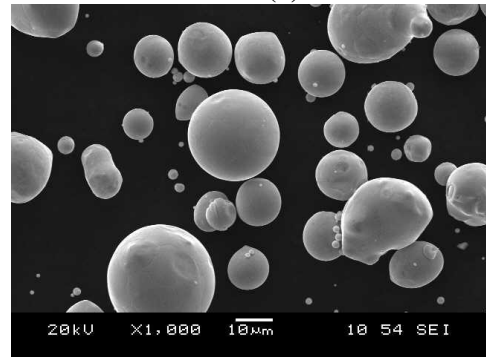
(a)



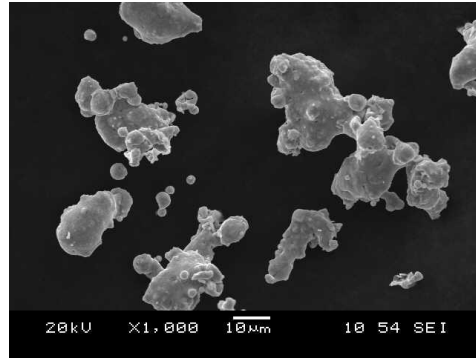
(b)



(c)



(d)



(e)

Şekil 7.1 (a) su atomize demir, (b) su atomize 316L, (c) gaz atomize bronz, (d) gaz atomize bakır, (e) su atomize bakır tozların SEM görüntüleri

Component	Mole Conc.	Conc.		
Cu	90.961	84.343	wt.%	
Sn	9.039	15.657	wt.%	
	100.000	100.000	wt.%	Total

Elt.	Line	Intensity (cps)	Error 2-sig	Conc	
Cu	Ka	98.65	8.827	84.343	wt.%
Sn	La	18.12	3.783	15.657	wt.%
				100.000	wt.%
					Total

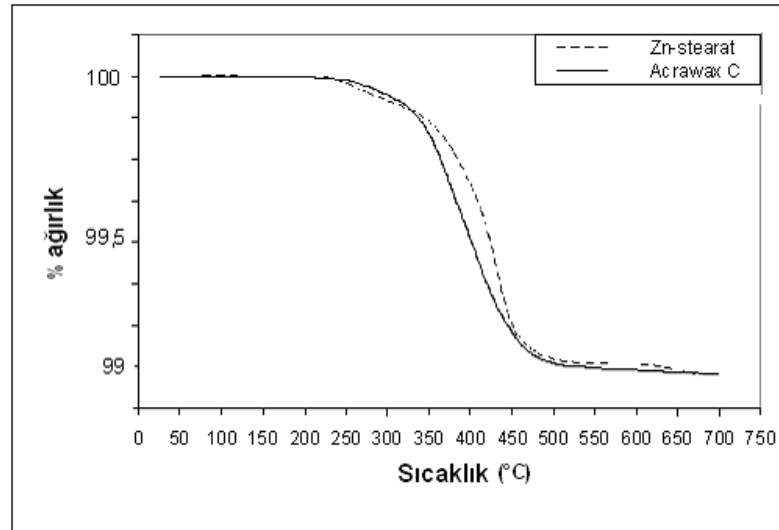
kV	20.0
Takeoff Angle	35.0°
Elapsed Livetime	5.1

Şekil 7.2 Bronz tozda yapılan EDS analizi sonucu

### 7.2.2 Yağlayıcı Seçimi

Yağlayıcılar, metal tozların kalıp içinde sıkıştırılabilirliğini dolayısıyla ham ve nihai kompaktların yoğunluk ve mukavemet değerlerini etkilemektedir. Ayrıca, tozların sıkıştırılması aşamasında kalıbın iç duvarlarının aşınmasını minimize ederek kalıp ömrünü artırmaktadır. Bu kapsamda öncelikle, ticari saflıkta demir tozlarda iki farklı türde yağlayıcı kullanılmıştır. Demir esaslı kompaktlarda çinko-stearat ticarileşmiş bir yağlayıcı olarak kullanılmaktadır. Ön sinterleme aşamasında kompaktan yağlayıcının uzaklaştırılması gerçekleşmektedir. Bu yağlayıcının dezavantajlarından biri bileşenindeki %15 oranındaki çinkonun kompaktan uzaklaştırılmaması sonucu üretilen parçanın saflığını ve sinterleme davranışını değiştirmesidir. Alternatif yağlayıcı olarak aynı atmosfer şartlarında kompakt içinde safsızlık bırakmadan uzaklaşabilen Acrawax C ticari isimli yağlayıcı ile de

çalışmalar yürütülmüştür. Ticari saflıkta Fe, Fe-Cu ve Fe-bronz karışım tozlara ağırlıkça %1 oranında yağlayıcı ilavesi yapılmıştır. Paslanmaz çelik tozlar ise ticari olarak %1 Acrawax ile ön karıştırılmış olarak temin edilmiştir. Yağlayıcı belli sıcaklıkta bozunarak parçalanmakta ve C-O-H bileşiminden oluşan gaz formunda kompaktı terk etmektedir. Bu aşama sinterleme esnasında önemli bir kademedir. Bu sürecin yavaş geçilmesi mümkünse yağlayıcının parçalanma sıcaklığında belli bir süre beklenerek oluşan gazların kompaktta iç basınç yaratmadan, parçayı zarara uğratmadan terk etmesini sağlamaktadır. Böylelikle kompaktı tamamen terk etmeyen gaz fazındaki karbon bileşiklerinin yüksek sıcaklıklarda kompaktta karbür oluşturması da engellenebilmektedir. Çinko-stearat ve Acrawax C yağlayıcıların yapıyı terk ettiği sıcaklığın belirlenebilmesi için Shimadzu marka DTG-60H model termogravimetrik analiz (TGA) cihazı kullanılmıştır. Şekil 7.2’de yapılan TGA analizi görülmektedir. %1 oranında katılması ile oluşturulmuş demir kompaktta yapılan analiz sonucuna göre her iki yağlayıcının da bozunması birbirine benzerlik göstermektedir. Her iki yağlayıcının bozunması yaklaşık 250 °C’de başlamakta ve yaklaşık 600 °C’de tamamlanmaktadır. Bu nedenle sinterleme prosesinde tüm kompaktların ısıtılması esnasında 600 °C’de 15 dakika bekleme adımı uygulanarak yağlayıcıların yapıyı sağlıklı bir şekilde terk etmesi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 7.2 Yağlayıcıların TGA analizi.

### 7.3 Metal Tozların Karıştırılması

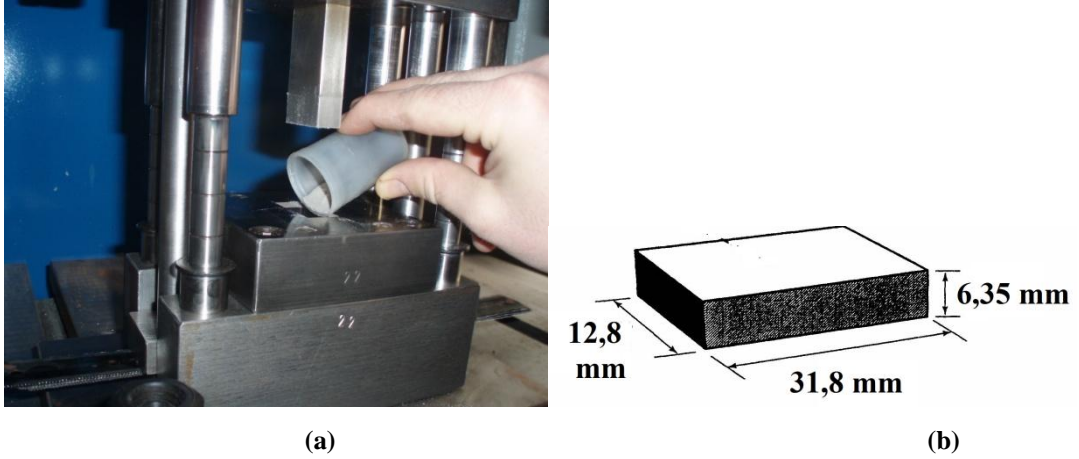
Deneysel çalışmaların tümünde Şekil 7.3'deki V-tipi karıştırıcı kullanılmıştır. Ağırlıkça %1 yağlayıcı katkılı ticari saflıkta demir tozları, farklı oranlarda bakır ve bronz içeren demir toz karışımları ve ağırlıkça %1 yağlayıcı içeren farklı oranlarda Cu veya bronz katkılı 316L kalite paslanmaz çelik tozları 15 devir/dk çevrim ile 30 dakika süre ile karıştırılarak katkıların demir ve paslanmaz çelik matriste homojen olarak dağılımı hedeflenmiştir.



Şekil 7.3 Deneysel çalışmalarda kullanılan V-tipi karıştırıcı

### 7.4 Tozların Sıkıştırılması

Metal tozların sıkıştırılması tek eksenli 100 tonluk Dirinler marka hidrolik preste gerçekleştirilmiştir. ASTM standardına göre 3-nokta eğme (transverse rupture strength) numunesini temsil eden Şekil 7.4'deki kompakt boyutlarını sağlayan kalıp boşluğunda sıkıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %1 yağlayıcı içeren ticari saflıkta Fe, Fe-Cu ve Fe-bronz toz karışımları 600 MPa basınç altında; ağırlıkça %1 yağlayıcı içeren katkısız 316L paslanmaz çelik tozları 600, 750 ve 900 MPa basınç altında ve 316L-Cu ve 316L-bronz karışım tozları ise 750 MPa basınç altında kompaktlaştırılmıştır. Her bir bileşimi temsilen beşer adet numune hem geleneksel sinterleme için hem de mikrodalga sinterleme için preslenmiştir.



Şekil 7.4 (a) Metal tozların kalıpta sıkıştırılması ve (b) sıkıştırılmış kompaktın şematik gösterimi

### 7.5 Deney Parametrelerinin Seçimi

Sinterleme mekanizmasını kimyasal bileşen, sıcaklık, süre, fırın atmosferi, ısı işlem, ısınma ve soğuma hızları etkileyebilmektedir. Ayrıca sinterlenecek parçaların oluşturulmasında kullanılan tozların şekil, büyüklük ve dağılımı, tozları karıştırma ve şekillendirme parametrelerine bağlı olarak aynı sinterleme şartlarında farklı özelliklerde oluşabilir. Demir esaslı TM ürünlerin mekanik özelliklerine üretim yöntemlerinin etkisini araştırmaya dönük olarak yürütülen çalışmalarda öncelikle alaşımsız demir kompaktların sinterleme sıcaklığını optimize etmek için farklı sinterleme sıcaklıklarında hem geleneksel hem de mikrodalga enerjisi ile çalışmalara başlanmıştır. Bu optimizasyon çalışmasından sonra seçilen sinterleme sıcaklığında sinterlenmek üzere demir tozları, Fe-Cu ikili faz diyagramına göre bakırın demir içinde çözünebilirlik sınırına kadar farklı oranlarda bakır tozları ile karıştırılarak sinterleme çalışmaları yürütülmüştür. Diğer taraftan daha düşük ergime sıcaklığına sahip ağırlıkça %15 Sn içeren bronz alaşımı tozlarda ağırlıkça %4 oranına kadar Fe tozları ile karıştırılıp sinterlenmeye etkisi araştırılmıştır. Ayrıca 316L paslanmaz çelik esaslı kompaktlara dönük olarak da sinterleme çalışmaları yürütülmüştür.

### 7.6 Sıkıştırılmış Kompaktların Sinterlenmesi

Sıkıştırılmış Fe esaslı ve 316L esaslı kompaktların sinterlenmesi geleneksel ve mikrodalga sinterleme teknikleriyle gerçekleştirilmiştir.

### 7.6.1 Geleneksel Yolla Sinterleme

3-nokta eğme numunesi ebatlarında (6,35x12.8x31.8 mm) hazırlanan tüm kompaktlaşmış toz karışımları Protherm marka tüp fırında geleneksel yolla sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi için Şekil 7.5'te görüldüğü gibi numuneler kuvars tüp içine yerleştirilmiştir. Her sinterleme öncesi kuvars tüp 30 dakika boyunca %90 N<sub>2</sub>-%10 H<sub>2</sub> karışımı gaz ile temizlendikten sonra aynı atmosfer altında 10°C/dk ısıtma rejimi ile sinterleme sıcaklığına ısıtılıp, bu sıcaklıkta 30 dakika boyunca sinterlenmiştir. Isıtma esnasındaki sıcaklık ölçümlerini kuvars tüpün merkezine yakın bir bölgeden termokupul ile yapmaktadır. Sinterleme işlemi bittikten sonra fırın kendi soğuma rejiminde soğumaya bırakılmış olup soğuma esnasında da koruyucu gaz geçişi devam etmiştir.



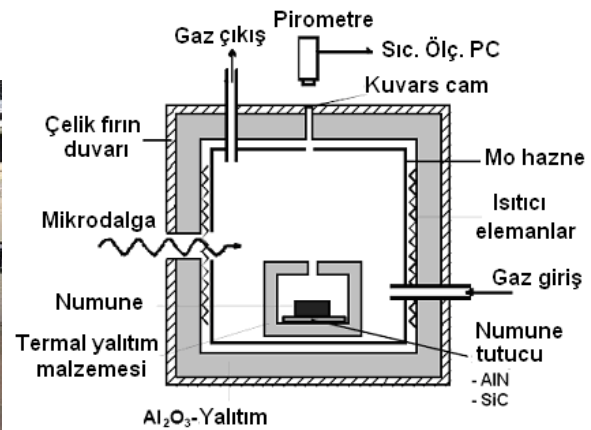
Şekil 7.5 Protherm marka tüp fırın ve sinterleme düzeneği

### 7.6.2 Mikrodalga Enerjisi İle Sinterleme

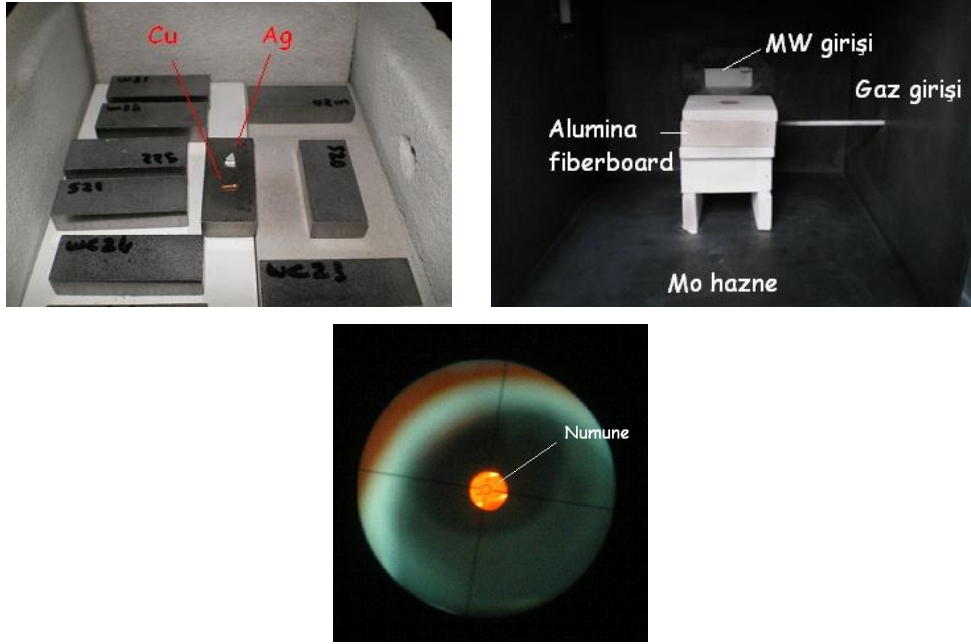
Mikrodalga enerjisi ile sinterleme Malzeme İşleme Bölümü, Bayreuth Üniversitesi, Almanya'da kutu tipi "Hot Wall Resonator" olarak adlandırılan Şekil 7.6'da şematik olarak görülen molibden hazneli fırında gerçekleştirilmiştir. Mikrodalga fırın maksimum 9 kW çıkış gücünde ve 2.45 GHz frekansında olup mikrodalga enerjisi 2 dikdörtgen dalga kılavuzundan fırın içine beslenebilmektedir. Fırın aynı zamanda molibden hazne dışına yerleştirilmiş elektrik dirençli ısıtıcılar



aracılığı ile de geleneksel ısıtma imkanına sahiptir. Fırın, geleneksel ve mikrodalga yöntemlerinin birarada kullanılabilme olanağını sağlayacak şekilde tasarlanmıştır. Fırın düzeneğine bağlı olan vakum sistemi ile Mo iç haznede  $10^{-3}$  mbar mertebelerine kadar vakum altına alınabilmektedir. Sinterleme öncesi tüm numuneler  $150^{\circ}\text{C}$ 'de fırın yalıtım malzemelerinin nemini gidermek için bekletilmiş olup mikrodalga enerjisi devreye sokulmadan önce  $10^{-3}$  mbar mertebesine kadar vakumlanıp %90  $\text{N}_2$ -%10  $\text{H}_2$  atmosferi altında sinterleme işlemleri yürütülmüştür. Numuneler mikrodalga geçirgen termal yalıtım malzemesinin içinde  $0,2 \text{ m}^3$  hacime sahip Mo haznenin içine Şekil 7.6'daki gibi yerleştirilmiştir. SiC plakanın üzerine yerleştirilen AlN plaka numune altlığı olarak kullanılmıştır. SiC plaka mikrodalga absorblayıcı özelliği ile destek ısı elemanı olarak kullanılmıştır. AlN ise iyi ısıl geçirgenliği özelliği ile SiC plakadan aldığı ısıyı numuneye iletmek ve SiC ile numune arasında oluşması muhtemelen arkların önüne geçmek için kullanılmıştır. Mikrodalga ile sinterleme esnasındaki sıcaklık ölçümleri numune yüzeyine odaklanmış pirometre (Keller PZ20 AF1,  $200\text{-}2000^{\circ}\text{C}$ ) ile yapılmıştır. Mikrodalga sinterleme esnasında pirometrenin emisivite değeri 0,55 olarak seçilmiştir. Pirometre ile ölçümün alındığı referans numunenin üzerine yerleştirilen ergime sıcaklığı belli bakır (Cu) ve gümüş (Ag) parçaların ergime noktasında fırın üst gözetleme penceresinden yapılan izleme sonucu pirometreden okunan değer ile emisivite doğrulaması yapılarak gerçek sıcaklık belirlenmiştir. Şekil 7.7'de numunelerin fırın içine nasıl yerleştirildiği ve pirometre merkezindeki merceklerle numune yüzeyinin ısınma esnasında nasıl gözlemlendiği görülmektedir.



Şekil 7.6 Mikrodalga fırını ve sinterleme düzeneğinin şematik gösterimi



Şekil 7.7 Numunelerin mikrodalga fırın içine yerleşimi

## 7.7 Sinterlenmiş Kompaktların Karakterizasyonu

### 7.7.1 Fiziksel Değişimler

Her bir parametreyi temsil eden üçer adet numunenin sinterleme öncesi ve sonrası boyut ölçümleri 1 mikrometre hassasiyetinde kumpas ile yapılmıştır. Aşağıdaki formül hacimsel değişimler belirlenmiştir.

$$\% \text{ hacim değişimi} = 100 \cdot (V_1 - V_0) / V_0$$

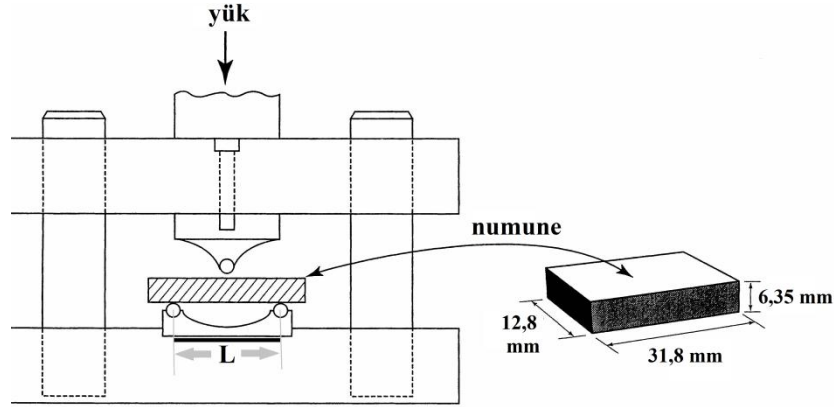
$V_0$  presleme sonrası geometrik hacim ve  $V_1$  sinterleme sonrası geometrik hacimdir. Deneysel çalışmaların sonuçlarının verildiği tablolarda % hacim değişiminin sayısal değerinin önündeki eksi işareti hacimsel küçülmenin olduğu, artı işareti ise genişlemenin olduğunun göstergesidir. Sinterlenmiş numuneyi temsil eden örneklerin içerdikleri % gözenek miktarları civa gözenekölçer cihazı ile belirlenmiştir.

### 7.7.2 Mekanik Özelliklerdeki Değişimler

Sinterlenmiş kompaktların mekanik özelliklerin kıyaslanmasında 3-nokta eğme dayanımları incelenmiştir. TM kompaktların 3-nokta eğme deneyleri ASTM B 528 standartında belirtilen şartlarda yapılmıştır. Desteklerin ve üst iticinin çapları 3 mm'dir. Eğme esnasında kırılma gözlemlenen ana kadar üst iticinin hızı 2,54 mm/dk olarak set edilmiştir. 3-nokta eğme mukavemeti aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır :

$$TRS = 3 \times P \times L / 2 \times w \times t^2 \quad (7.1)$$

Bu eşitlikte P, maksimum yük; L, destekler arası mesafe olan 25,4 mm; t, numune kalınlığı ve w, numune genişliğidir. Her bir parametreyi temsil eden sinterlenmiş üçer adet numune teste tabii tutulmuştur. Deney düzeneği ve kompakt numunenin şematik gösterimi Şekil 7.8'de gösterilmiştir.

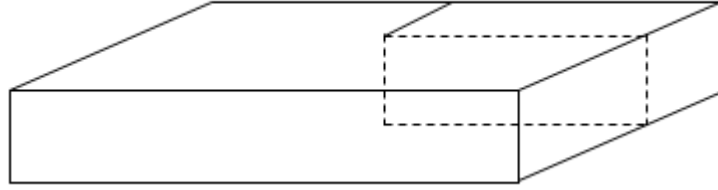


Şekil 7.8 3-nokta eğme deneyi düzeneği ve kompaktın şematik gösterimi

### 7.7.3 Mikroyapı Ve Morfolojik İncelemeler

Her bir parametreyi temsil eden numuneler 3-nokta eğme deneyi sonrası mikroyapısal incelemeler için metalografik yöntemlerle hazırlanmıştır. Şekil 7.9 'da kesikli çizgilerle temsil edilen yüzeyi temsil edecek şekilde kesiti alınan örnekler polyester ile kalıba alındıktan sonra Struers marka otomatik zımparalama ve parlatma cihazında metalografik olarak hazırlanmıştır. Son olarak mikroyapının

ortaya çıkarılması için demir ve alaşımı kompaktlar % 5 nitrik asit ve % 95 etanoldan oluşan nital çözeltilinde, paslanmaz çelik ve alaşımı kompaktlar 100 ml destile su, 100 ml hidroklorik asit, 10 ml nitrik asit çözeltilinde dağlanmıştır. Elde edilen mikroyapılar Nikon marka ME600D model ışık mikroskobu ve JEOL 6060 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. SEM incelemelerinde ikincil elektron (SEI) modunun yanı sıra, elementel ve bileşim farklılıkların renk kontrastı farkıyla belirlenebildiği geri saçılmış elektronların görüntülediği BEC modu da kullanılmıştır. Bu modda atom numarası hafif olan metaller beyaz ve tonları şeklinde görüntülenirken, atom numarası büyük olan elementler gri ve siyah tonları arasında görüntülenebilmektedir. Bu cihaza entegre çalışan enerji dağılımlı spektrometre (EDS) analiz sistemi ile mikroyapılarda seçili alanlarda elementel dağılım ağırlıkça % olarak ölçülmüştür.



Şekil 7.9 Sinterlenmiş kompaktların metalografik incelemesi için numuneden çıkarılan kesidin şematik gösterimi

## 7.8 Deneysel Bulgular

### 7.8.1 Ticari saflıkta Demir Kompaktlar İçin Bulgular

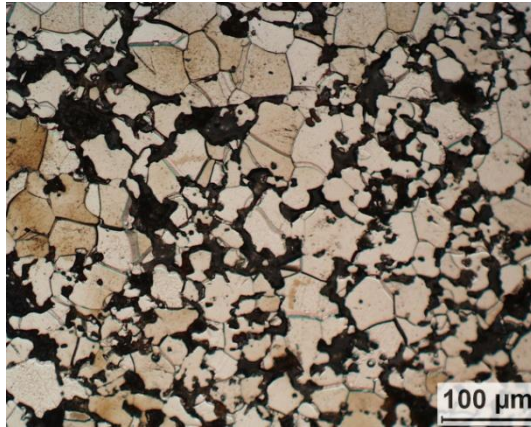
3-nokta eğme numunesini temsil eden Zn-stearat veya Acrawax yağlayıcıları katkılı kompaktlar geleneksel yolla 1150, 1200 ve 1250 °C 'de; mikrodalga enerjisi ile 1100, 1150, 1200 ve 1250 °C 'de %90 N<sub>2</sub>-%10 H<sub>2</sub> atmosferi altında 30 dakika süre ile sinterlenmiştir. Sinterleme sonucunda her bir sinterleme sıcaklığını temsilen üçer adet numune boyutsal ölçümleri yapıldıktan sonra 3-nokta eğme deneyi yapılmıştır. Ticari saflıkta demir kompaktları için her bir parametrede üçer numunenin ortalaması ile hesaplanan yoğunluk ve eğme dayanımlarındaki değişim Tablo 7.2 'de verilmiştir. Bu sonuçlara göre en yüksek eğme dayanımı değeri 1150 °C 'de mikrodalga ile sinterlenmiş Acrawax C yağlayıcı katkısı ile oluşturulmuş

demir kompaktında belirlenmiştir. Ayrıca saf demir kompaktlarda Acrawax C yağlayıcısının Zn-stearata alternatif olarak kullanılabileceği elde edilen sonuçlardan anlaşılmıştır. Her bir parametreyi temsil eden metalografik olarak kesitten alınan numuneler optik mikroskop ile fotoğraflanmıştır (Şekil 7.10). Optik mikroskop fotoğraflarında siyah bölgeler gözenekleri temsil ederken açık renkli bölgeler demir tanelerini temsil etmektedir. Şekil 7.10 'da harflerle temsil edilen görüntülerin numune kodları, sinterleme yöntemleri ve sinterleme sıcaklığı Tablo 7.3 'te verilmiştir.

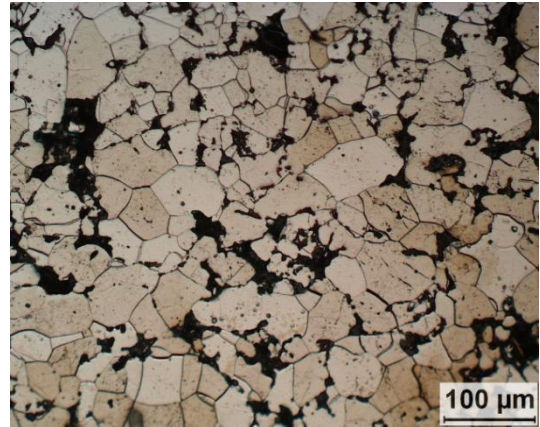
Tablo 7.2 Demir kompaktlardaki sinterleme sonrası eğme dayanımı ve yoğunluk değişim

Sinterleme yöntemi (*)	Sıcaklık (°C)	Eğme dayanımı (MPa)		Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	
		Acrawax katkı	Stearat katkı	Acrawax katkı	Stearat katkı
MDS	1100	291	301	6,67	6,69
	1150	320	301	6,73	6,72
	1200	290	309	6,61	6,52
	1250	316	316	6,61	6,65
GS	1150	295	285	6,61	6,72
	1200	292	309	6,72	6,76
	1250	306	311	6,7	6,74

(\*) MDS : mikrodalga sinterleme, GS : geleneksel sinterleme

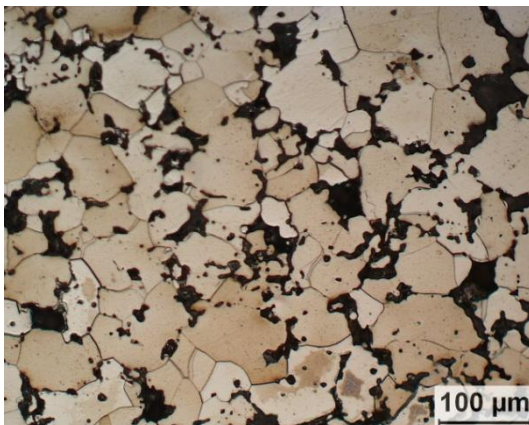


(a)

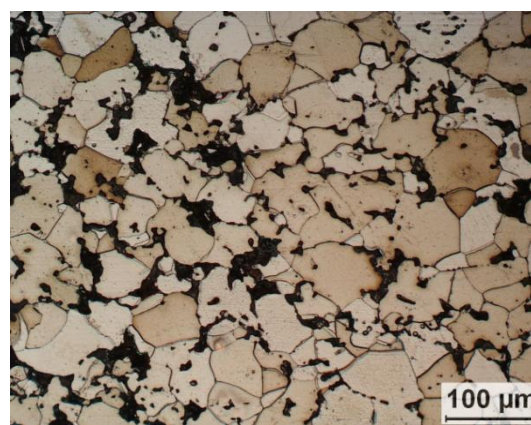


(b)

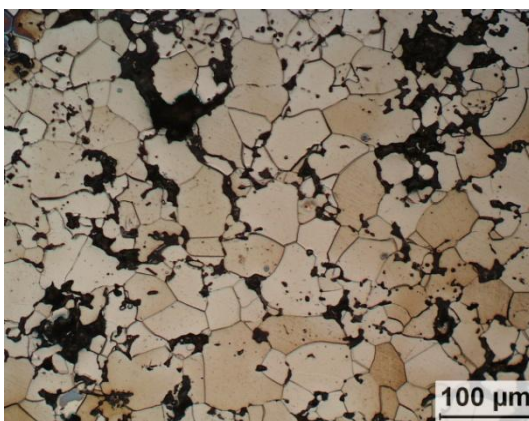




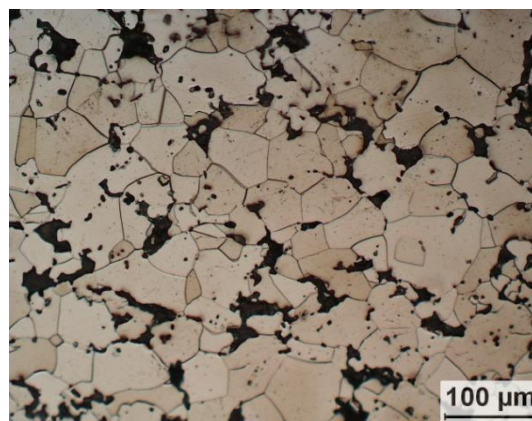
(c)



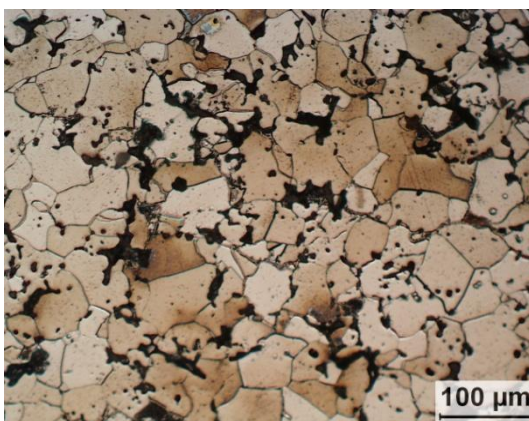
(d)



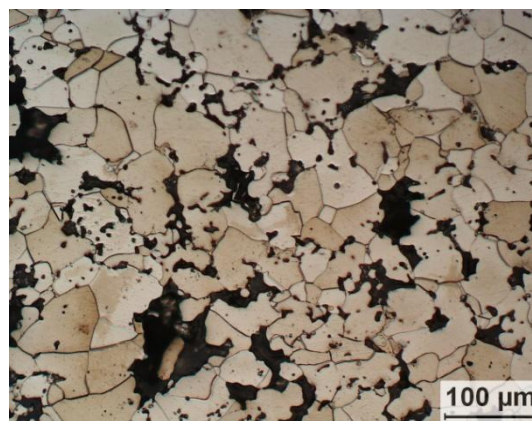
(e)



(f)

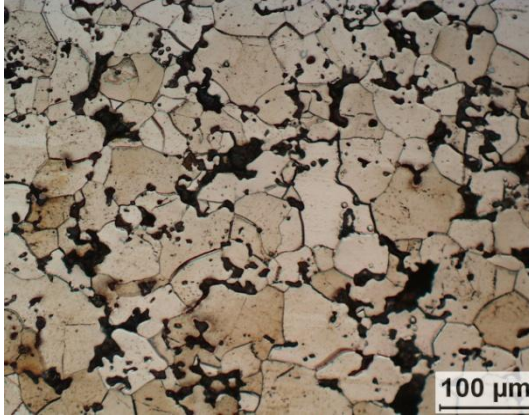


(g)

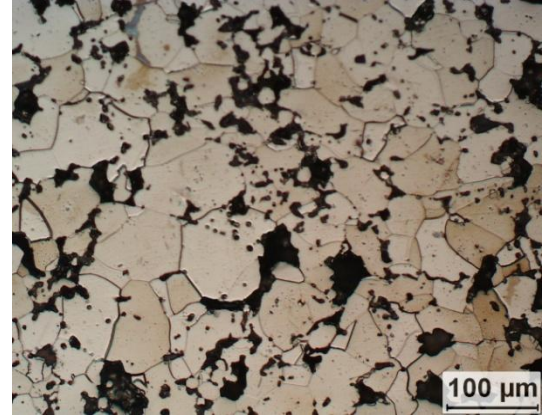


(h)

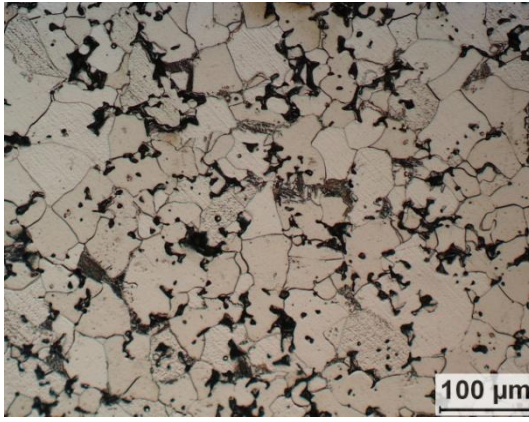




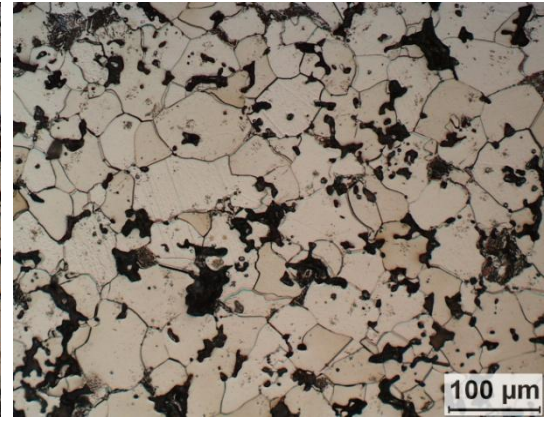
(i)



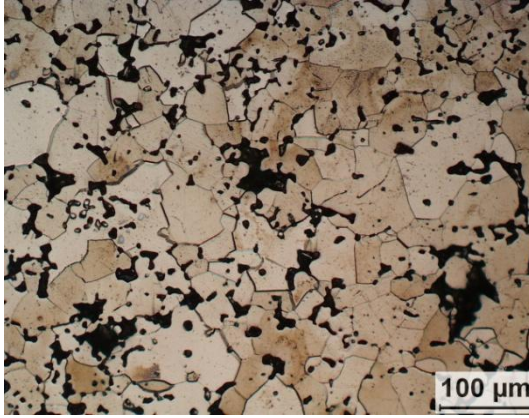
(j)



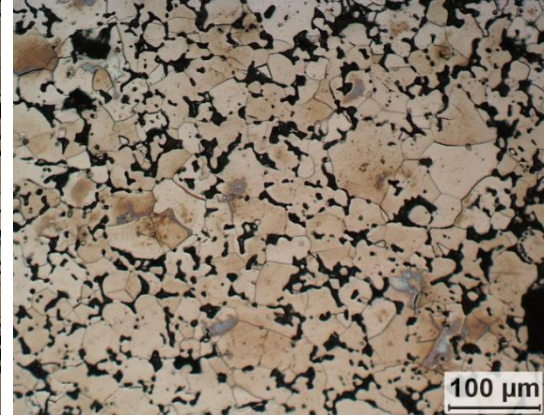
(k)



(l)



(m)



(n)

Şekil 7.10 Mikrodalga ve geleneksel yöntemlerle sinterlenmiş demir kompaktların kesitten x500 mikroyapı görüntüleri.

Tablo 7.3 Şekil 7.7’de harflendirilen mikroyapı görüntülerin tanımı

Şekil 7.10’daki harfler	Yağlayıcı katkısı	Sinter. yönt.	Sinterleme sıcaklığı (°C)	Şekil 7.10’daki harfler	Yağlayıcı katkısı	Sinter. yönt.	Sinterleme sıcaklığı (°C)
a	Zn-stearat	MDS	1100	h	Acrawax	GS	1200
b	Acrawax	MDS	1100	i	Zn-stearat	MDS	1200
c	Zn-stearat	GS	1150	j	Acrawax	MDS	1200
d	Acrawax	GS	1150	k	Zn-stearat	GS	1250
e	Zn-stearat	MDS	1150	l	Acrawax	GS	1250
f	Acrawax	MDS	1150	m	Zn-stearat	MDS	1250
g	Zn-stearat	GS	1200	n	Acrawax	MDS	1250

### 7.8.2 Fe-Cu Kompaktlar İçin Bulgular

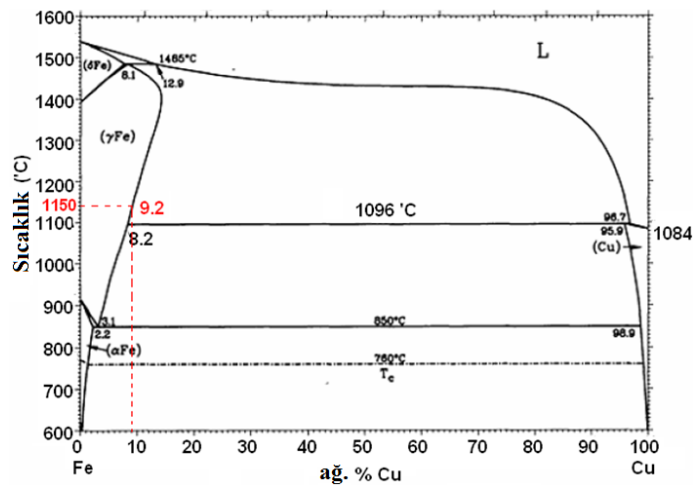
Ticari saflıkta demir kompaktlarla yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen eğme dayanımları, yoğunluk ve mikroyapılardan yola çıkarak sinterlemenin geleneksel yolla ve mikrodalga enerjisi ile 1150 °C ’de yapılabileceği belirlenmiştir. Bu sıcaklık diğer Fe esaslı kompaktların sinterlenmesinde referans alınmış olup bu sinterleme sıcaklığında demir matrise farklı oranlarda bakır ilavesinin geleneksel ve mikrodalga sinterleme sonucunda eğme dayanımına etkisi bir sonraki inceleme konusu olarak belirlenmiştir. Ticari olarak su ve gaz atomize Cu tozlar Fe-Cu kompaktların oluşturulmasında kullanılabilir. Su atomize tozlar daha ucuz maliyetli olmasına karşın parçacık yüzeyinde ihtiva ettikleri oksitli yapılar sinterleme kinetiğini olumsuz etkileyebilmektedir. Gaz atomize ile elde edilen tozlarda ise yüzey oksit miktarı daha düşük olmaktadır. Hedeflenen çalışmalarda hangi tip Cu tozunun kullanılacağını belirlemek için %2 oranında hem gaz hem de su atomize tozlarla hazırlanmış Fe-Cu karışımı kompaktlar 1150°C’de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferi altında hem mikrodalga hem de geleneksel yöntemle sinterlenmiştir. Tablo 7.4 ’te yapılan bu çalışmalar için eğme dayanımları ve yoğunluk değişimleri verilmiştir. Sonuçlara göre gaz atomize bakır tozlarının eğme dayanımı ve yoğunlaşmaya %2-3 arasında olumlu etkisi olmuştur. Mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların ise %8-10 oranında daha yüksek eğme dayanıma sahip olduğu da diğer bulgular arasındadır. Bu sonuçlardan yola çıkarak Fe-Cu karışımı kompaktların hazırlanmasında gaz atomizasyon ile elde edilen küresel şekilli bakır tozlarının kullanılmasına karar verilmiştir.



Tablo 7.4 Farklı tipte ağırlıkça %2 Cu katkısının eğme dayanımı ve yoğunluğa etkisi

Katkı Cu tipi	Eğme dayanımı (MPa)	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Sinterleme yöntemi
Su atomize	390	6,52	MDS
	374	6,55	GS
Gaz atomize	<b>399</b>	<b>6,59</b>	MDS
	380	6,58	GS

Şekil 7.11 'deki Fe-Cu ikili faz diyagramında görüldüğü gibi 1150 °C 'de bakırın demir içindeki çözünübilirlik limiti yaklaşık olarak ağırlıkça % 9,2'dir. Bu bölgedeki farklı oranlarda Fe-Cu etkileşimini incelemeye dönük olarak düşük miktarlardaki bakır oranından çözünübilirlik limitinin biraz üzerindeki bakır oranlarına kadar inceleme yapılmıştır. Bu kapsamda Fe tozları ağırlıkça % 2, 3, 4, 8, 10 ve 12 oranında Cu tozları ile karıştırılıp her bir karışımı temsilen üçer adet numune hem mikrodalga hem de geleneksel sinterleme tekniği ile sinterlenmiştir. Karışımların kodları, bileşimi ve sinterleme şartları Tablo 7.5 'de verilmiştir.



Şekil 7.11 Fe-Cu ikili faz diyagramı

Tablo 7.5 Fe-Cu kompaktların oluşturulma ve sinterleme şartları

Numune kodu	Bileşeni	Sıkıştırma Basıncı (MPa)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme süresi (dk)	Sinterleme yöntemi (*)
Fe-2Cu	ağ. %2 Cu katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
Fe-3Cu	ağ. %3 Cu katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
Fe-4Cu	ağ. %4 Cu katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
Fe-8Cu	ağ. %8 Cu katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
Fe-10Cu	ağ. %10 Cu katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
Fe-12Cu	ağ. %12 Cu katkılı	600	1150	30	MDS ve GS

600 MPa'da preslenmiş Fe-Cu karışımı kompaktlar Tablo 7.5 'deki şartlarda sinterlendikten sonra boyutsal ölçümleri yapılarak hacimsel değişimi belirlenip 3-nokta eğme deneyini yapılmıştır. Her bir parametreyi temsil eden numunelerin civa gözenekölçer cihazı ile gözeneklilik miktarları belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 7.6 'da verilmiştir. Bu sonuçlara göre mikrodalga sinterlemenin geleneksel sinterlemeye kıyasla nispeten daha düşük gözeneklilik miktarına bağlı olarak daha iyi yoğunlaşmayı sağladığı söylenebilir. Upadhyaya (1999), bakırın demir içinde çözünebilirlik sınırı olan %8-10 oranına kadar Cu katkısıyla boyutsal artış meydana geldiğini ve bu etkisinden yola çıkarak demir kompaktların sinterleme esnasındaki büzülmesini kompanse etmek için %1-2,5 oranında bakır ilavesi sıklıkla kullanıldığını belirtmiştir. Yapılan çalışmalarda benzer bulgular elde edilmiştir. Hacimsel değişim sonuçlarına göre kompakttaki Cu miktarı arttıkça genleşme artmaktadır. Bunun nedeni demir içinde çözünerek yer alan atomları şeklinde demir kafes sistemine yerleşen Cu atomlarının hacimsel genleşmeye sebebiyet vermesidir. %4 Cu katkısına kadar ki hacimsel değişimin geleneksel sinterlemeden daha yüksek oluşu Cu difüzyonunun daha iyi gerçekleştiğinin bir göstergesi olarak değerlendirilebilir. Bunun yanı sıra, matristeki Cu miktarı arttıkça gözenek miktarı da artmaktadır. Bu durum 1084°C'de katı fazdan sıvı faza geçip demirde çözünen bakırın oluşturduğu boşluklardan kaynaklanmaktadır. Eğme dayanımlarında mikrodalga sinterleme sonucunda daha yüksek değerler elde edilmesine karşın ağırlıkça %8 Cu katkısına kadarki kompaktlar arasında mikrodalga ile sinterlenen kompaktlarda daha fazla hacimsel artış belirlenmesi, buna karşın daha düşük gözeneklilik içeriğine sahip olması ise parçacıkların bir araya gelerek daha iri parçacıklar oluşturmasının bir sonucu olarak düşünülebilir. Ağırlıkça %8 Cu katkısının üzerindeki katkılarda, gözenek miktarındaki düşüş ise demir içinde çözünebilirlik limitinin üzerindeki bakırın sinterleme esnasında sıvı faz haline geçerek kompakt içinde daha geniş bir alana yayılması, ayrıca sinterlenen demir parçacıkları arasındaki gözenekleri doldurmasından kaynaklanmaktadır. En yüksek eğme dayanım değeri %3 Cu katkısı ile mikrodalga sinterleme sonucunda elde edilmiştir. Bu yöntem ile geleneksel yolla sinterlenmiş katkısız demir kompaktın eğme dayanımına kıyasla yaklaşık %50'lik bir artış sağlanmıştır. Sinterlenen kompaktların eğme dayanımına bağlı çökme miktarı bir arada incelendiğinde

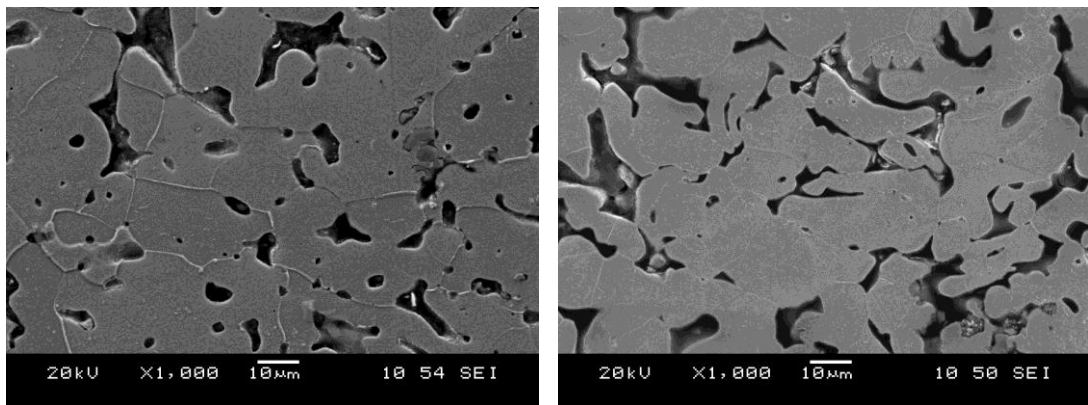
mikrodalga ile sinterlenen kompaktların nispeten daha gevrek bir davranış sergilemesine karşın daha yüksek eğme dayanımlarına sahip olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bulgular, Negari ve diğer. (2007), Fe ve Fe-Cu kompaktlara dönük 1120°C’de yaptıkları mikrodalga ve geleneksel sinterleme çalışmalarıyla benzer sonuçlar göstermiştir. Bu çalışmada, mikrodalga ile sinterlenen örneklerin yaklaşık %10 oranında daha yoğun ve daha yüksek çekme dayanımına sahip olduğunu bulmuşlardır. Anklear ve diğer. (2005) ise yaptıkları çalışmada Fe-Cu-C çeliklerde mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların daha yüksek dayanım ve süneklığe sahip olduğunu belirlemişlerdir.

Tablo 7.6 Geleneksel ve mikrodalga yöntemleriyle sinterlenmiş Fe-Cu kompaktlardaki değişimler

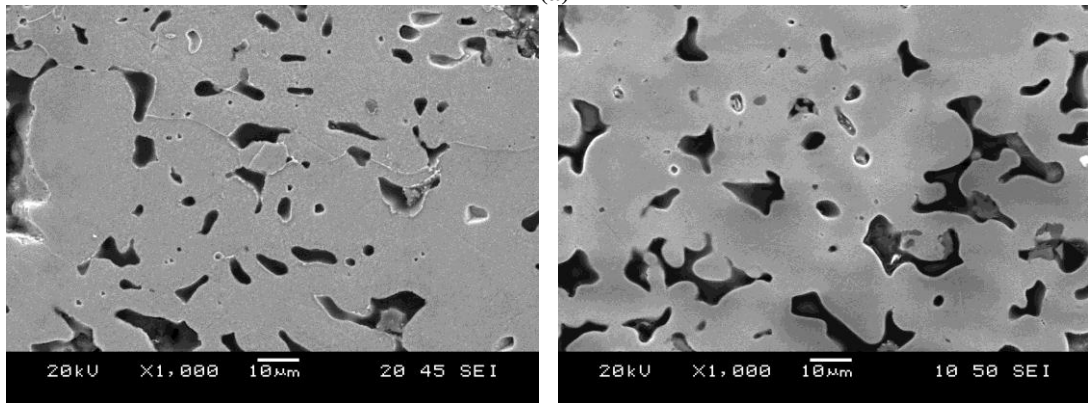
ağ. % Cu katkısı	GS yöntemi				MDS yöntemi			
	(%) Hacim değişimi	(%) Gözene klilik	çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)	(%) Hacim değişimi	(%) Gözene klilik	çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)
0	-0,8	17,4	12,7	295	1,4	16,9	8,4	319
2	-0,5	21,8	6,2	380	0,4	15,5	5,3	399
3	1,3	19,8	5,6	370	1,8	18,2	4,7	438
4	2,9	22,2	4,2	344	3,3	20	4,1	405
8	6,4	20,6	4	340	2,3	17,4	5,2	424
10	5,9	22,7	3,9	300	5,6	20,9	4,1	397
12	5,2	15,5	4,4	358	7,5	15	4,1	401

Eğme deneyi sonrası kesitten hazırlanan numunelerde mikroyapısal değişimleri belirleyebilmek için SEM incelemesi yapılmıştır. Şekil 7.12 'de geleneksel ve mikrodalga sinterleme yoluyla elde edilen mikroyapılar görülmektedir. Mikroyapılarda boşluk şeklinde görülen siyah bölgeler gözenekleri temsil etmekte geri kalan bölgeler ise metali göstermektedir. Ağırlıkça %8 Cu katkısına kadar olan yapılar SEM'in ikincil elektron modunda, bu oranın üzerindeki katkıları temsil eden mikroyapılar ise geriden saçılan elektronlar (BEC) modunda ki görüntülerdir. BEC modunda inceleme yapılmasındaki amaç Fe-Cu alaşımı ile Cu atomları arasındaki ağırlık farkından yola çıkarak çözünübilirlik limitinin üzerindeki bakırın yapıda nasıl dağıldığını gözlemleyebilmektir. Yapılan incelemelerde katkısız demir kompakta gözeneklerin nispeten keskin uçlu olduğu görülmektedir. Bakır katkısıyla gözenekler ovallaşmıştır. Bu durumun kırılma direncine olumlu etkisi olduğu bilinmektedir. Geleneksel ve mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %2, 3 ve 4 Cu katkılı

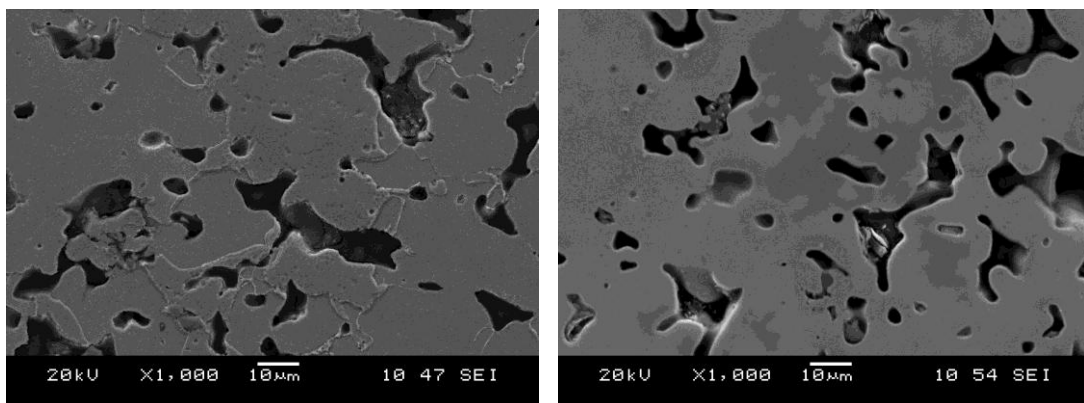
kompaktlarda gözenek dağılımı ve şekillerinde kayda değer farklılıklar görülmektedir. Geleneksel ve mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %8 ve üzeri Cu içeren yapılar incelendiğinde ise ağırlıkça %8 Cu katkısında bile çözünmemiş Cu metalinin Fe-Cu alaşımı sinterlenmiş parçacıkları arasında katılaştığı belirlenmiştir. Şekil 7.13 'te okla gösterilmiş 1 nolu bölgede yapılan EDS analizi sonucunda bu fazın ağırlıkça %94 Cu içeren bakırca zengin bir faz olduğu tespit edilmiştir. Sıvı faz sinterlemenin etkileri Bölüm 5.3.3'de detaylı olarak anlatılmıştır. Sıvı faz sinterleme sonucu oluşması beklenen morfolojik yapı ağırlıkça %8 ve üzeri Cu katkılı kompaktların mikroyapılarında gözlenmektedir. Demir parçacıklarının yüzey sınırlarından çözülmesi ve katılma esnasında yeniden düzene giren Fe-Cu parçacıklarının ovallaştığı görülmektedir. Ayrıca Şekil 7.12'de görüldüğü gibi ağırlıkça %8 ve üzeri bakır içeren sinterlenmiş kompaktlarda küçük gözenekler birleşerek iri gözenekleri oluşturmaktadır.



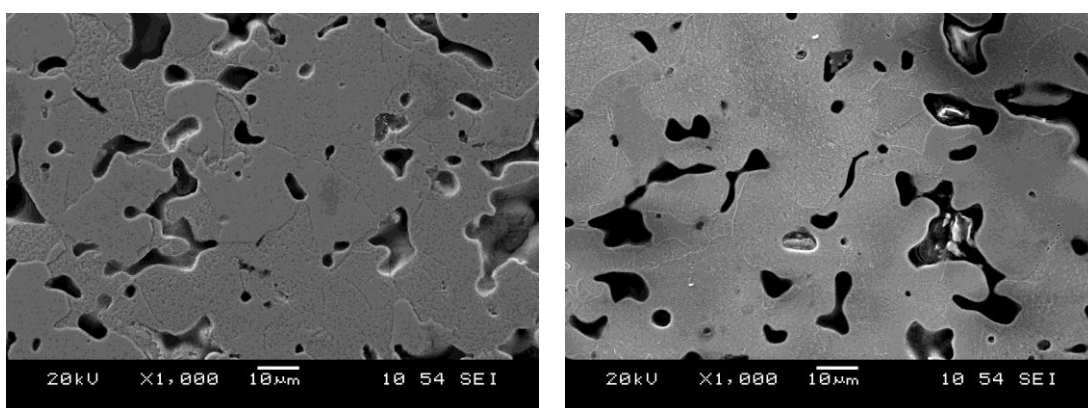
(a)



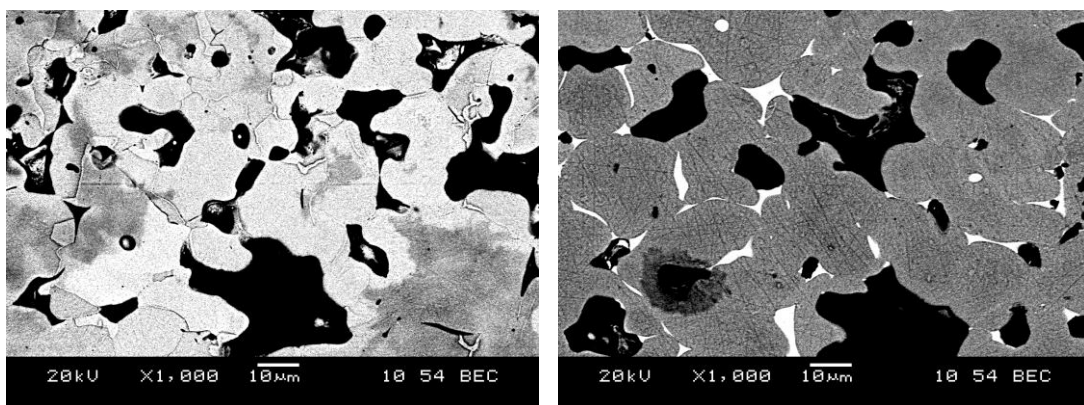
(b)



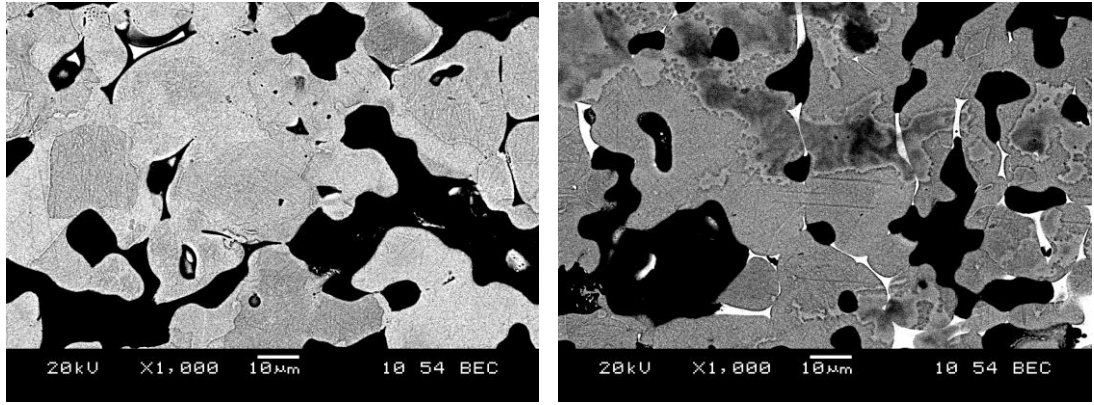
(c)



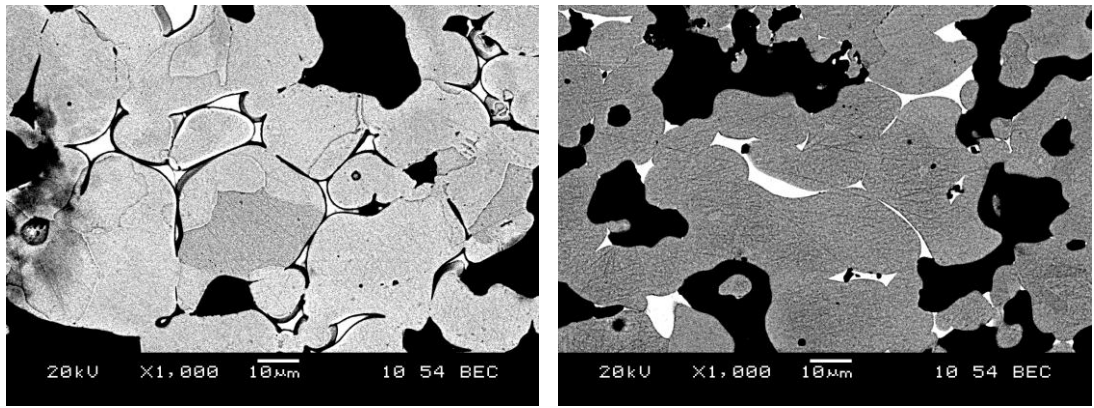
(d)



(e)



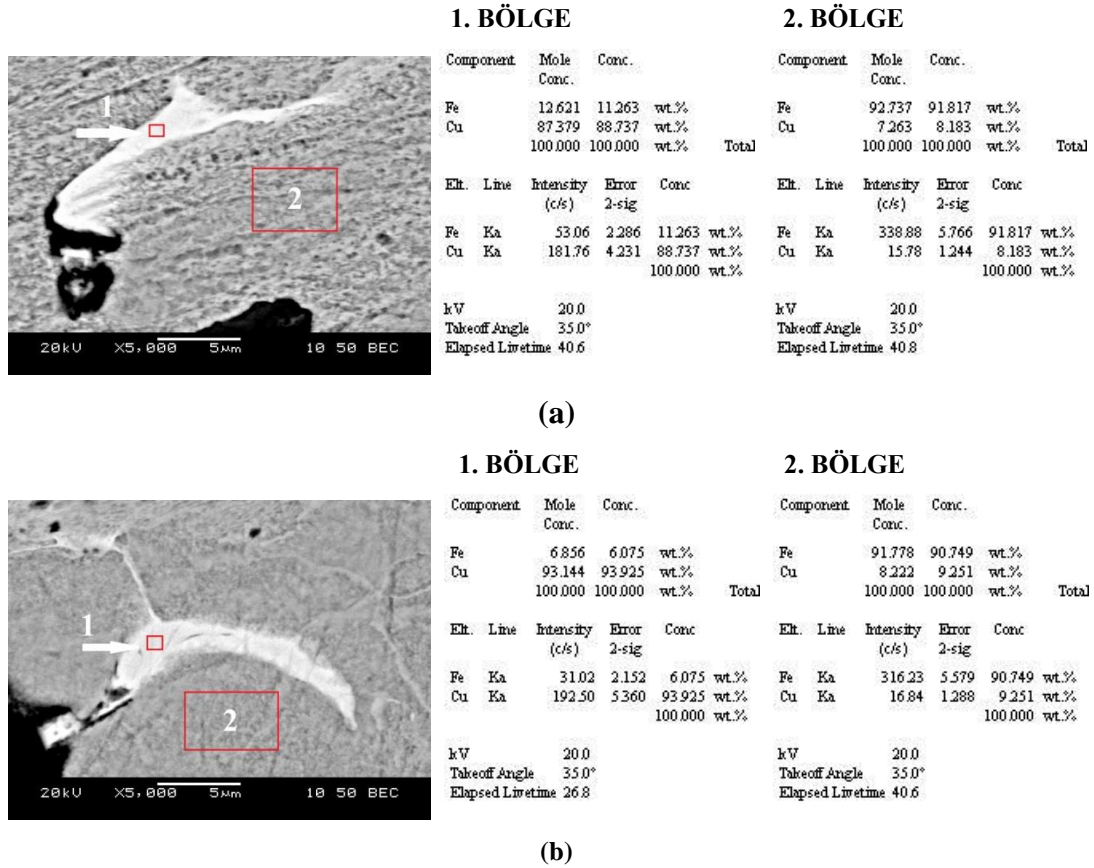
(f)



(g)

Şekil 7.12 Sol sütunda geleneksel yolla sinterlenmiş sağ sütunda mikrodalga ile sinterlenmiş (a) katkısız Fe, ağırlıkça (b) %2, (c) %3, (d) %4, (e) %8, (f) %10, (g) %12 Cu katkılı Fe-Cu kompaktların kesitten SEM görüntüleri.

Şekil 7.13 'te temsilen seçilmiş geleneksel yolla ve mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %12 Cu içeren kompakta yapılan EDS analizi görülmektedir. Her iki numunede X5000 büyütmede yapılan analizde okla gösterilen 1 nolu bölgede beyaz renkli fazın yüksek oranda bakırca zengin bir faz olduğu, 2 nolu bölgede ise bakırın çözünebilirlik limitine yakın yakın ağırlıkça % 8-9 Cu içeren Fe-Cu alaşımı parçacık olduğu belirlenmiştir. Fe parçacıklarında çözünen bakır oranlarının bölgesel olarak homojen dağılmama ihtimali bulunduğundan EDS sonuçları kabul edilebilir niteliktedir.



Şekil 7.13 (a) Geleneksel yolla ve (b) mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-12Cu kompaktının EDS analizi

### 7.8.3 Fe-Bronz Kompaktlar İçin Bulgular

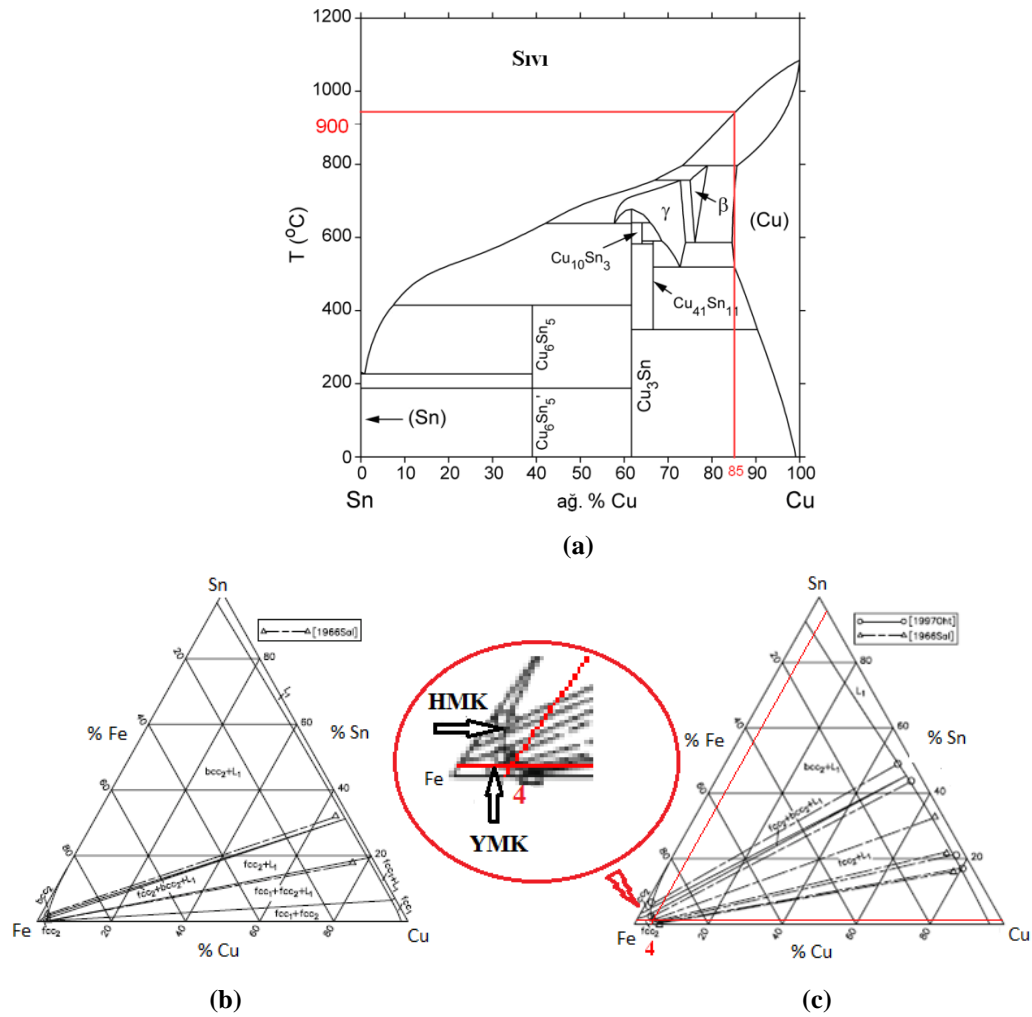
Fe-Cu kompaktlara dönük yapılan çalışmalarda aşırı hacimsel değişimin gözlenmediği bakırın düşük çözünübilirlik bölgesinde sinterleme kinetiğini ve demir parçacıkları içine difüzyon süre ve hızını artırma sonucunda mekanik özellikleri iyileştirmek için bronz tozunun kullanılabilirliği düşünülmüştür. 900 °C'de Cu ve Sn'nin demir içindeki difüzyon katsayıları sırasıyla yaklaşık olarak  $0,5 \cdot 10^{-14}$  ve  $2,1 \cdot 10^{-14}$  m<sup>2</sup>/sn'dir (Daniel ve diğer, 1971). Yani 900 °C'de demir içinde kalayın difüzyonu bakıra nazaran 4 kat daha hızlı gerçekleşmektedir. Bu da Fe-Bronz sisteminde daha hızlı bir sinterleme mekanizması oluşturabilir. Bu amaçla ticari olarak üretilen ağırlıkça %85Cu ve ağırlıkça %15Sn'den oluşan gaz atomize küresel şekilli bronz toz kullanılmıştır. Bu bronz alaşımının ergime sıcaklığı Şekil 7.14.a'daki Cu-Sn ikili faz diyagramında görüldüğü gibi bakırın yaklaşık 150°C altındadır. Norton ve Gillet (1914), yaptıkları çalışmada ise bu alaşımın ergime sıcaklığını

960°C olarak bulmuşlardır. Bu durumda 1150°C’de yapılan sinterleme çalışmalarında Fe parçacıkları arasında sıvı faz oluşumu 1084°C ergime noktasına sahip ticari saflıkta Cu katkısına nazaran 120°C daha düşük bir sıcaklıkta gerçekleşmekte; Cu ve Sn difüzyonu ve Fe matris içinde difüzyona bağlı yer değiştirme için daha fazla süre oluşmaktadır. Şekil 7.14 b ve c’de ise 900°C ve 1000°C’de Fe-Cu-Sn üçlü faz diyagramları görülmektedir. Kalay demirin hacim merkezli kübik (HMK) yapısını kararlı kılabilmektedir ki bu da daha hızlı bir sinterleme kinetiği oluşturmasının yanı sıra daha fazla yeralan atomunun kristal yapısına difüzyonunu sağlayabilmektedir fakat 1000°C’deki Fe-Cu-Sn faz diyagramında ağırlıkça %4 Bronz katkısı durumunda demir kristalinde yüzey merkezli kübik yapısının daha kararlı olduğu teorik olarak belirlenmektedir. Bu durumda Fe kompaktlarda sinterleme kinetiğini : (i) bronzun daha düşük sıcaklıkta ergimesi sonucu katı-sıvı faz sinterleme kinetiğindeki artış ve (ii) kalayın bakıra kıyasla difüzyon katsayısının daha yüksek olması sonucu mekanizmayı hızlandıracağı düşünülmüştür. Ticari saflıkta bakıra nazaran daha düşük ergime sıcaklığına sahip bronz kullanarak hem bakırın hem de daha yüksek difüzyon katsayısına sahip kalayın aynı sinterleme sıcaklık ve süresinde daha fazla demir içine difüzyonu hedeflenmiştir. Yapılan çalışmalarda Fe-bronz kompaktların oluşturulma ve sinterleme şartları Tablo 7.7’de verilmiştir. Tablo 7.8’de ise mikrodalga ve geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-bronz kompaktlardaki değişimler verilmiştir.

Tablo 7.7 Fe-bronz kompaktların oluşturulma ve sinterleme şartları

Numune kodu	Bileşeni	Sıkıştırma Basıncı (MPa)	Sinterleme Sıcaklığı ( °C)	Sinterleme süresi (dk)	Sinterleme yöntemi (*)
<b>Fe-2Bronz</b>	ağ. %2 Bronz katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
<b>Fe-3Bronz</b>	ağ. %3 Bronz katkılı	600	1150	30	MDS ve GS
<b>Fe-4Bronz</b>	ağ. %4 Bronz katkılı	600	1150	30	MDS ve GS





Şekil 7.14 (a) Sn-Cu ikili faz diyagramı, (b) 900°C'de ve (c) 1100°C'de Fe-Cu-Sn üçlü faz diyagramı

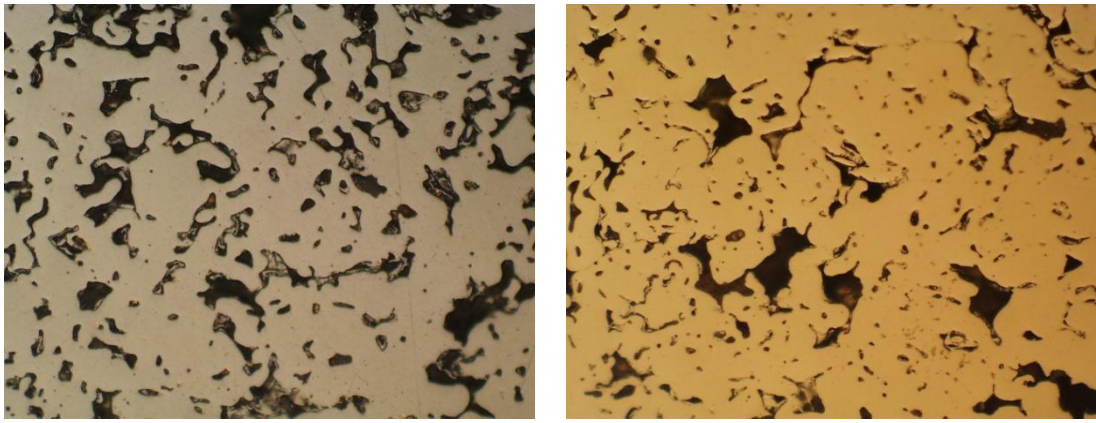
Tablo 7.8 Mikrodalga ve geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-bronz kompaktlardaki değişimler

ağ. (%) Bronz katkısı	GS yöntemi				MDS yöntemi			
	(%) Hacim değişimi	(%) Gözeneklilik	çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)	(%) Hacim değişimi	(%) Gözeneklilik	çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)
0	-0,8	17,4	12,7	295	1,4	16,9	8,4	320
2	-0,3	19,3	5,2	450	0,6	17,7	4,3	468
3	0	20,5	4,3	461	0,9	19,1	4,1	487
4	1	21,7	4,6	475	0,9	21,3	4,4	474

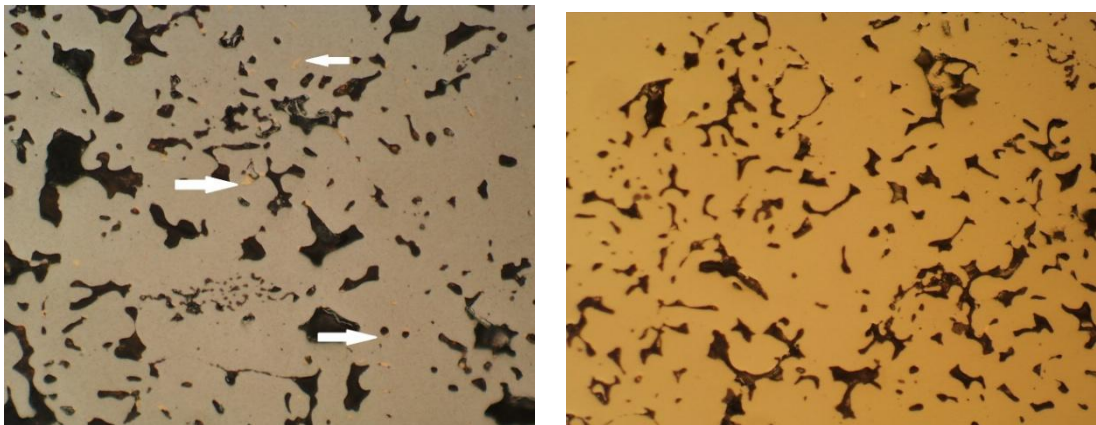
Barua ve Ainsworth (1971), %5-10 Cu katkısı ile Fe-Cu kompaktlardaki genişlemenin kalay katkısı ile azalacağını belirtmişlerdir. Genleşmedeki azalmanın kalay katkısı ile demir içinde bakır çözünürlüğünün azalması sonucu bakırca zengin ikincil fazın varlığından kaynaklandığını belirtmişlerdir. Chatterjee ve Thwaites (1981), yaptıkları çalışmada demir kompakta katılan Cu-Sn'in sinterleme sıcaklığını

sadece Cu katkısına nazaran düşürdüğünü, hacimsel genişlemenin kontrol altına alındığını belirlemişlerdir. Ayrıca sinterleme esnasında Cu-Sn alaşımının ergimesi sonucu oluşan sıvı fazın parçacık kaynaşması esnasında oluşan boyun bölgesine hareket ederek yapıyı güçlendirdiğini bulmuşlardır. Hacimsel genişlemenin kontrol altına alındığı ve mukavemet değerlerinin daha yüksek oluşu yapılan deneysel çalışmalar sonucunda ortaya çıkmıştır. Tablo 7.8’de ki sonuçlara göre hacimsel değişim her iki sinterleme yönteminde de %1’i geçmemektedir. Cu katkısında ise bu oran %3’e ulaşmaktadır. Boyutsal kararlılık, bronz katkısının avantajlarından biri olarak öne çıkmaktadır. Gözeneklilik miktarlarında ise mikrodalga ile sinterlenmiş olanların ağırlıkça %2 ve 3 katkı için daha düşük olduğu buna bağlı olarak yoğunlaşmanın nispeten daha iyi olduğu söylenebilir zaten eğme dayanımlarındaki farkta bunu desteklemektedir. En yüksek dayanım mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %3 bronz katkısında 487 MPa olarak bulunmuştur. Geleneksel yolla sinterlenmiş kompaktlarda dayanım artışı ağırlıkça % katkı miktarındaki artışla artmaya devam etmektedir. Tablo 7.6 ve Tablo 7.8 beraber değerlendirildiğinde en yüksek dayanım ağırlıkça %3 Cu ve Bronz katkılı mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktlarda belirlenmiştir ve Cu yerine bronz kullanımı sonucunda % 7 oranında daha yüksek bir dayanım elde edilmiştir. Bronz katkısını etkisi geleneksel yolla sinterlenmiş olan kompaktlarda kendini daha iyi göstermektedir. Bu çalışma ile geleneksel yolla sinterlenmiş demir kompaktın eğilme dayanımını ağırlıkça %3 bronz katkılı kompaktın mikrodalga ile sinterlenmesi ile yaklaşık %60 oranında arttırmak mümkün olduğu belirlenmiştir. Kompaktların eğme dayanımları çökme miktarlarıyla beraber incelendiğinde mikrodalga ile sinterlenen kompaktların nispeten daha gevrek davranış sergilediğini fakat iki yöntem arasında bronz katkısının çok keskin farklar ortaya çıkarmadığı söylenebilir. Şekil 7.15’te geleneksel yolla ve mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-bronz kompaktların optik mikroskopta kesitten gözlemlenmiş mikroyapıları bulunmaktadır. Gözeneklilik dağılımları incelendiğinde mikrodalga ile sinterlenen kompaktların nispeten daha küçük gözenek boyutlarına sahip olduğu görülmektedir. Geleneksel sinterlenmiş %3 bronz katkılı kompaktta bazı ikincil fazların oluştuğu görülmektedir. Şekil 7.15’de özellikle gözenek kenarlarında yoğunlaşan okla gösterilmiş bu renk farkının ne olduğunu belirlemek için seçilen 3 kompakt SEM ile BEC modunda incelenmiştir (Şekil 7.16).

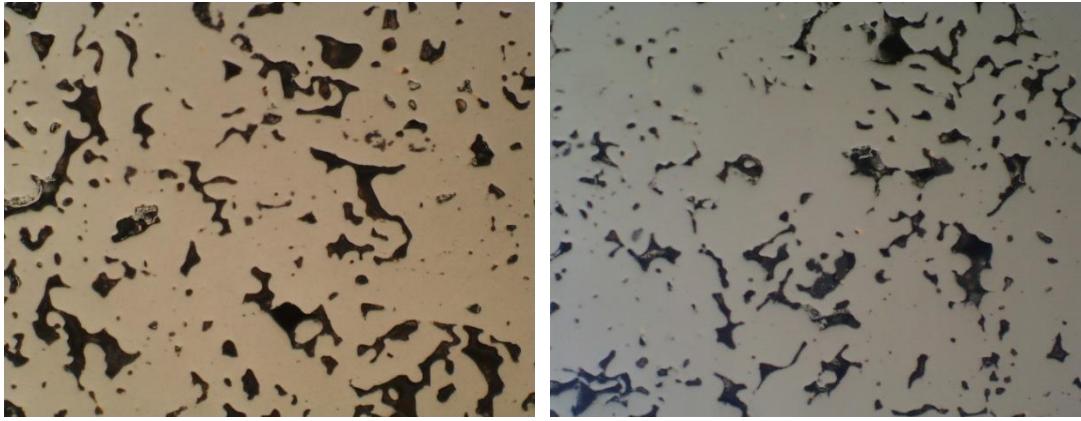
BEC modunda Fe-bronz alaşımı parçacıklardan daha düşük atom ağırlığına sahip şekilde okla gösterilen metalik fazın mevcudiyeti belirlenmiş olup bu bölgede yapılan EDS analizi sonucunda bu fazların bronzca zengin Fe-Cu-Sn alaşımı olduğu tespit edilmiştir. Şekil 7.17’de ise mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %4 katkıya kadar Fe-Cu ve Fe-bronz kompaktların eğme deneyi sonrası kırık yüzeyleri görülmektedir. Sünek kırılma davranışı okla gösterilen bölgelerde görülmektedir. Sünek kırılmanın göstergesi olan bu boşlukların boyutunun artan katkı miktarıyla artması kırılmanın sadece boyun bölgelerinde değil birkaç parçacığın bir arada kırılması sonucu oluştuğunu ifade edebilir. Bu da parçacıkların daha iyi birleştiğinin bir göstergesi olarak düşünülebilir.



(a)

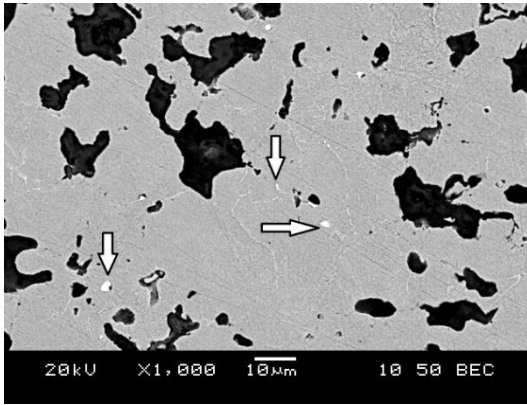


(b)

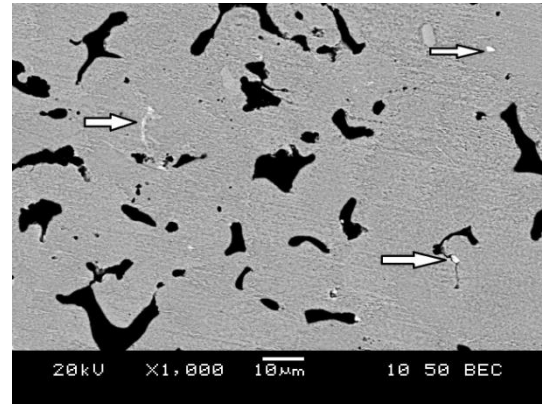


(c)

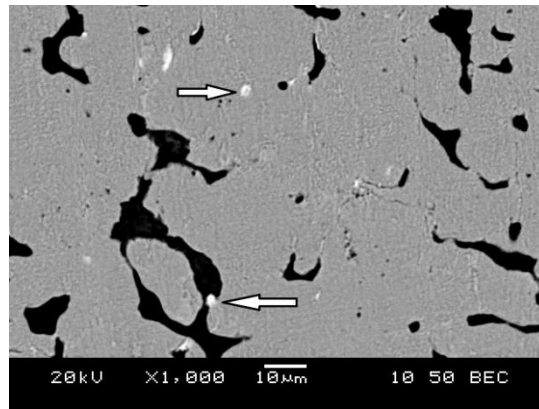
Şekil 7.15 Sol sütunda geleneksel yolla sinterlenmiş sağ sütunda mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça (a) %2, (b) %3, (c) %4 Bronz katkılı Fe-bronz kompaktların kesitten optik mikroskop ile çekilmiş x500 büyütme mikroyapıları



(a)

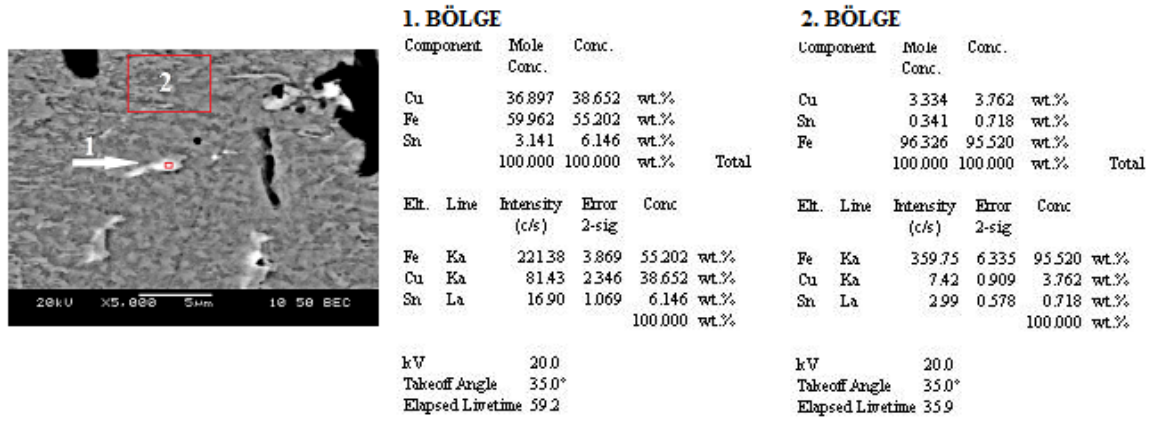


(b)



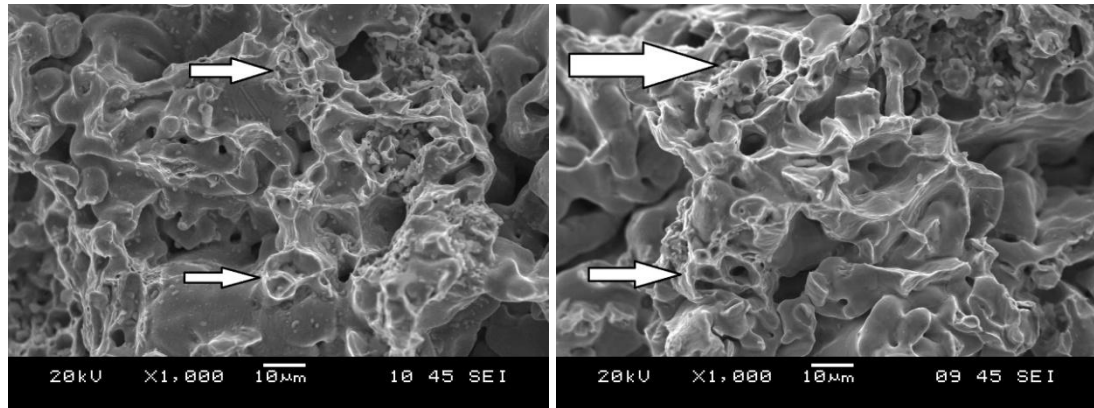
(c)





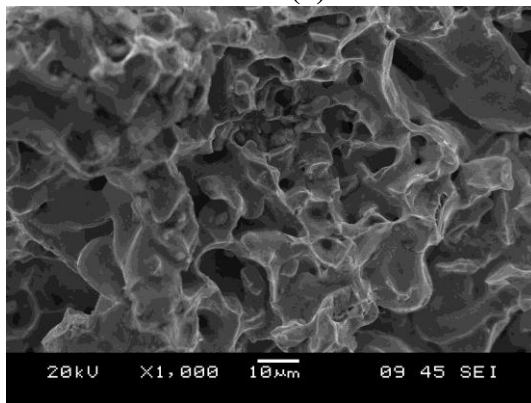
(d)

Şekil 7.16 Geleneksel yolla sinterlenmiş (a) Fe-3Bronz, mikrodalga ile sinterlenmiş (b) Fe-3Bronz ve (c) Fe-4Bronz SEM görüntüleri ile (d) mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-4Bronz için EDS analizi

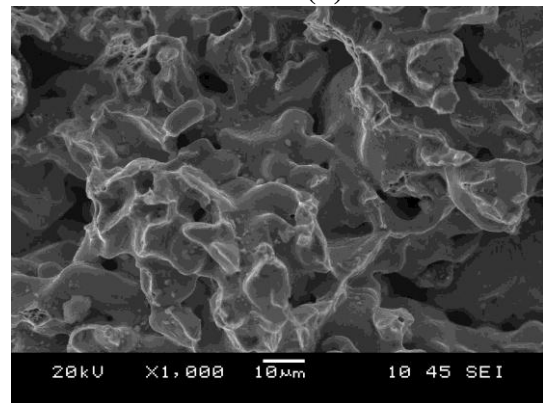


(a)

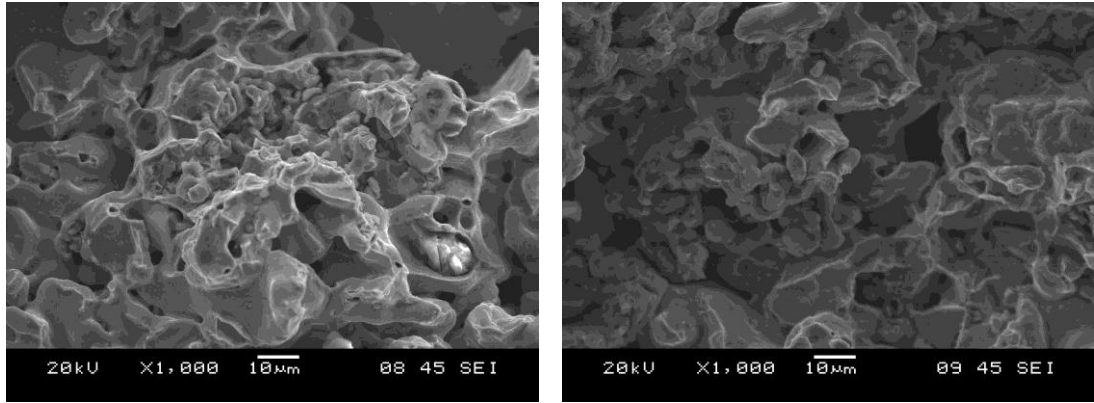
(b)



(c)



(d)

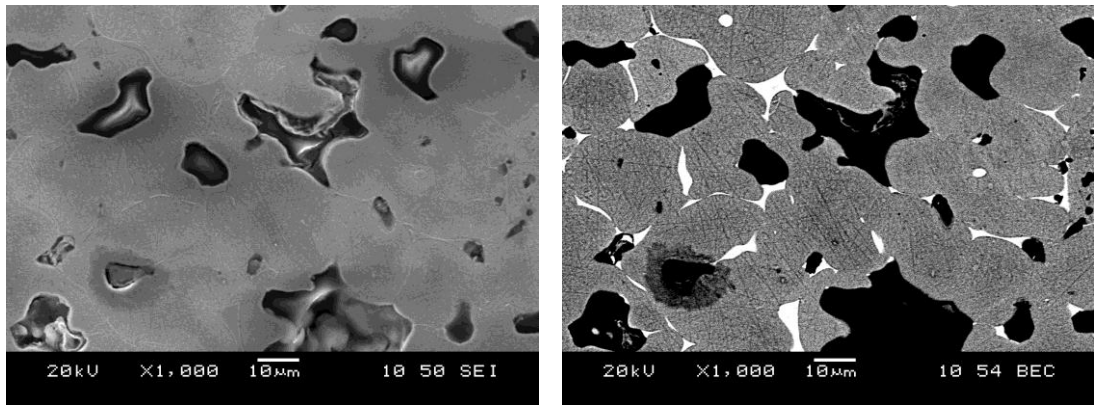


(e)

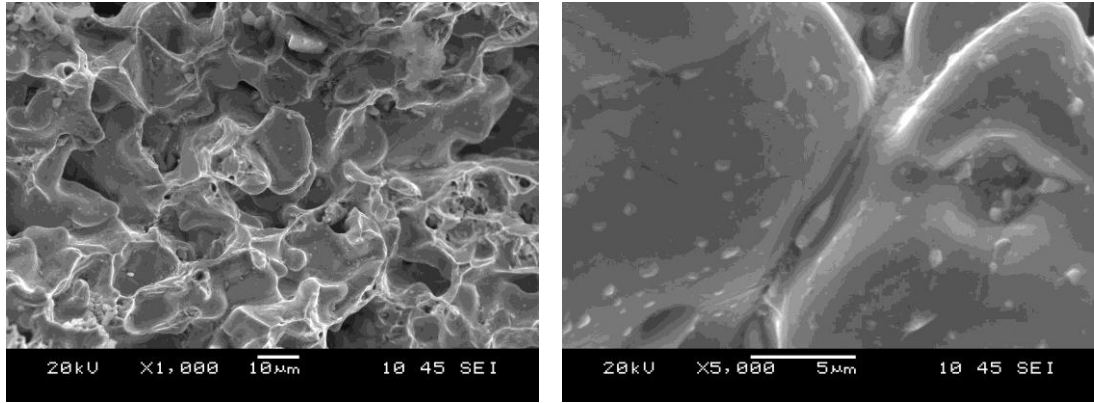
(f)

Şekil 7.17 Mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-Cu ve Fe-bronz kompaktların eğme sonucu oluşan kırık yüzeyi SEM görüntüleri ağırlıkça (a) %2Cu, (b) %2Bronz, (c) %3Cu, (d) %3Bronz, (e) %4Cu, (f) %4Bronz katkı

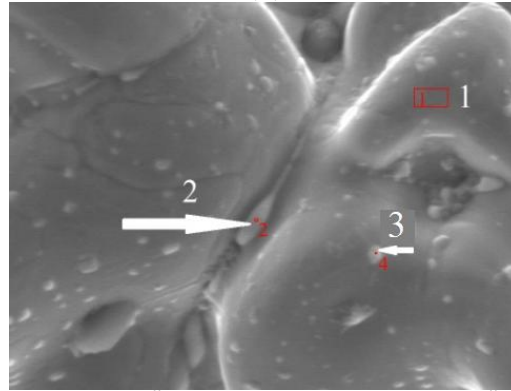
Şekil 7.18, 7.19 ve 7.20’de ise mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %8, 10 ve 12 Cu içeren Fe-Cu kompaktların kesitten ve kırık yüzey görüntüleri bir arada verilmiştir. Kesitten belirlenen çözünürlük limiti üzerindeki bakırın Fe-Cu alaşımı parçacıklar arasında katılaştığı BEC modunda x5000 büyütmede çekilen görüntülerinde görülmektedir. Yapılan analiz sonucunda bu fazların bakırca zengin Fe-Cu alaşımı olduğu anlaşılmaktadır. Fe-Cu alaşımı parçacıklarda ise bakırın ağırlıkça % 6,8 - 8 aralığında çözündüğü belirlenmiştir. Kırık yüzeyler ise kompaktların sünek davranış sergilediğini göstermektedir.



(a)



(b)

**1. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.	
Fe	93.529	92.702	wt.%
Cu	6.471	7.298	wt.%
	100.000	100.000	wt.%
Total			

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
Fe	Ka	422.68	6.601	92.702	wt.%
Cu	Ka	17.39	1.339	7.298	wt.%
					100.000 wt.%
Total					

kV 20.0  
Takeoff Angle 35.0°  
Elapsed Livetime 38.8

**2. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.	
Fe	45.134	41.959	wt.%
Cu	54.866	58.041	wt.%
	100.000	100.000	wt.%
Total			

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
Fe	Ka	211.51	7.049	41.959	wt.%
Cu	Ka	147.48	5.886	58.041	wt.%
					100.000 wt.%
Total					

kV 20.0  
Takeoff Angle 35.0°  
Elapsed Livetime 17.0

**3. BÖLGE**

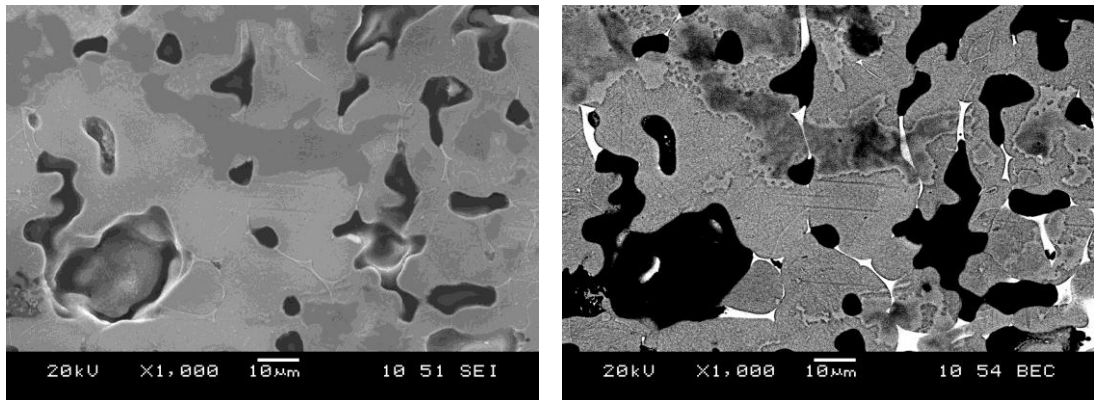
Component	Mole Conc.	Conc.	
Fe	92.878	91.975	wt.%
Cu	7.122	8.025	wt.%
	100.000	100.000	wt.%
Total			

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
Fe	Ka	348.53	11.814	91.975	wt.%
Cu	Ka	15.89	2.523	8.025	wt.%
					100.000 wt.%
Total					

kV 20.0  
Takeoff Angle 35.0°  
Elapsed Livetime 10.0

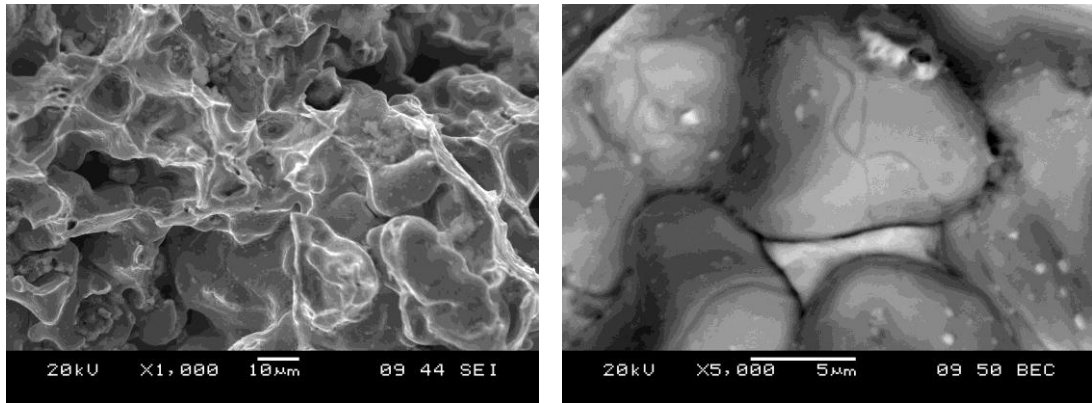
(c)

Şekil 7.18 Mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %8Cu katkılı Fe-8Cu kodlu kompaktın (a) kesitten, SEI ve BEC modunda, (b) eğme sonucu oluşan kırık yüzeyi SEM görüntüleri ve (c) EDS analizi

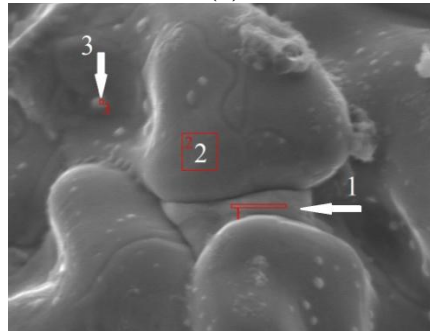


(a)





(b)

**1. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.		
Fe	30.987	28.294	wt.%	
Cu	69.013	71.706	wt.%	
	100.000	100.000	wt.%	Total

Elk.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
Fe	Ka	111.94	4.173	28.294	wt.%
Cu	Ka	137.77	4.630	71.706	wt.%
				100.000	wt.%
					Total

kV	20.0
Takeoff Angle	35.0°
Elapsed Livetime	25.7

**2. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.		
Fe	93.981	93.208	wt.%	
Cu	6.019	6.792	wt.%	
	100.000	100.000	wt.%	Total

Elk.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
Fe	Ka	343.26	6.454	93.208	wt.%
Cu	Ka	13.07	1.260	6.792	wt.%
				100.000	wt.%
					Total

kV	20.0
Takeoff Angle	35.0°
Elapsed Livetime	33.0

**3. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.		
Fe	94.145	93.391	wt.%	
Cu	5.855	6.609	wt.%	
	100.000	100.000	wt.%	Total

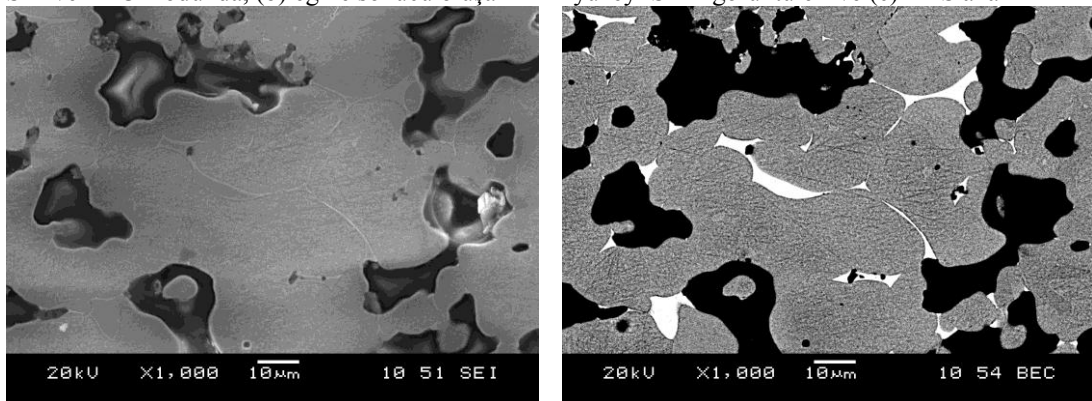
Elk.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
Fe	Ka	357.89	12.688	93.391	wt.%
Cu	Ka	13.23	2.440	6.609	wt.%
				100.000	wt.%
					Total

kV	20.0
Takeoff Angle	35.0°
Elapsed Livetime	8.9

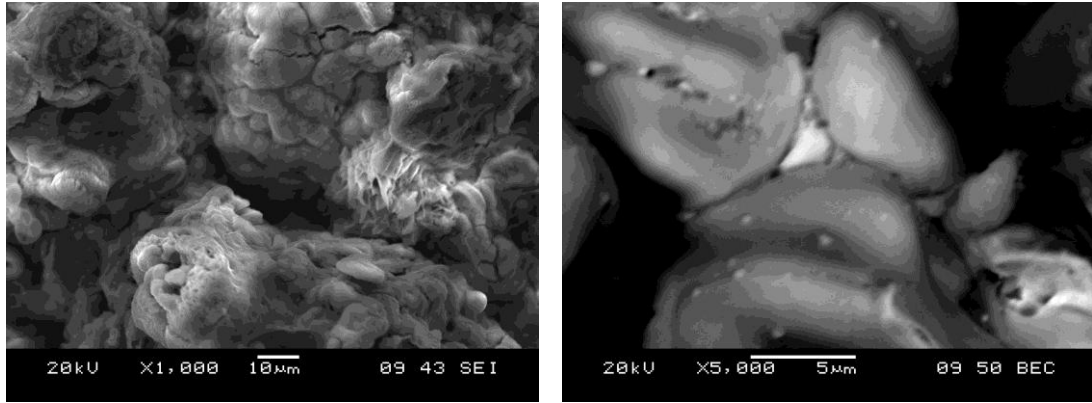
(c)

Şekil 7.19 Mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %10Cu katkılı Fe-10Cu kodlu kompaktın (a) kesitten, SEI ve BEC modunda, (b) eğme sonucu oluşan kırık yüzeyi SEM görüntüleri ve (c) EDS analizi

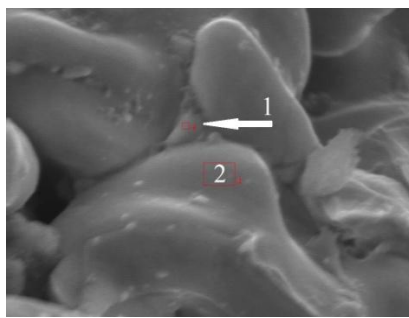


(a)





(b)

**1. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.	
Fe	17.119	15.363	wt.%
Cu	82.881	84.637	wt.%
	100.000	100.000	wt.%
			Total

Elit.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc
Fe	Ka	68.99	4.331	15.363 wt.%
Cu	Ka	171.91	6.837	84.637 wt.%
				100.000 wt.%
				Total

kV	20.0
Takeoff Angle	35.0°
Elapsed Livetime	14.7

**2. BÖLGE**

Component	Mole Conc.	Conc.	
Fe	92.994	92.104	wt.%
Cu	7.006	7.896	wt.%
	100.000	100.000	wt.%
			Total

Elit.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc
Fe	Ka	318.90	8.414	92.104 wt.%
Cu	Ka	14.29	1.781	7.896 wt.%
				100.000 wt.%
				Total

kV	20.0
Takeoff Angle	35.0°
Elapsed Livetime	18.0

(c)

Şekil 7.20 Mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça %12Cu katkı Fe-12Cu kodlu kompaktın (a) kesitten SEI ve BEC modunda, (b) eğme sonucu oluşan kırık yüzeyi SEM görüntüleri ve (c) EDS analizi

### 7.8.4 316L Paslanmaz Çelik Kompaktlar İçin Bulgular

#### 7.8.4.1 Kompaktlaşma Basıncının 316L Kompaktlara Etkisi

Kompaktlaşma basıncının geleneksel ve mikrodalga yöntemler ile sinterlenmiş 316L kompaktlara etkisini irdelemek için 600MPa, 750MPa ve 900MPa'da preslenmiş üç nokta eğme numuneleri kullanılmıştır. Geleneksel ve mikrodalga sinterleme işlemleri 1250°C'de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Kompaktların oluşturulma ve sinterleme şartları Tablo 7.9'da ve sinterleme sonucu fiziksel değişimler ve eğme dayanımı değişimi Tablo 7.10'da verilmiştir. Bu tabloda optik mikroskopta kesitten x200 büyütmede yapılan görüntü analizi ile elde edilmiş ortalama tane boyutu da verilmiştir.

Tablo 7.9 316L kompaktların oluşturulma ve sinterleme şartları

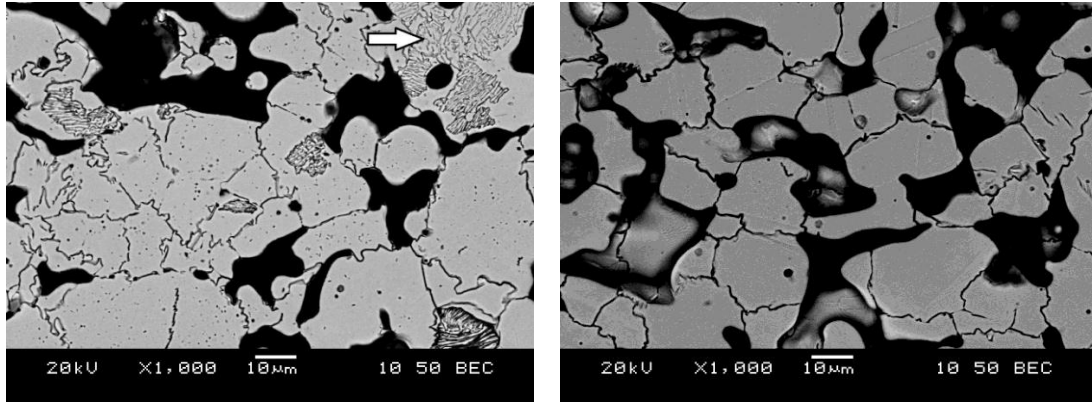
Numune kodu	Bileşeni	Sıkıştırma Basıncı (MPa)	Sinterleme Sıcaklığı ( °C)	Sinterleme süresi (dk)	Sinterleme yöntemi (*)
<b>P600</b>	316L bileşimi	600	1250	30	MDS ve GS
<b>P750</b>	316L bileşimi	750	1250	30	MDS ve GS
<b>P900</b>	316L bileşimi	900	1250	30	MDS ve GS

(\*) MDS : Mikrodalga sinterleme, GS : Geleneksel sinterleme

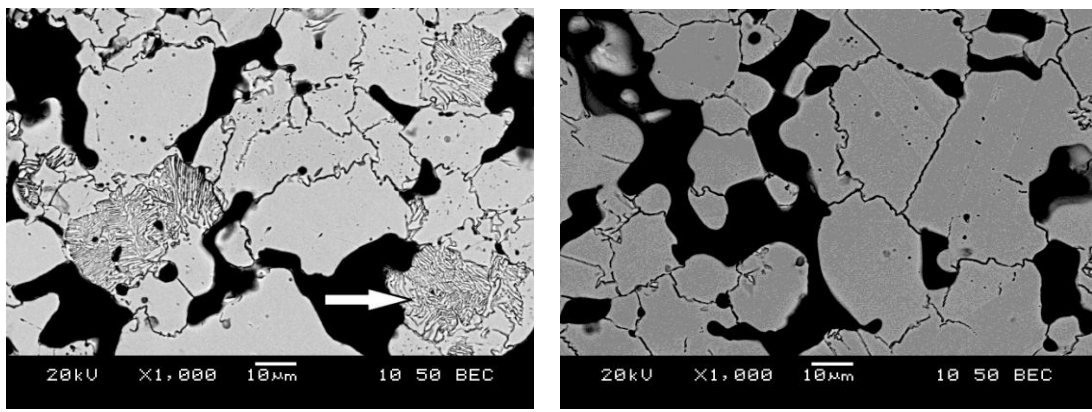
Tablo 7.10 Sinterlenmiş 316L kompaktlarda kompaktlaşma basıncına bağlı olarak meydana gelen değişimler

Kompakt basıncı (MPa)	GS yöntemi					MDS yöntemi				
	(%) Hacim değişimi	(%) Gözeneklilik	Ort. tane boyutu (µm)	çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)	(%) Hacim değişimi	(%) Gözeneklilik	Ort. tane boyutu (µm)	çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)
<b>600</b>	-2	12	20	4	545	-3,5	17	18	7,2	643
<b>750</b>	-1,7	18	17	4,9	695	-3,7	18	20	9,2	830
<b>900</b>	-1,6	14	13	5,5	756	-4,3	14	20	13,1	<b>985</b>

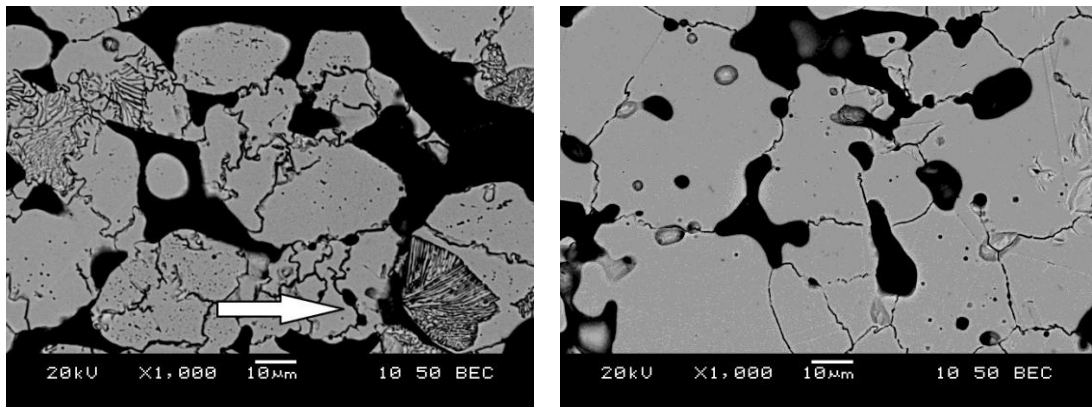
Tablo 7.10’da görüldüğü üzere artan kompaktlaşma basıncına bağlı olarak geleneksel ve mikrodalga sinterleme sonucunda eğme dayanımları da artmaktadır. Geleneksel yolla 600 MPa’da preslenen 316L kompaktın dayanımı presleme basıncını 900 MPa’a çıkararak mikrodalga sinterleme sonucunda %80 oranında artmaktadır. Geleneksel sinterlemede boyutsal değişim büzülme şeklinde gerçekleşmekte ve artan sıkıştırma basıncıyla çok azda olsa azalmakta, ortalama tane boyutu küçülmekte ve eğme dayanımı artmaktadır. Mikrodalga sinterlemede ise hacimsel büzülme sıkıştırma basıncının artmasıyla artmaya devam etmekte, tane boyutunda bir değişim gözlenmemekte ve eğme dayanımı artmaktadır. Şekil 7.21’de 316L kompaktların kesitinden BEC modunda SEM’de incelenen mikroyapı durumları görülmektedir. Geleneksel sinterlenen örneklerde okla gösterilen bazı iğnemi yapılar göze çarpmaktadır.



(a)



(b)

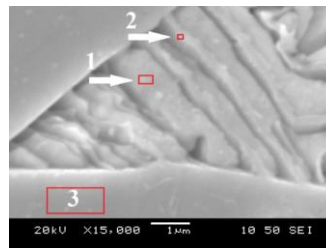
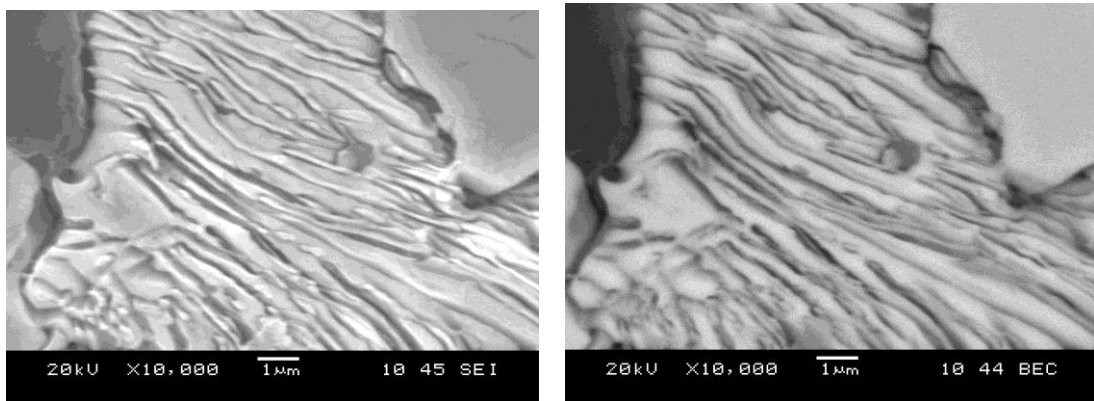


(c)

Şekil 7.21 Sol sütunda geleneksel sinterlenmiş, sağ sütunda mikrodalga ile sinterlenmiş (a) 600 MPa'da sıkıştırılmış P600, (b) 750 MPa'da sıkıştırılmış P750, (c) 900 MPa'da sıkıştırılmış P900 kodlu numunelerin kesitten BEC modunda SEM görüntüleri.

Şekil 7.22'de geleneksel yolla sinterlenmiş 316L kompaktlarda gözlenen perlitik yapının SEI ve BEC modunda elde edilen görüntüleri mevcuttur. İğnemsî bölgede ve normal tanede yapılan EDS analizi sonucunda iğnemsî yapının lamelli bir yapıya

sahip olduğu belirlenmiştir. İnce lamellerde karbon miktarının yaklaşık ağırlıkça %2,5 olması ve Cr miktarının diğer analizi yapılan bölgelerden nispeten yüksek olması yapının krom karbür olabileceği, kalın lamellerin ise 316L bileşiminden oluştuğunu fakat C içermediğini ve kimyasal bileşiminin normal tanelerle aynı olduğu belirlenmiştir. Bu durum yağlayıcıdaki karbonun tamamen giderilememesi sonucu yapıda karbür oluşturduğunun bir göstergesidir. Klar ve Samal (2007), kitaplarında ortamdaki karbon miktarının %0,08'i geçmesi durumunda vakum altındaki sinterlemede dahi Cr-karbürün oluşabileceğini belirtmişlerdir. Özellikle yavaş soğuma esnasında fırın içinde düşük miktarlarda karbon bulunması bile kromun yüksek karbon afinitesi dolayısıyla karbür oluşturabilmektedir.



### 1. BÖLGE

Component	Mole Conc.	Conc.	
C	0.000	0.000	wt.%
Si	2.553	1.309	wt.%
Cr	18.785	17.832	wt.%
Fe	65.882	67.166	wt.%
Ni	12.780	13.694	wt.%
	100.000	100.000	wt.%

El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
C	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%
Si	Ka	5.01	0.667	1.309	wt.%
Cr	Ka	67.36	2.446	17.832	wt.%
Fe	Ka	154.59	3.705	67.166	wt.%
Ni	Ka	21.04	1.367	13.694	wt.%

### 2. BÖLGE

Component	Mole Conc.	Conc.	
C	9.553	2.266	wt.%
Si	2.320	1.287	wt.%
Cr	18.491	18.985	wt.%
Fe	57.634	63.553	wt.%
Ni	12.003	13.910	wt.%
	100.000	100.000	wt.%

El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
C	Ka	1.36	0.338	2.266	wt.%
Si	Ka	4.93	0.643	1.287	wt.%
Cr	Ka	69.92	2.422	18.985	wt.%
Fe	Ka	144.27	3.479	63.553	wt.%
Ni	Ka	21.18	1.333	13.910	wt.%

### 3. BÖLGE

Component	Mole Conc.	Conc.	
C	0.780	0.172	wt.%
Si	2.306	1.188	wt.%
Cr	18.334	17.485	wt.%
Fe	65.811	67.409	wt.%
Ni	12.769	13.747	wt.%
	100.000	100.000	wt.%

El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	
C	Ka	0.11	0.098	0.172	wt.%
Si	Ka	4.68	0.654	1.188	wt.%
Cr	Ka	68.18	2.496	17.485	wt.%
Fe	Ka	159.83	3.822	67.409	wt.%
Ni	Ka	21.74	1.410	13.747	wt.%

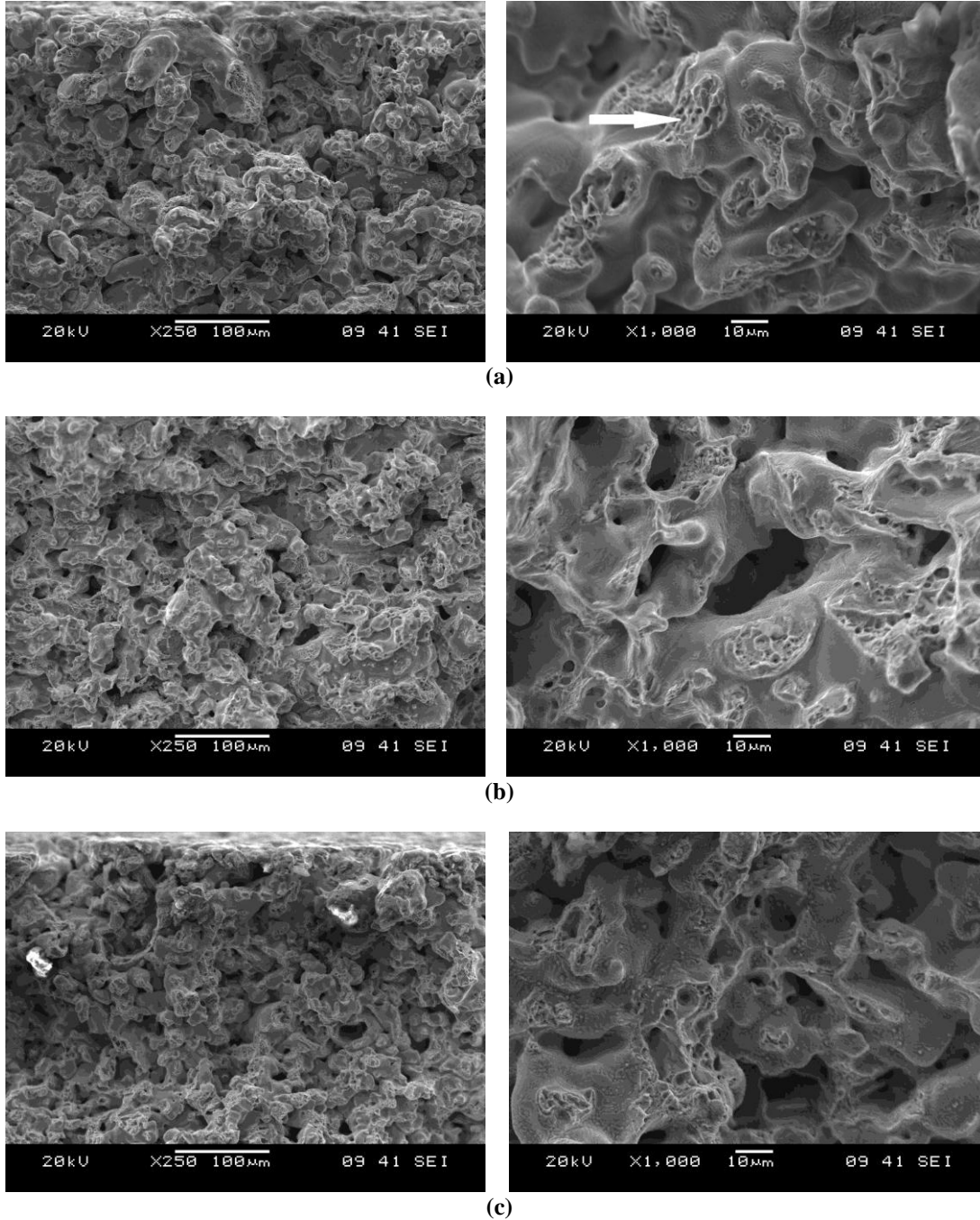
Şekil 7.22 Geleneksel sinterlenmiş 316L kompaktlarda gözlenen iğnemi yapının SEM ve EDS incelemesi.

Şekil 7.23'te ise mikrodalga ile sinterlenmiş 316L komaktların kırılma yüzeyinden alınan x250 ve x1000 büyütmedeki mikroyapı görüntüleri görülmektedir.

Sünek kırılma bölgeleri okla şekil üzerinde gösterilmiştir. Gözlemlenen süngerimsi boşluklar parçacıklar arası boyun bölgesindeki sünek kopmanın bir göstergesi olarak açığa çıkmaktadır. Kırılma yüzeyleri arasında çok belirgin olmamasına karşın Tablo 10'daki çökme miktarları artan kompaktlaşma basıncına bağlı olarak yapının daha sünek bir davranış sergilediğini, mikrodalga ile sinterleme sonucunda sünekliğin daha da arttığı tespit edilmiştir. Panda ve diğer. (2006), mikrodalga ve geleneksel yolla 316L kompaktları hidrojen atmosferinde 1400°C'de 60 dakika süre ile yaptıkları sinterleme çalışmaları sonucunda kırık yüzeylerde yaptıkları incelemede geleneksel yolla sinterlenmiş numunelerin daha sünek kırıldığını buna karşın mikrodalga ile sinterlenen örneklerin tanelerarası ayrılma şeklinde daha gevrek koptuğunu belirlemişlerdir. Bunun nedeni olarak, mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların daha uzun gözeneklerden oluşmasıyla ilişkilendirmişlerdir. Bahsedilen bulgu, bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlardan farklılık göstermektedir. Bu farklılığın nedeni Panda ve diğerlerinin süpersolidus sıcaklığında yaptıkları çalışmadaki sinterleme mekanizmasının farklı olmasından kaynaklanabilir. 316L kompaktların 1250°C'de sinterlenmesine dönük yaptıkları çalışmada mikrodalga enerjisi ile sinterleme sonucu geleneksel sinterlemeye kıyasla daha yüksek dayanım ve süneklik elde edilmiştir.

Saitou (2006) ise bazı metal kompaktların mikrodalga ile etkileşimi üzerine yaptığı çalışmada ise ilginç sonuçlara ulaşmıştır. Mikrodalga enerjisinin aktivasyon enerjisini değiştirmede dolayısıyla geleneksel sinterleme mekanizmasının değişmediğini paslanmaz çelik ve diğer kompaktlarda mikrodalga sinterlemenin büzülmeyi arttırdığını tespit etmiştir. Bunun Arrhenius fonksiyonunda malzemeye ait sabit olan  $K$  veya  $K'$  ön-exponensiyel faktörünün artmasına dayandırmıştır. Bu faktör boşluk konsantrasyonu, yüzey enerjisi, atomların titreşim frekansı ve korelasyon faktörüne bağlıdır. Ayrıca sinterleme mekanizmasının 316L kompaktta viskoz veya plastik akış; Fe ve Cu'da ise tane sınırı difüzyonu şeklinde gerçekleştiğini belirlemiştir. Tablo 7.10'da görüldüğü gibi mikrodalga ile sinterlenmiş numunelerde ki büzülme miktarının daha yüksek oluşu Saitou'nun çalışmasını desteklemektedir. Bu durumda mikrodalga ile sinterleme esnasında geleneksel sinterleme mekanizmasının çok değişmediği buna karşın Arrhenius

fonksiyonundaki ön-exponensiyel katsayısının artmasına bağlı olarak sinterleme sonuçlarında farklılıklar olduğu söylenebilir.



Şekil 7.23 (a) 600 MPa'da, (b) 750 MPa'da, (c) 900 MPa'da sıkıştırılmış mikrodalga ile sinterlenmiş 316L kompaktların eğilme deneyi sonrası kırık yüzeyi SEM görüntüleri.



#### 7.8.4.2 Cu Ve Bronz Katkısının 316L Kompaktlara Etkisi

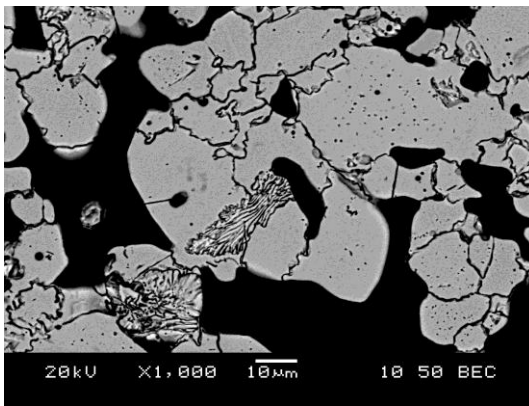
Düşük oranlarda Cu ve bronz katkısının Fe kompaktlarda eğme dayanımına etkisinin yüksek olduğu bulunmuştur. Cu, paslanmaz çelikte özellikle korozyon ve aşınma dayanımını artıran bir etki oluşturmaktadır. Cu katkısının 316L paslanmaz çeliğin mekanik özelliklerinden eğme dayanımına etkisi inceleme konusu olarak seçilmiş olup Fe kompaktlarda olumlu etkisi belirlenen ağırlıkça %85Cu ve %15Sn içeren bronz katkısının 316L paslanmaz çelik kompaktlara etkisi ise diğer inceleme konusu olarak belirlenmiştir. Bu kapsamda ağırlıkça %1, 2, 3 ve 4 Cu veya bronz katılarak 750 MPa'da sıkıştırılan 316L kompaktlar hem geleneksel yolla hem de mikrodalga yoluyla 1250°C'de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferi altında sinterlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 7.11'de verilmiştir.

Tablo 7.11 Cu ve Bronz katkılı 316L kompaktlardaki değişimler

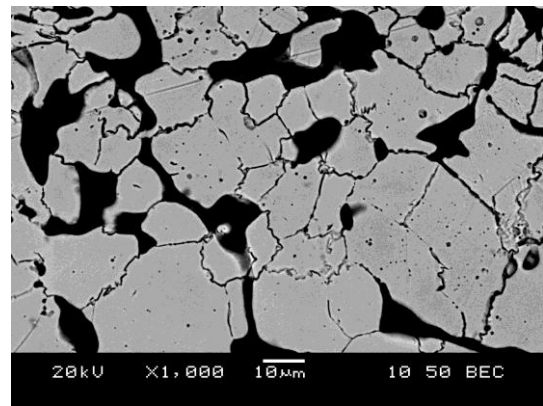
Numune kodu	Geleneksel Sinterleme					Mikrodalga Sinterleme				
	(%) Hacim değişimi	(%) Gözene klilik	Ort. Tane boyutu (µm)	Çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)	(%) Hacim değişimi	(%) Gözene klilik	Ort. Tane boyutu (µm)	Çökme miktarı (mm)	Eğme dayanımı (MPa)
<b>P750</b>	-1,73	18	17	4,9	695	-3,73	18	20	9,2	830
<b>P-1Cu</b>	-0,71	19	18	4,8	671	-0,6	16	14	6,2	695
<b>P-2Cu</b>	-0,01	20	14	4,6	643	-1,54	10	19	10,4	805
<b>P-3Cu</b>	0,44	15	20	4,8	647	0,86	12	18	7,1	693
<b>P-4Cu</b>	1,63	16	20	4,6	615	0,84	15	20	6,5	661
<b>P-1Bronz</b>	-0,64	19	20	4,8	663	-1,51	16	18	7,7	741
<b>P-2Bronz</b>	0,24	16	18	4,6	642	-0,85	14	18	10	800
<b>P-3Bronz</b>	0,97	20	22	4,9	629	-0,01	17	20	8,1	722
<b>P-4Bronz</b>	1,47	13	19	4,7	633	-0,23	17	21	7,6	719

Tablo 7.11'de görüldüğü üzere artan katkı miktarına bağlı olarak katkısız 316L kompakttaki büzülme artan bakır ve bronz miktarına bağlı olarak azalmakta dolayısıyla hacimsel genleşme artmaktadır. Tane boyutlarında çok büyük bir değişim belirlenmemiştir. Cu ve bronz katkısındaki artış geleneksel ve mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların dayanımlarını nispeten düşürmektedir. Mikrodalga ile sinterlenmiş numunelerde ağırlıkça %2 bakır veya bronz katkısı eğilme dayanımında çok fazla değişimi yol açmamaktadır ama eğilme dayanımları açısından bu katkıların 316L kompaktlar üzerinde olumsuz etkisi olduğu açıktır. Yalnız bronz katkılı kompaktların eğme dayanımının Cu katkılı kompaktlara nazaran daha yüksek olduğu

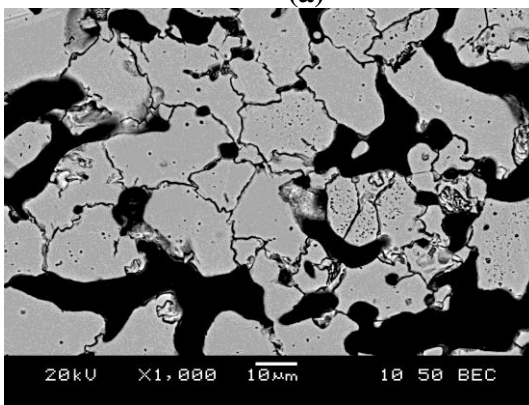
bulunmuştur. Çökme miktarları incelendiğinde geleneksel sinterleme yönteminde Cu veya bronz katkısının 316L kompaktın kırılma şekline çok etkilediği buna karşın mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktlarda katkı oranına bağlı olarak kırılma mekanizmasında farklılıklar olduğu söylenebilir. İlgi çeken bulgulardan biri olarak ağırlıkça %2 bakır veya bronz katkısı sonucunda diğer oranlara kıyasla hem daha sünek hem de daha yüksek dayanıma sahip parçacık birleşmesi olduğu söylenebilir. Ayrıca gözenek miktarlarındaki düşüş ise yoğunlaşmanın daha iyi olduğunu göstermektedir. Şekil 7.24'te mikrodalga ile sinterlenmiş bazı kompaktların BEC modunda SEM görüntüleri mevcuttur. Görüntülerde mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktlarda gözeneklerin daha küçük ve ovallaşmış şekilde yapı içinde dağıldığı görülmektedir. BEC modunda yapılan incelemede yapıda Cu veya bronza ait tane sınırlarında katılmış herhangi bir faz görülmemektedir.



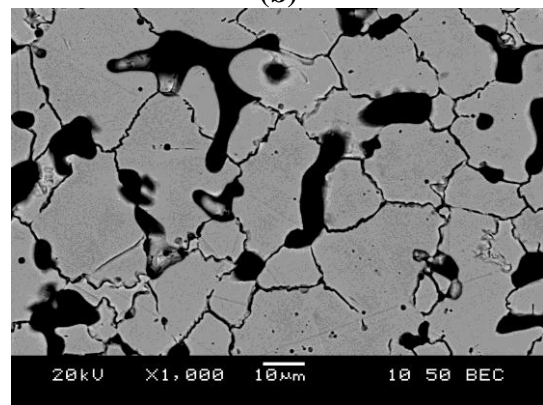
(a)



(b)

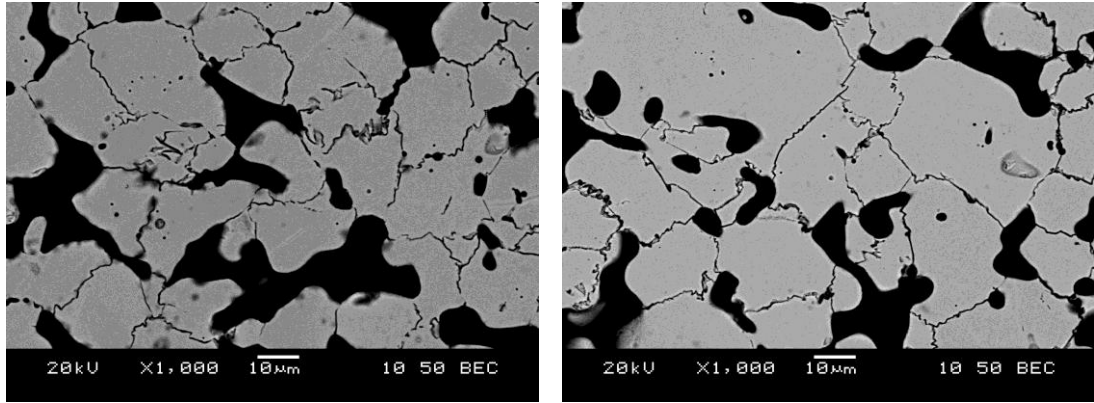


(c)



(d)



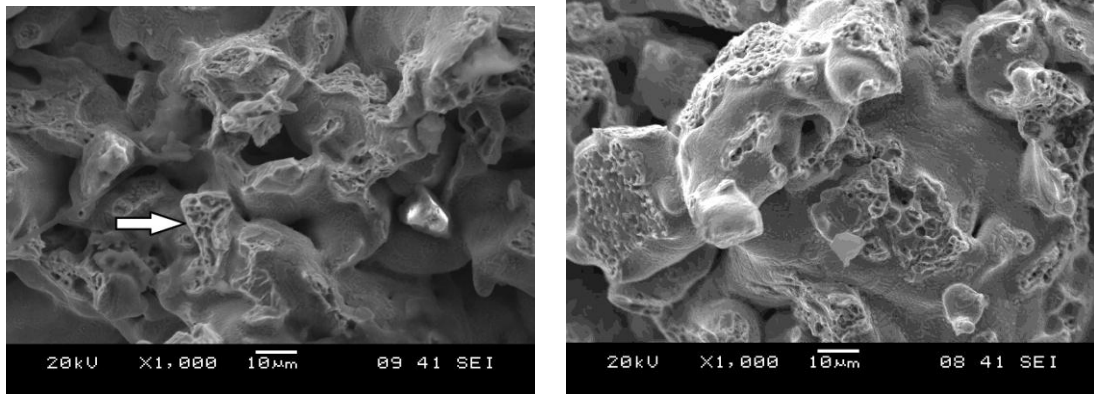


(e)

(f)

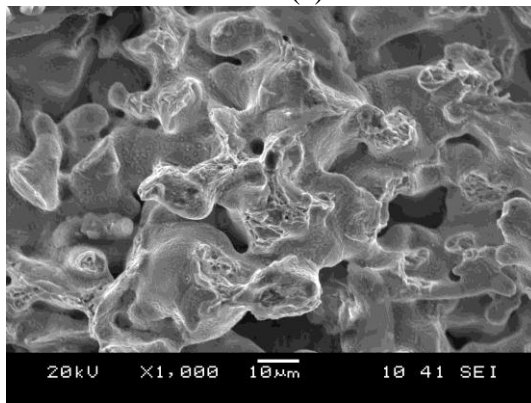
Şekil 7.24 Geleneksel yolla sinterlenen ağırlıkça (a) %1Cu, (c) %1Bronz katkılı ve mikrodalga ile sinterlenen ağırlıkça (b) %1Cu, (d) %1Bronz (e) %2Bronz, (f) %3Bronz katkılı 316L kompaktların kesitten BEC modunda SEM görüntüleri.

Şekil 7.25’de ise seçilmiş kompaktlardan mikrodalga ile sinterlenmiş olan 316L-Cu ve 316L-bronz kompaktların kırık yüzeyleri SEM görüntüleri mevcuttur. Bronz katkılı kompaktlarda okla gösterilen sünek kopma bölgelerinin daha geniş bir alana dağıldığı gözlenmektedir.

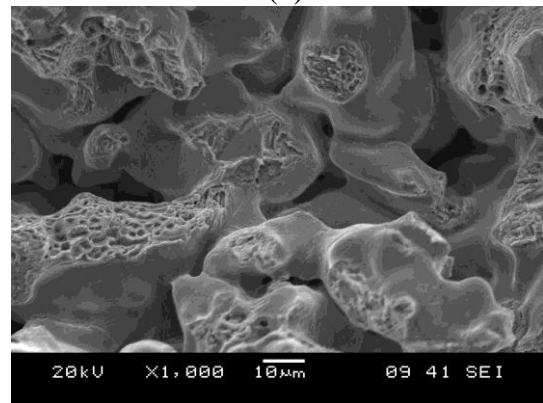


(a)

(b)



(c)



(d)

Şekil 7.25 750MPa’da sıkıştırılmış mikrodalga ile sinterlenmiş ağırlıkça (a) %1Cu, (b) %1Bronz, (c) %4Cu, (d) %4Bronz katkılı 316L kompaktların eğilme deneyi sonrası kırık yüzeyi SEM görüntüleri.

Coovattanachai ve diğ er (2007), farklı oranlarda sıvı faz oluřturucu kalay veya beyaz metal (babbitt) toz katkısıyla 316L kompaktların özelliklerini iyileřtirmeye dönük yaptıkları geleneksel sinterleme çalıřmalarında kalay veya beyaz metalin oluřturduđu sıvı faz sonucunda katı-sıvı arayüzeyindeki enerjinin azalması sonucu tane büyümesine bađlı mikroyapısal irileřmenin buna bađlı yođunlařmanın gerç ekleřtiđini belirlemiřlerdir. Mekanik özelliklerin ve sünekliđin ađırlıkça %4 veya 6 oranında kalay veya beyaz metal katkısıyla geliřtirilebileceđini bulmuřlardır. Upadhyaya (1999), yayınladıđı kitabında bakırın paslanmaz çeliklerin korozyon dayanımını geliřtirdiđini yazmıřtır. Bakır miktarı artıkça malzemenin dayanımının ve % uzamanın düřtüđünü belirtmiřtir. Mikroyapısal incelemelerde bakırın 316L parçacıklara homojen bir řekilde difüze olduđu ve demir içindeki çözünebilirlik limitinin üzerindeki oranlarda parçacıklar arasında serbest bakırın kalabileceđini belirtmiřtir. Bakırın ayrıca yapı içerisine azot difüzyonunun önüne geçebileceđini belirtmiřtir. Benzer řekilde kalay katkısı ile nitrür oluřumunun azalacađını ve korozyon dayanımının artacađını belirtmiřtir. Bu tez kapsamında yapılan çalıřmalarda, 316L kompaktlardaki ađırlıkça %4 oranına kadar olan Cu ve bronz katksının eđme dayanımını ve çökme miktarlarını düřürdüđu belirlenmiřtir. Bu düřüře rađmen mikrodalga ile sinterlenmiř bronz katkılı kompaktlar bakır katkılı kompaktlardan yaklařık %10 oranında daha yüksek dayanıma ve çökme miktarına sahiptir. Mevcut sonuçlara göre korozyon dayanımını arttırmaya dönük yapılacak çalıřmalarda Cu veya bronz katkısı durumunda eđme dayanımını ve sünekliđi olumsuz anlamda en az etkileyecek katkı oranının %2 olabileceđi bulunmuřtur.

## BÖLÜM SEKİZ

### SONUÇLAR, İRDELEMELER VE TAVSİYELER

Yapılan deneysel çalışmalarda ticari saflıkta Fe, farklı oranlarda bakır veya bronz katkılı Fe-Cu ve Fe-bronz kompaktlar 1150°C’de; 316L kalite paslanmaz çelik, Cu veya Bronz katkılı 316L-Cu ve 316L-bronz kompaktlar 1250°C’de 30 dakika süre ile %90 azot-%10 hidrojen atmosferi altında 20-30°C/dk ısıtma hızı ile mikrodalga fırında ve 10 °C/dk ısıtma hızı ile geleneksel yöntemle tüp fırında sinterlenmiştir. Yapılan karakterizasyon çalışmaları ile elde edilen veriler sonucunda :

**1-** Tüm ferro kompaktlarda yapılan 3-nokta eğme deneyi sonuçlarına göre mikrodalga enerjisi ile geleneksel sinterlemeye nazaran daha üstün eğme dayanımına sahip nihai ürün elde edilmiştir.

**2-** Ticari saflıkta Fe kompaktların hem geleneksel hem de mikrodalga enerjisi kullanılarak sinterleme sıcaklığına dönük yapılan optimizasyon çalışmaları sonucunda 1100-1250 °C sıcaklık aralığında artan sıcaklığa bağlı farklı eğme dayanımı ve yoğunlaşma gerçekleşmiştir. Acrawax C ve Zn-stearat adlı iki farklı yağlayıcıların nihai özelliklere etkisinin de incelendiği deneysel çalışmalar sonucunda Acrawax C ticari isimli yağlayıcının kullanılabilceği belirlenmiştir. En yüksek 3-nokta eğme dayanımı mikrodalga enerjisi ile sinterlenmiş Acrawax C isimli yağlayıcı katkılı kompaktlar için 1150 °C sıcaklıktaki sinterleme işlemi sonucunda elde edilmiştir.

**3-** Fe-Cu kompaktların oluşturulmasında katkı Cu parçacık şeklinin nihai özelliklere etkisini araştırmaya dönük olarak gaz atomize küresel Cu ile su atomize şekilsiz Cu tozları kullanılmıştır. 1150 °C’de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferinde yapılan geleneksel ve mikrodalga ile sinterleme sonucunda ağırlıkça %2 gaz atomize küresel Cu tozu katkılı Fe-Cu kompaktların nispeten daha yüksek eğme dayanımına ve daha yoğun bir yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Hem gaz atomize hem de su atomize Cu katkılı kompaktlarda ise mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların

nispeten daha yüksek eğme dayanımına ve daha düşük gözenek miktarına bağlı olarak daha iyi yoğunlaşmaya sahip olduğu belirlenmiştir.

**4-** Fe-Cu ikili faz diyagramına göre 1150 °C sıcaklıkta Cu'ın Yüzey Merkezli Kübik yapısına sahip östenit demir fazı içindeki çözünebilirlik limiti yaklaşık %9,2'dir. Demir kristal yapısı içerisinde çözünebilir Cu miktarındaki artışa bağlı nihai özelliklerin tespiti hem mikrodalga sinterleme hem de geleneksel sinterleme yöntemleri için gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda ticari saflıkta demir tozları ağırlıkça % 2, 3, 4, 8, 10 ve 12 oranında gaz atomize küresel Cu tozları ile kompaktlaştırılmıştır. 1150 °C'de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferinde yapılan geleneksel ve mikrodalga ile sinterleme çalışmaları sonucunda :

**i-** Hem mikrodalga hem de geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-Cu kompaktlarda artan Cu miktarına bağlı olarak hacimsel genleşme de artmaktadır. Bu durum bakırın demir içindeki çözünebilirlik limitine kadarki katkı için bakırın yer alan atomları şeklinde demir atomları arasına yerleşmesinin sonucudur. Çözünebilirlik limitinin üzerindeki bakır ise demir-bakır parçacıkları arasında katılarak hacimsel artışa neden olmuştur.

**ii-** Geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-Cu kompaktlarda en yüksek eğme dayanımı ağırlıkça %2 Cu katkısı ile 380 MPa'dır. Bu oranın üzerindeki Cu katkısı eğme dayanımını düşürmektedir. Eğme deneyi esnasında ölçülen çökme miktarları katkısız demir kompakta nazaran artan Cu miktarı ile azalmaktadır dolayısıyla Cu katkısı ile Fe-Cu kompaktın sünekliği azalmaktadır. Bunun nedeni bakır katkısına bağlı genleşmenin yanı sıra boyun bölgesinde yoğunlaşması gereken bakır atomları ile oluşan Fe-Cu alaşımının mukavemeti artırırken daha düşük sünekliğe yol açmasıdır.

**iii-** Geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-Cu kompaktların kesitinden yapılan SEM incelemeleri sonucunda ağırlıkça %8 ve üzeri Cu katkılı kompaktlarda oluşan Fe-Cu parçacıkları arasında çözünemeyen yüksek oranda bakırca zengin Cu-Fe fazının katıldığı gözlemlenmiştir. Fe-Cu faz diyagramının aksine ağırlıkça %8 Cu katkısında dahi çözünemeyen Cu'ın varlığı ya sinterleme süresinin Cu difüzyonu için

yeterli olmadığını yada TM kompaktlarda bakırın demir içindeki çözünebilirlik limitinin daha düşük olabileceği sonucuna varılmıştır.

**iv-** Mikrodalga enerjisi ile sinterlenmiş Fe-Cu kompaktlarda en yüksek eğme dayanımı ağırlıkça %3 Cu katkısı ile 438 MPa'dır. Bu oranın üzerindeki Cu katkısı eğme dayanımını düşürmektedir. Eğme deneyi esnasında ölçülen çökme miktarları katkısız demir kompakta nazaran artan Cu miktarı ile azalmaktadır dolayısıyla Cu katkısı ile Fe-Cu kompaktın sünekliği azalmaktadır.

**v-** Mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-Cu kompaktlar geleneksel yolla sinterlenmiş kompaktlardan daha yüksek eğme dayanımına sahip iken çökme miktarları ise nispeten daha düşüktür.

**5-** Fe tozları ağırlıkça %85 Cu ve % 15 Sn'dan oluşan ağırlıkça %2, 3 ve 4 oranlarında gaz atomize küresel bronz tozlarıyla karıştırılıp, kompaktlaşma sonrası geleneksel ve mikrodalga sinterleme teknikleriyle başarıyla sinterlenmiştir. 1150 °C'de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferinde yapılan geleneksel ve mikrodalga ile sinterleme çalışmaları sonucunda :

**i-** Geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-bronz kompaktlarda artan bronz miktarına bağlı olarak hacimsel genişleme artmakta, gözeneklilik ve eğme dayanımı artmakta, çökme miktarı ise azalmaktadır.

**ii-** Geleneksel yolla sinterlenmiş Fe-bronz kompaktlar için en yüksek eğme dayanımı ağırlıkça %4 bronz katkılı numunelerde 475 MPa olarak belirlenmiştir. Ticari saflıkta demir kompakta nazaran artan bronz miktarıyla çökme miktarı düşmekte, dolayısıyla kompaktın sünekliği azalmaktadır.

**iii-** Mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-bronz kompaktların dayanımı geleneksel yolla sinterlenmiş kompaktlardan daha yüksektir fakat çökme miktarları nispeten daha düşüktür.

**iv-** Mikrodalga ile sinterlenmiş Fe-bronz kompaktlarda en yüksek eğme dayanımı ağırlıkça %3 bronz katkısı ile 487 MPa'dır. Ağırlıkça %4 bronz katkısı ile dayanım 474 MPa'a düşmüştür.

v- Geleneksel yolla sinterlenmiş ticari saflıkta demir kompaktın eğme dayanımı mikrodalga sinterleme tekniği ile ağırlıkça %3 bronz katkısı ile yaklaşık %65 oranında arttırmak mümkündür.

vi- Mikroyapısal incelemeler sonucunda bronzun tamamen demir içinde çözünmediği özellikle gözenek kenarlarında yüksek oranlarda bakır içeren demirce zengin Fe-Cu-Sn alaşımı katılaşmaların olduğu görülmüştür.

6- 1150 °C'de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferinde yapılan geleneksel ve mikrodalga ile sinterleme çalışmaları sonucunda hem geleneksel sinterleme hem de mikrodalga ile sinterleme sonucunda Fe-bronz kompaktların eğme dayanımı Fe-Cu kompaktlardan daha yüksek bulunmuştur. Bu farklılığın ortaya çıkmasındaki etmenlerden biri ağırlıkça %85Cu-%15Sn alaşımı bronzun ergime sıcaklığının ticari saflıkta bakıra nazaran yaklaşık 120 °C daha düşük olması sonucu sıvı faz oluşumunun bakıra nazaran daha erken olmasına bağlı Cu ve Sn difüzyonu için daha fazla sürenin olması diğeri ise kalayın demirin mukavimleşme mekanizmasına olan katkısıdır. Ayrıca bronzun demir içindeki difüzyon katsayısı bakırın yaklaşık dört katıdır. Dolayısıyla bronzun demir içine difüzyonu daha hızlı gerçekleşmekte buna bağlı mukavemet artışında olumlu yönde gelişmektedir.

7- 316L paslanmaz çelik kompaktlar için 1250 °C'de 30 dakika süre ile %90N<sub>2</sub>-%10H<sub>2</sub> atmosferinde yapılan hem geleneksel sinterleme hem de mikrodalga sinterlemede kompaktlaşma basıncı 600 MPa'dan 900 MPa'a çıktıkça, eğme dayanımları ve çökme miktarları artmaktadır. Geleneksel sinterleme sonucunda elde edilen en yüksek eğme dayanımı 756 MPa ve çökme miktarı 5,5 mm iken, mikrodalga sinterleme sonucunda eğme dayanımı 985 MPa ve çökme miktarı 13,1 mm'dir. Bu sonuçlar mikrodalga ile sinterlenmiş 316L kompaktlarda parçacıklar arası boyun oluşumu ile birleşmenin daha iyi olduğunu göstermektedir. Geleneksel sinterlemede ortalama tane boyutu artan kompaktlaşma basıncıyla azalmaktadır. Bu durum, sıkıştırma basıncının artışıyla daha fazla parçacığın kırılarak daha küçük parçacıklar şeklinde kompakt içinde dağıldığını göstermektedir. Mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktlarda ise sıkıştırma basıncına bağlı olarak ortalama tane boyutu çok değişmemektedir. Sinterlenmiş 316L kompaktlarda tane boyutunun aynı

kalması; mikrodalga ile sinterleme esnasında tane büyümesi ile gerçekleşen yoğunlaşmanın sonucudur.

**8-** Korozyon ve aşınma direncini geliştirmek amacıyla 316L paslanmaz çeliğe alaşım elemanı olarak ilave edilen bakırın ve alternatif olarak araştırılan bronzun 316L kompaktların eğme dayanımına etkileri incelendiğinde hem geleneksel sinterleme hem de mikrodalga sinterleme sonucunda katkıların eğme dayanımına olumsuz etkileri olduğu belirlenmiştir. En yüksek eğme dayanımları %2 Cu katkısı için 805 MPa ve %2 Bronz katkısı için 800 MPa olarak ölçülmüştür. 750 MPa'da sıkıştırılmış katkısız 316L kompaktın eğme dayanımı ise 830 MPa'dır. Eğme dayanımı ve çökme miktarları karşılaştırıldığında mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktlarda yoğunlaşma ve süneklik daha iyidir.

**9-** Demir içindeki alaşım elementi çeşidi arttıkça geleneksel sinterlemeye nazaran mikrodalga sinterlemede eğme dayanımlarındaki olumlu gelişmenin irdelenmesi mevcut ölçüm teknikleriyle oldukça zordur. Tez kapsamında yapılan çalışmalarda demir içindeki alaşım elementi türü ve çeşitliliğine bağlı olarak parçacık birleşmesinin bir göstergesi olan eğme dayanımlarında kendini daha çok hissettirdiği ve özellikle paslanmaz çelikte çökme miktarlarındaki artış sonucu daha sünek bir yapıya ulaşması sinterleme mekanizmasını daha hızlı gerçekleştirdiğini göstermektedir. Unutulmamalıdır ki mikrodalga elektromagnetik alanı kompaktın her hacminde kontakt halindeki parçacıkların bileşen ve morfolojik farklılığına göre farklı etkileşime girmektedir.

**10-** Tüm kompaktların mikrodalga enerjisi ile işlenmesinde 1000 Watt'lık bir güç ile ortalama 15-20°C/dk ısıtma rejimi ile sinterleme sıcaklığına çıkmak mümkündür. Daha yüksek mikrodalga enerji gücü ile daha hızlı ısıtma rejimi ve daha yüksek sinterleme sıcaklıkları ve daha kısa sinterleme süreleri sağlanabilir. Bu parametreler üretim tekniğine bağlı olarak mekanik özelliklerin değişimini incelemeye kullanılabilir.

**11-** Gelecek çalışmalarda mikrodalga ile sinterleme mekanizmasının daha iyi anlaşılması için küresel tozlarla sinterleme çalışmaları yapılarak boyun büyüme kinetiği ve difüzyon kinetiği incelenebilir. Bu kapsamda metal enjeksiyon kalıplama

ile üretilmiş parçaların mikrodalga enerjisi ile sinterlenmesi ve geleneksel sinterleme sonuçlarıyla kıyaslanması hedeflenmektedir.

**12-** Tez kapsamında yapılan mikrodalga sinterleme çalışmalarında kontrollü uygulanan mikrodalga güç ile numunenin 20-30°C/dk ile hedeflenen sinterleme sıcaklığa çıkarılması sağlanmıştır. Uygulanacak daha yüksek güç sonucu daha hızlı ısıtma rejimi ile daha kısa sürede hedeflenen sıcaklığa çıkılması sağlanarak mekanik ve mikroyapısal özelliklerdeki değişim incelenmelidir.

**13-** Mikrodalga enerjisinin etki alanındaki malzemelerin dielektrik özelliklerine bağlı olarak etkileşimi farklılık gösterdiğinden dolayı toz metalurjisi ile üretilmiş metal matrisli kompozitlerin sinterleme çalışmalarındaki etkisi de diğer bir inceleme alanı olarak ön plana çıkmaktadır.



## KAYNAKLAR

- Albee, T.R., dePouiloff, P., Ramsey, G.L., Regan, G.E. (1997). Enhanced powder metal materials for exhaust system componenets. SAE Paper 970281, *SAE International Convention*, Detroit, MI, USA
- Ambs, H.D., & Stosuy, A. (1977). *The powder metallurgy of stainless steels, handbook of stainless steels*. Peckner, D. & Bernstein, I.M. Ed., *McGraw-Hill Publishing Co.*, NY
- Anklekar, R.M., Agrawal, D.K., Roy, R. (2001). Microwave sintering and mechanical properties of PM copper steel. *Powder Metallurgy*, Vol. 44 No. 4 355-362
- Baran, M.C., Segall, A.E., Shaw, B.A., Kopech, H.M., Haberberger, T.E. (1997) Evaluation of P/M ferritic stainless steel alloys for automotive exhaust applicaitons. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, ed. McKnoth, R.A., Webb, R. , MPIF, Princeton, NJ, 9/45-59
- Barua, S.K. & Ainsworth, P.A. (1971). Further aspects of sintering iron-powder compacts containing tin and copper. *3rd European Powder Metallurgy Symposium*, Brighton'71, 323
- Benesovky, F. & Keiffer, R. (1950). *Berg-u.Hunttenmann Monatsh*, vol (8), 145
- Bocchini, G.B.& Marchini, A.(1985). *In Modern Developments in Powder Metallurgy*, Metal Powder Industries Federation, 17, 767
- Bron, V.A. (1963). Some crystal-chemical relationships in the activated sintering of highly refractory oxides in the solid state. *Soviet Powder Met. Metal Ceram.* Vol. 2, pp. 339-344
- Buchelnikov, V.D., Louzguine-Luzgin, D.V., Anzulevich, A.P., Bychkov, I.V., Yoshikawa, N., Sato, M., Inoue, A (2008). Modeling of microwave heating of metallic powders. *Physica B*, 403, 4053–4058
- Canon, H.S. (1953). *In Proceedings 1st Plansee Seminar*, 106

- Chatterjee, S.K, Evans-Castel, J.V. & Ainsworth, P.A. (1977). *Powder Metallurgy*, 4,153
- Chatterjee, S.K. & MacKey, C.A. (1980). *Powder Metallurgy*, 4, 183
- Chatterjee, S.K. & Thwaites, C.J. (1981). *Powder Metallurgy International*, 12, No:3,118
- Chiou.S. & Wang.W. (1986). *Powder Metallurgy International* , 18 (6), 411.
- Coovattanachai, O., Tosangthum, N., Morakotjinda, M., Yotkaew, T., Daraphan, A., Krataitong, R., Vetayanugul, B., Tongsri, R. (2007). Performance improvement of P/M 316L by addition of liquid phase forming powder. *Materials Science and Engineering A*, 440–445
- Daniel B. Butrymowicz D.B., Manning, J.R. Read M.E. (1971). Diffusion in copper and copper alloys part IV. Diffusion in systems involving elements of group VIII. *J. Phys. Chem. Ref. Data* Vol.5, No:1, 103-200
- Danninger, H. ( 1992). *Powder Metallurgy International*, 24,No.2, 1992, 73
- Desforges, C.D., Duckworth, W.E. & Ryan, T.F.J.N. (1975). *Manganese Metallurgy*, Manganese Centre
- Dube, D.C., Ramesh, P.D., Cheng, J., Lanagan, M.T., Agrawal, D., Roy, R. (2004). Experimental evidence of redistribution of fields during processing in a high-power microwave cavity. *Applied Physics Letters*, 85 (16), 3632–3634.
- Eisenkolb, F. (1955). Die Neue Entwicklung der Pulvermetallurgische. *Verlag Technik- Berlin*, 276
- Esper, F.J., Freise, K.H. & Zeller, R.(1969). *International Journal of Powder Metallurgy*, 5(13), 19
- Fedorchenko, I.M. & Ivananova, I.I. (1996). *Poroshkovaya Metallurgia*, 10, 31
- Froschauer, L. & Fulrath, R.M. (1975). *Journal of Materials Science*, 10, 2146

- Geguzin, Y. E. & Boiko, Y. I. (1982). Self-diffusion coefficients obtained in model sintering experiments. *Soviet Powder Met. Metal Ceram.* Vol. 21, pp. 271-273
- German R.M. (1998). *Powder metallurgy of iron and steel.* John Wiley & Sons Inc. New York, USA
- German, R.M. (1979). Some sources of activation energy errors in sintering experiments. *Powder Met.* Vol. 22, pp. 29-30
- German, R.M. (1994) *Powder Metallurgy Science*, Second Edition, 1994, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ
- German, R.M., Editörler; Sarıtaş, S. Türker, M., Durlu, N. (2007). *Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri*, TMMD, Ankara
- German, R.M. (1996). *Sintering theory and practices.* John Wiley & Sons, Inc. USA
- Gupta, M. & Wong, W.L.E. (2005). Enhancing overall mechanical performance of metallic materials using two-directional microwave assisted rapid sintering. *Scripta Materialia*, 52, 479–483
- Hubbard, T., Couchman, K., Lall, C. (1997). Performance of stainless steel PM materials in elevated temperature applications, SAE Paper 970442, *SAE International Congress and Expo.*, Detroit, MI, USA
- Kaysser, W.A., Huppmann, W.J.& Petzow, G.(1980). *Powder Metall.* 23, 86-91
- Kim, Y., Yamane,M.,Watanabe, T. & Iwatsu, O. (1987).İn Sintering-1987, *Elsevier Applied Science*, 1, 713.
- Kingery, W.D. (1959)...*Journal of Applied Physics*, 30, 301.
- Klar, E. & Samal, P. (2007). Powder metalurgy stainless steels : processing, microstructures and properties. *ASM International*, Materials park, OH, USA
- Kubicki, B. (1995) *Sintered machine elements*, Ellis Harwood, New York

- Kutsch, U., Beiss, P., Jager, H.-J., (1997). Effect of density on mechanical properties, thermal conductivity and machinability of sintered stainless steels. *Proc. Euro PM 97 Conference* (Munich, Germany), EPMA, Shrewsbury, UK, p. 174-182
- Lee, P.F., Saxion, S., Regan, G., dePoutiloff, P. (1998). Requirements for P/M stainless steel materials in order to meet future exhaust system performance criteria. *SAE Paper 980311*, presented in SAE International Convention, Detroit, MI, USA
- Leonelli, C., Veronesi, A.P., Denti, L., Gatto, A., Iuliano, L. (2008). Microwave assisted sintering of green metal parts. *Journal of Materials Processing Technology*, 205, 489–496
- Lindskog, P. & Thombald, O. (1978). *P/M semp'78*, vol (1), 98
- Moules, T.R. & Calow, C.A. (1972). *Powder Metallurgy*, 15, 55
- Negari, A.N.M., Mamoori, R.S., Simchi, A., Ehsani, N. (2007). Determination of the physical and mechanical properties of iron-based powder materials produced by microwave sintering. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Vol. 46, Nos. 9-10, 423-428
- Naito, I. (1960). *Journal of Japon Society of Powder and Powder Metallurgy*, 7 (1), 26
- Norton, A.B., Gillett, H.W. (1914). The Approximate Melting-points of Some Commercial Copper Alloys. *J. Phys. Chem*, 18 (1), 70–77
- Novak, C. J. (1977) *Structure and constitution of wrought austenitic stainless steels*, *Handbook of stainless steels*, Peckner, D. & Bernstein, I.M. Ed., McGraw-Hill Book Co., New York, p. 4-19
- Oghbaei, M & Mirzaee, O (2010). Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 494, 175–189
- Panda, S.S., Singh, V., Upadhyaya, A., Agrawal, D. (2006). Effect of conventional and microwave sintering on the properties of yttria alumina garnet–dispersed austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, volume 37a, 2253-2264

- Petzoldt, F., Scholz, B., Park, H.S., Willert-Porada, M. (2001). Microwave Sintering of PM Steels, *International Conference on Microwave and High Frequency Heating*, Bayreuth, Germany, 598-608
- Phadke, V.B. (1981). Precipitation Hardening in Furnace-Cooled Sintered Fe – Cu Alloys. *Powder Metall.* 24, 25-31
- Ramakrishnan R. (1983). History of powder metallurgy. *Indian Journal of History of Science*, 18 (1), 109-114.
- Reinshagen, J. A. & Brockius, T. J. (1995). *Stainless steel based P/M alloys with improved corrosion resistance*, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, ed., Phillips, M., Porter, J., Vol3, MPIF, Princeton, NJ, 1995, p. 11-19 to 11-30
- Roy, R., Agrawal, D., Cheng, J. & Gedevisishvili, S. (1999). Full sintering of powdered-metal bodies in a microwave field. *Nature*, 399, 668-670
- Saitou, K. (2006). Microwave sintering of iron, cobalt, nickel, copper and stainless steel powders. *Scripta Materialia*, 54, 875–879
- Salak, A. & Miscovic, V. (1974). Porosity dependence of the mechanical properties of sintered iron compacts. *Powder Metall. Int.* Vol 6 (3), p.129
- Samal, P. K., Mars, O., Hauer, I. (2005) Effect of processing parameters on the room and elevated temperature mechanical properties of P/M 409L and 434L stainless steels, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, Vol10, James, W.B. & Chernenkoff, R.A., Compilers, MPIF, Princeton, NJ, p. 10-122 to 10-133
- Samal, P. K., Mars, O., Hauer, I. (2005) Machinability of sintered stainless steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, Ruas, C. & Tomlin, T.A., Compilers, Vol 7, MPIF, Princeton, NJ, p.7-66 to 7-78
- Samal, P.K., Terrel, J.B., Klar, E. (2001) Effect of sintering atmosphere on the corrosion resistance and mechanical properties of stainless steels, Part II. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, MPIF, Princeton, NJ, p. 7-111 to 7-120

- Sanderow, H.I. & Prucher, T. (1995) Mechanical properties of PM stainless steel : effect of composition, density and sintering conditions, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, ed., Phillips, M., Porter, J., Vol3, Part 10, MPIF, Princeton, NJ, 1995, p. 10-13 to 10-28
- Shah, S.O., McMillen, J.R., Samal, P.K., Klar, E. (1998). Development of powder metal stainless steel materials for exhaust system applications. *SAE Paper 980314*, presented at SAE International Convention, Detroit, MI, USA
- Smith, D.C., Liu, J., Smith, L.N., German, R.M. (1999). Impact of variations in sintering atmosphere on stainless steel properties. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, ed. Rose, C., Thibodeu, M., Vol.3, MPIF, Princeton, NJ, p. 3-45 to 3-54
- Thostenson, E.T., Chou T.-W., (1999), Microwave processing: fundamentals and applications, *Composites: Part A*, 30, 1055–1071
- Tracey, V.A. (1992) . In *Advances in Powder Metallurgy . Metal Powder Industries Fedaration*, Vol.(5), 66
- Trudel, Y. & Angers, R. (1975). *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology*, 11, 5
- Upadhyaya, A., Sethi ,G., Agrawal, D. (2003). Microwave sintering of Cu-12Sn alloy. *Conference*, 15–17 September 2003, Penn State University, Pennsylvania, USA
- Upadhyaya, G. S. (1999). *Sintered Metallic and Ceramic Materials: Preparation, Properties and Applications*. John wiley & Sons Ltd. New York. USA
- Wakabayashi, S., Morika, Y. & Watanabe, T. (1965). Sintered Manganase Steel, *Report of the Casting Research Laboratory*, 16, 11
- Watanabe, R.& Masuda, Y.(1973). *Transactions Japan Institute of Metal*, 14, 320
- Yao Plotkin S. & Fridman G. L. (1974) History of powder metallurgy and its literature. *Poroshkovaya Metallurgiya*, 12 (144), 94-97
- Zapf, G. (1977). Mateeriaux et Techniques, *Special issue on Powder Metallurgy*, 66