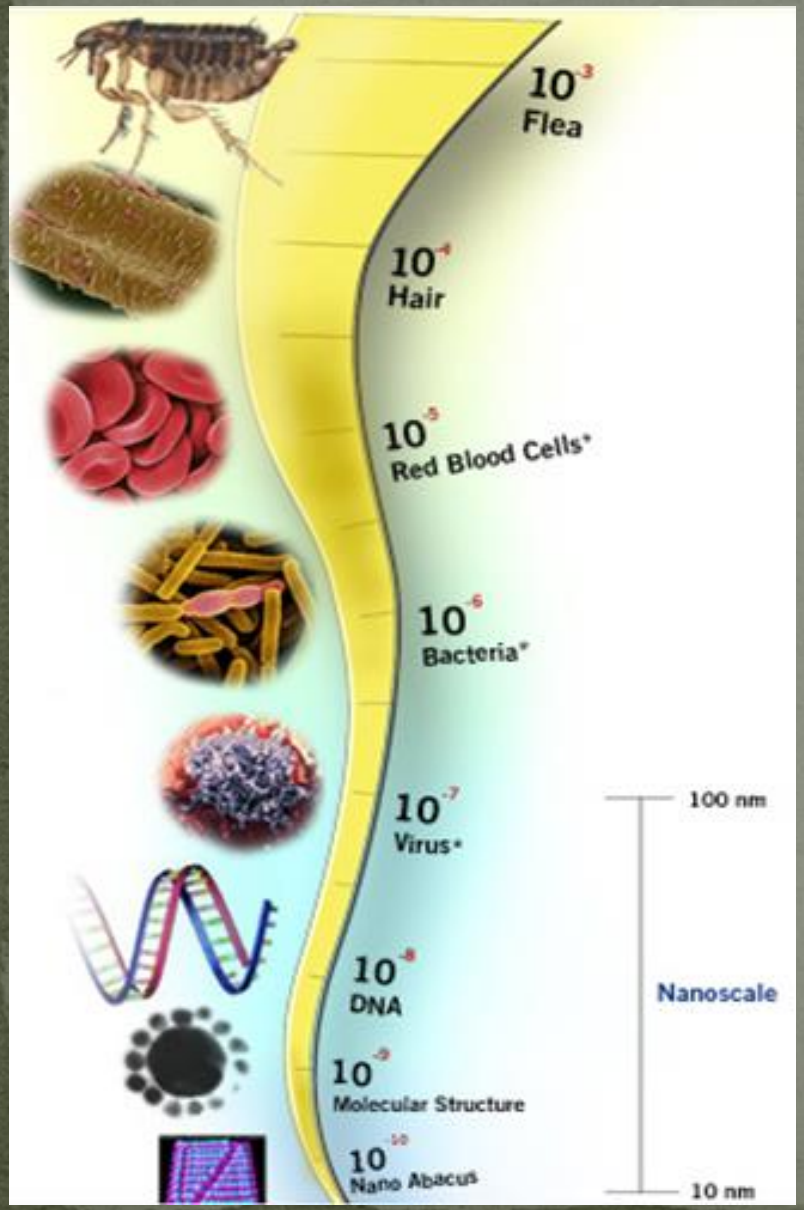
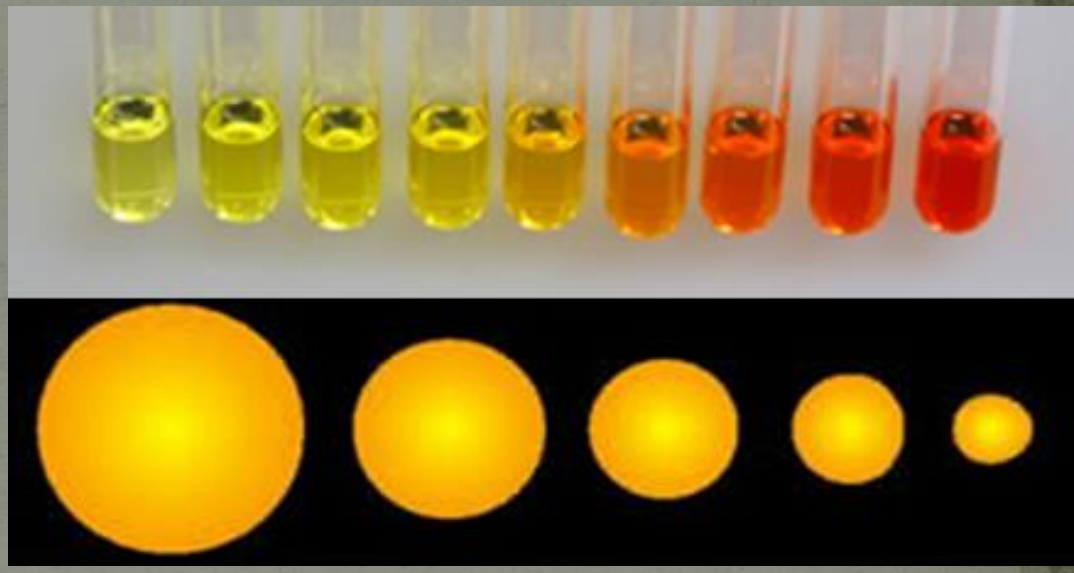
TOZ HAZIRLAMA VE ELEK ANALİZİ

İçerik

- Toz Nedir?
- Toz metalurjisinin avantajları/dezavantajları
- Toz hazırlama teknolojisi
- Uygulamalar
- Elek Analizi

Boyut





Altın taneleri

Toz NEDİR?

- Toz 1 mm’ den küçük boyuta sahip oldukça ince katılardır.

- Tozun en önemli karakteristiği, hacim başına yüksek yüzey alanına sahip olmasıdır.

- Partiküller; katı, sıvı ve gaz arasında bir davranış sergilerler.
- Bu açıdan bakıldığında tozlar yerçekimi altında akışkanlık özelliğine sahip olup kalıbı doldururlar. Bundan dolayı tozlar sıvılar gibi davranırlar. Aynı zamanda tozlar gazlar gibi sıkıştırılabilirler. Bundan dolayı tozlar nihai ürün boyutlarında kolayca şekillendirilir.

Toz Metalurjisi Neden Önemlidir?

- ✓ Talaşlı işlemelere ihtiyacı ortadan kaldırarak seri üretim
- ✓ T/M işlemi ile çok az malzeme kaybı (Verim %97)
- ✓ Belirli derecede gözeneklilik ve geçirgenlik.
- ✓ Yüksek yoğunluğa sahip parça üretimi.
- ✓ Diğer yöntemlerle işlenmesi zor bazı metaller toz metalurjisiyle şekillendirilebilir.
- ✓ T/M imalat yöntemleri ekonomik üretim için otomatize edilebilir
- ✓ T/M boyut kontrolü bakımından çoğu döküm yönteminden daha üstündür.
- ✓ Yüksek üretim hızları.
- ✓ Yüksek ergime sıcaklığına sahip metallerin imalatı.
- ✓ Karmaşık ve boyutsal hassasiyeti yüksek parçaların seri imalatı

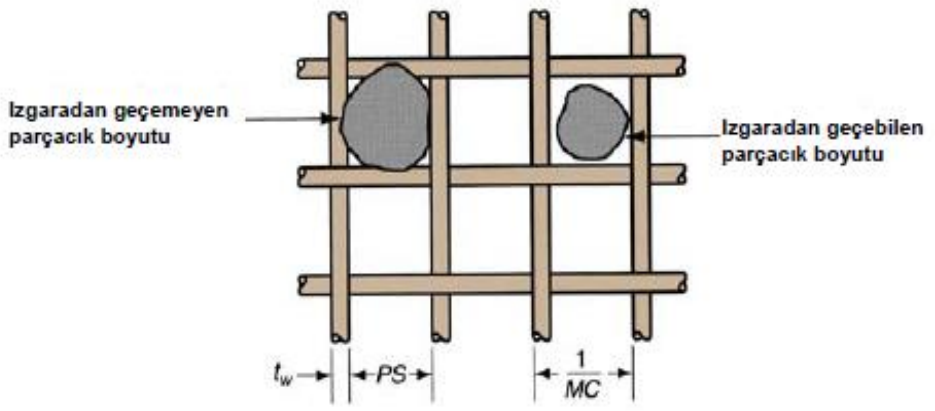
T/M İşlemenin Sınırlılıkları ve Zayıf Yönleri

- Ekipmanların yüksek maliyeti
- Parça boyunca yoğunluktaki değişimler, özellikle karmaşık geometriler için bir sorun olabilir.
- Metal tozlarının presleme sırasında kalıp içinde paralel olarak akmaması nedeniyle parça geometrisinde sınırlamalar
- Mukavemeti porozite varlığında geleneksele göre düşüktür.

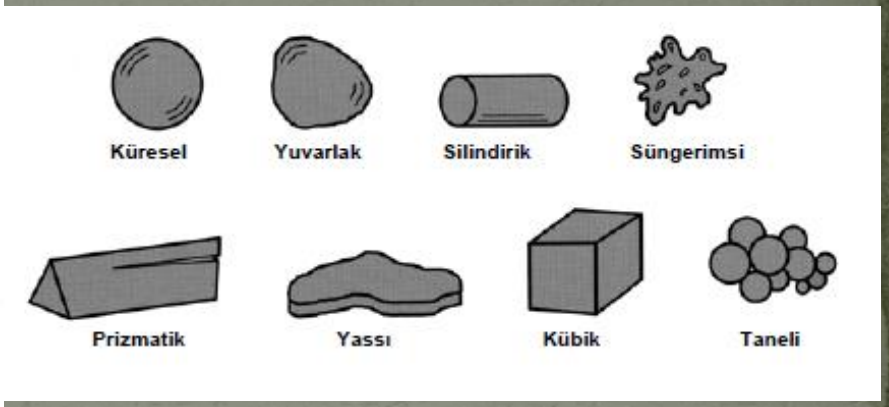
Toz Karakteristikleri Üzerine Etkili Olan Toz Özellikleri

- Kimyasal bileşim
- Partikül şekli ve boyut dağılımı
- Aglomera şekli ve dağılımı
- Partikül sertliği
- Aglomera sertliği
- Yüzey alanı
- Yüzey enerjisi
- Bulk yoğunluk
- Akış özellikleri (toz reolojisi)

Parçacık Boyutunun Ölçümü ve Muhtemel Parçacık Şekilleri

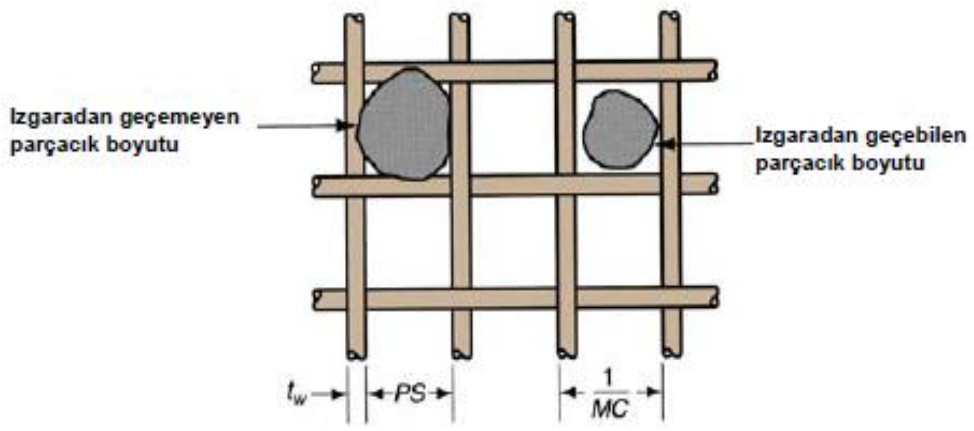


Parçacık boyutunun belirlenmesi için ızgara eleği



Elek tellerinin arasındaki kare mesh olarak tanımlanır. Mesh boyutu üzerine yaygın kabullenme inç başına düşen tel sayısıdır. 200 mesh boyutu; 1 inç' de 200 tel bulunur. Tel merkezleri arası mesafe 127 μm' dir ve tel kalınlığı 52 μm ise açıklık 75 μm demektir.

Parçacık Boyutunun Ölçümü



Parçacık boyutunun belirlenmesi için ızgara eleği

Mesh Boyutu	Açıklık (µm)
100	150
120	125
140	106
170	90
200	75
230	63
270	53

Açıklık (µm)	Ağırlık(gr)
-53	5
+53/-63	15
+63/-75	25
+75/-90	20
+90/-106	10
+106/-125	15
+125	10

Herhangi mesh boyutuna sahip elekten geçen toz için (-) işareti kullanılırken elek üzerinde kalan toz için (+) işareti kullanılır.

Toz Üretiminde Kullanılan Temel Yöntemler

1. **Mekanik Öğütme**
2. **Kimyasal Tepkime**
3. **Elektrolitik Biriktirme**
4. **Atomizasyon**

1.Mekanik Üretim Yöntemi

Bu yöntemle toz üretiminde dört temel mekanizma vardır:

Darbe; ile malzemeye ani bir kuvvet uygulanır ve böylece öncelikli olarak oluşan çatlak sonucu kırılma gerçekleşir; bunun sonucu olarak toz boyutsal bir küçülmeye uğrar.

Sürtünme; ile aşınmada partikül boyundaki azalma sürtme hareketinin bir sonucu olarak gerçekleşir.

Kayma; da kesme hareketi sonucu malzemede klivaj kırılması oluşur. Kayma mekanizması sonucu daha küçük boyutlu olarak oluşan tozlar kaba bir haldedir ve malzeme çok sert değilse bu durum genellikle toz metalurjisinde çok da karşılaşılan bir durum değildir.

Basma; mekanizması ile daha küçük boyutlarda toz üretimi ise ana malzemenin yeterli kırılganlığa sahip olması ile birlikte gerçekleşir.

1.Mekanik Üretim Yöntemi

- Metal toz elde etmek amacıyla kullanılan bu çok basit yöntem; metali tornalama, planyalama, frezeleme ve eğeleme gibi işlemlerde mekanik olarak küçük zerreler haline getirilmesinden ibarettir.
- Öğütme ile oluşturulan metal tozları soğuk sertleşmiş, düzensiz bir halde olup zayıf akışkanlık ve paketlenme özelliği gösterir.
- Öğütme birçok sünek malzeme için kullanışlı değildir. Zira öğütme esnasında iri taneler sadece yuvarlaklaşmakta, küçük taneler ise öğütücü cidarlarına ve bilyelere yapışmaktadır.
- Bu işlem genellikle karbürler, borürler, oksitler, nitrürler ve intermetalikleri kapsayan gevrek malzemelere uygulanır.

1.Mekanik Üretim Yöntemi

Coldstream tekniğinde kaba partiküller kullanılır ve tozların soğuk bir hedef malzemesi ile çarpışmasını sağlamak için yüksek hızlar ile püskürtülür. 7 MPa gibi bir basınca sahip olan gaz ile giriş tozu ilerleme hattında ivmelendirilir. Bu işlem sonucunda elde edilen ürün genel olarak 10 μm boyutunda ancak düzensiz şekilli tozdur. Düşük sıcaklıklar metal sünekliğini azaltır ve bu ise darbeli sürtünme ile parçacıkların kopması sonucu aşınmaya neden olur.

Başka bir teknik ise **kendi kendine darbeli sürtünmeli** aşınmadır. Aynı toza ait tozlar akış huzmesinden biri diğerinin üzerine yönlenir. İvmelendirilmiş toz partikülleri yüksek bir darbe hızı ile karşıt yönden gelen diğer ivmelendirilmiş tozlarla çarpışır. Böylece tozlar kırılarak boyutsal olarak küçülür. Burada amaç hedef malzemeden gelebilecek kontaminasyondan kaçınmaktır.

1.Mekanik Üretim Yöntemi

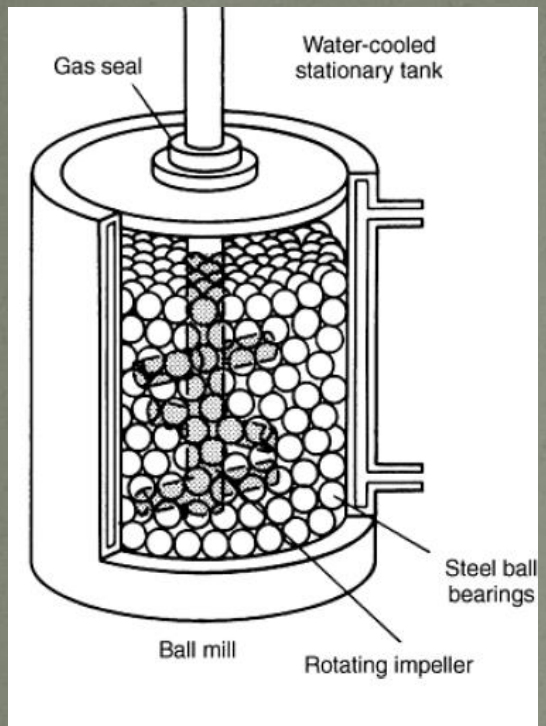
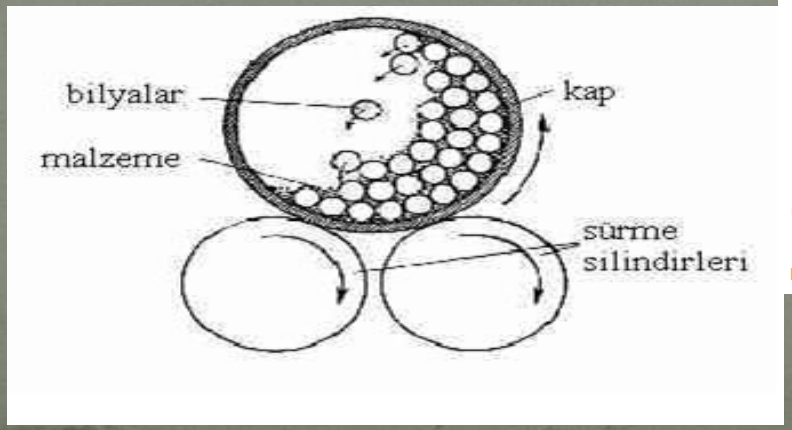
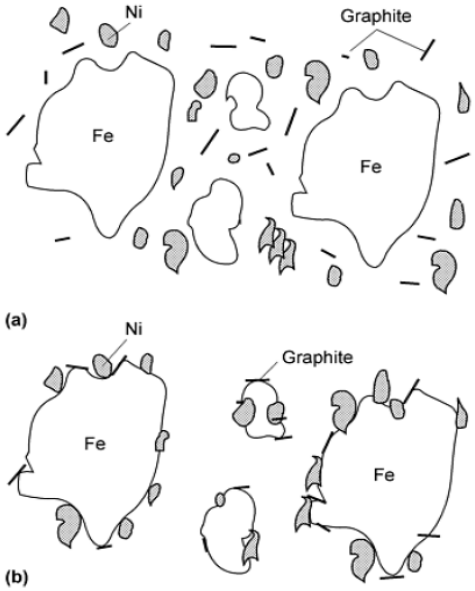


Fig. 24 Attrition ball mill

Mekanik yöntemlerle toz üretiminde kullanılan çeşitli kırıcı ve öğütme sistemleri: dişli kırıcı, döner kırıcı, merdaneli kırıcı, silindirik kırıcı, çekiçli kırıcı, bilyeli öğütücü, jet öğütücü ve disk kırıcılardır.





Mekanik alaşımlama

Fig. 3 Alloy distribution. (a) Regular premix. (b) Segregation-free premix with powder binder and bleeding

1.Mekanik Üretiminde Toz Karakteristiği

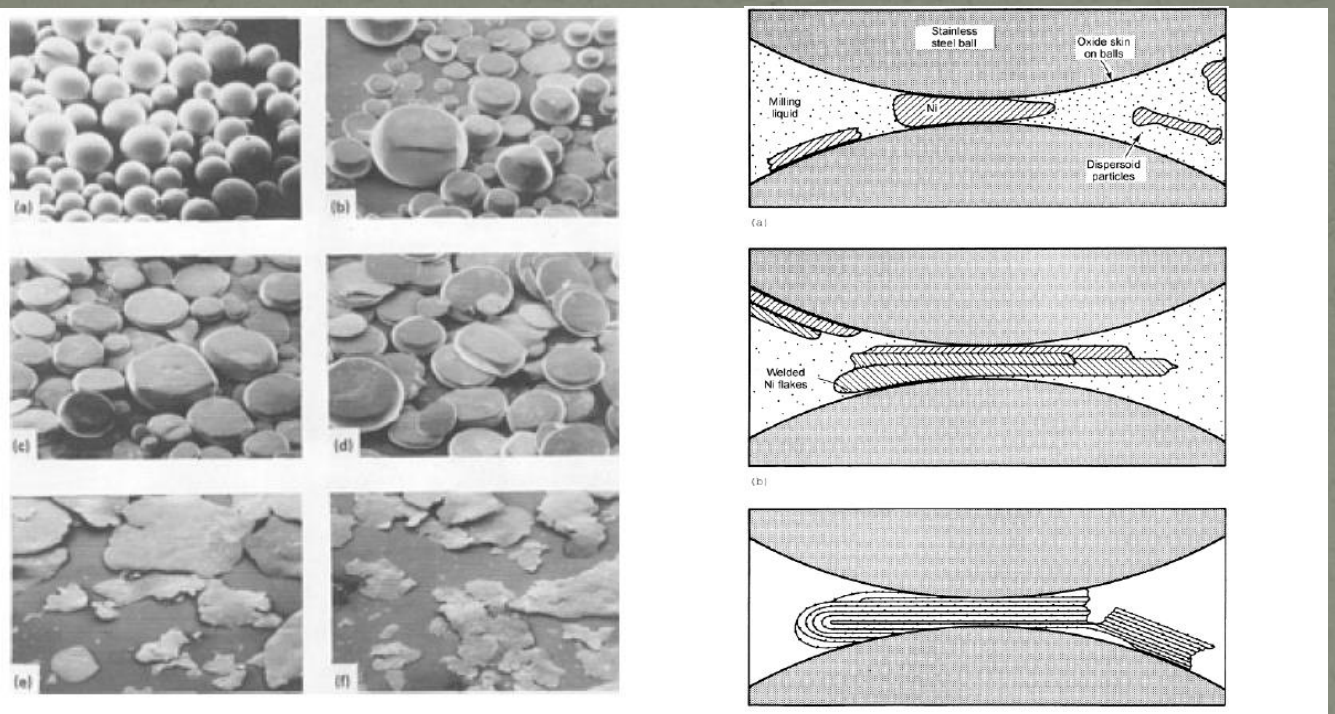


Fig. 7 Effect of milling time on particle shape change of spherical Ti-6Al-4V alloy particles. (a) As-received powder. (b) After 1 h. (c) After 2 h. (d) After 4 h. (e) After 8 h. (f) After 16 h

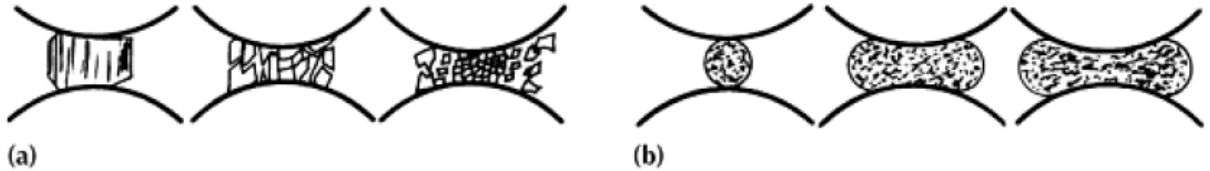
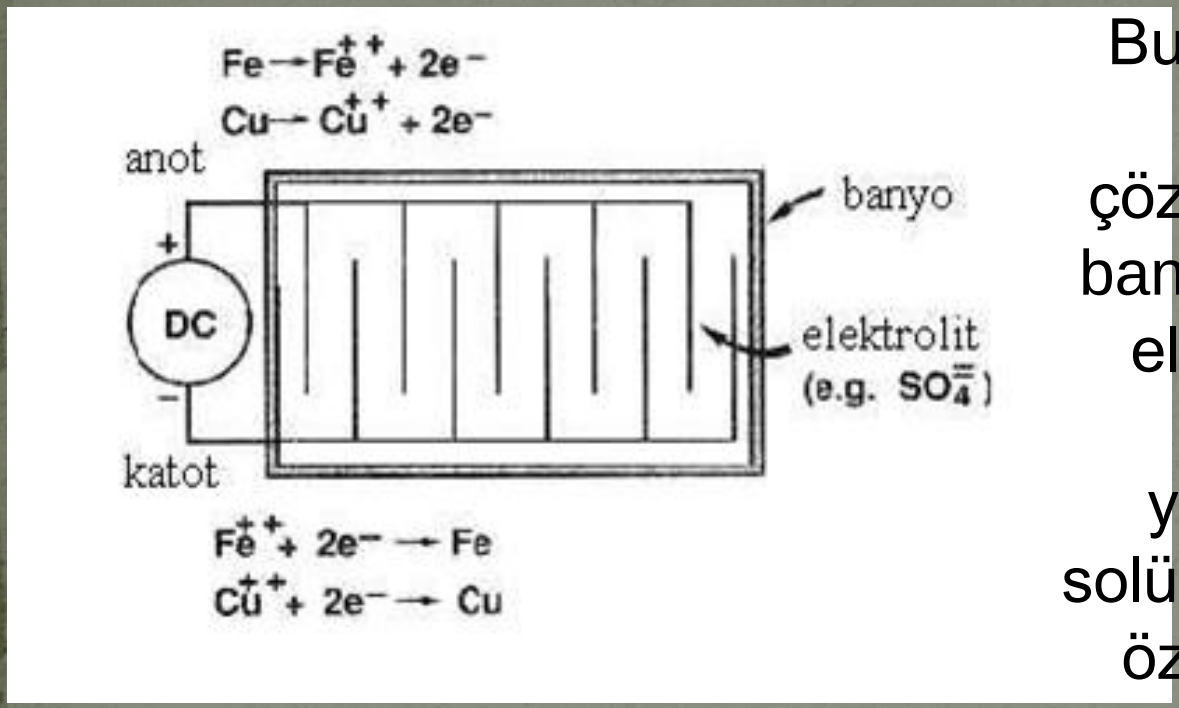


Fig. 6 Effect of impact. (a) Brittle single particle. (b) Ductile single spherical particle

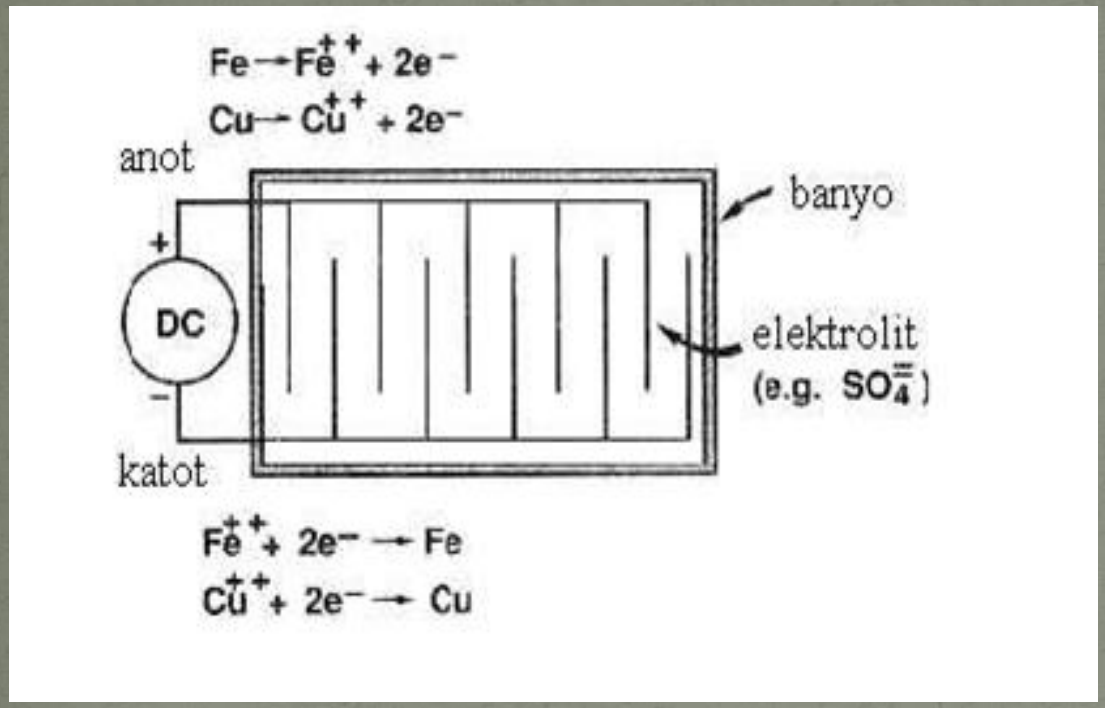
2.Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi



Bu yöntemlerde metal tozu üretimi sulu çözeltiden veya sıvı tuz banyosundan metallerin elektroliz yöntemi ile ayrıştırılmasıyla yapılmaktadır. Sulu solüsyonlarının elektrolizi özellikle bakır, demir, nikel, kobalt, çinko, kurşun, paladyum, gümüş ve mangan tozlarının üretilmesi için uygundur.

elektrolitik bir hücre içerisinde uygulanan belirli bir gerilim altında anodun çözünmesi ile başlar ve madde taşınımı ile katot üzerinde saf halde bir çökelme gerçekleşir

2.Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi



Tozların özellikleri biriktirme sırasındaki banyo ve sonraki işlem şartlarına bağlıdır. Akım yoğunluğu, iyon derişimi, viskozite,karıştırma hızı, asidik hücre kimyasalları ve kolloidal katkılar ile tozun özellikleri ayarlanabilir.

2.Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi

- Elektrolitik olarak bakır sülfat ve sülfirik asit kullanılır.
- Üretilen tozlar genellikle dendritik veya süngerimsi şekillidir.
- Tozların en büyük avantajı yüksek saflıklarıdır.
- Parçacık boyutu ve şekli önemli ölçüde kontrol edilebilir.
- Sadece metal tozlarının üretiminde kullanılmakta

3.Atomizasyon Teknikleriyle Toz Üretimi

Atomizasyon ergimiş sıvının damlacıklara parçalanmasına dayanır. Bu işlemde eriyik formdaki metal katı yüzeyle temas etmeden çok küçük damlacıklara parçalanır ve soğutulurlar. Temel prensip, eriyik haldeki metal çok ince şerit halinde akıtılır ve bu esnada bir su veya gaz jeti ile çok küçük parçacıklara parçalanarak soğutulur. Hava, azot ve argon sıklıkla kullanılan gazlardandır ve su, gazyağı-parafin ise çok sık olarak tercih edilen sıvıdır. Atomizasyon metal tozu üretiminde kullanılan en yaygın toz üretim yöntemidir.

- Gaz Atomizasyonu
- Sıvı Atomizasyonu
- Santrifüj Atomizasyonu

3.Atomizasyon Teknikleriyle Toz Üretimi

- ✓Yöntem çoğunlukla metaller, alaşımlar ve intermetalikler için kullanılmakla birlikte son zamanlarda polimer ve seramiklere de uygulanmaktadır.
- ✓Atomizasyon teknikleri ile istenen kalitede, boyut ve şekilde toz üretimi mümkündür.
- ✓Çoğu alaşım sistemi için uygulanabilir ve prosesin sürekli kontrol edilebilmesi bu yöntemi çekici diğer unsurdur.
- ✓Tozun üretiminden sonra çoğu zaman yüzey oksitlerinin azaltılması, gazlardan uzaklaştırma ve toz boyutu dağılımı gibi ürünün istenen niteliklere getirilmesi için ek işlemler yapılabilmektedir.

Gaz Atomizasyonu

✓Gaz atomizasyonu ile metal tozu üretim tekniği kimyasal homojenlik ve homojen mikroyapı gibi özelliklerden dolayı geniş kullanım alanına sahiptir.

✓Gaz atomizasyonu; sıvı metalin yüksek hızlara sahip gaz akışının etkisiyle küçük damlacıklara ayrılması işlemidir. Sıvı metal damlacıklar aniden küreselleşir, soğur ve katılaşır.

✓Gaz atomizasyon yönteminde amaç yüksek hızda genleşen gazın kinetik enerjisini sıvı metale aktararak metali küçük damlacıklara ayırmaktır.

✓Atomizasyon basıncı yüksek ve parçacık boyutu küçük olduğunda damlacıkların kristalleşmeden hızlı katılaşması mümkündür. Böylece amorf parçacıklar elde edilir.

Gaz Atomizasyonu

- ✓ **Toz boyutu ve dağılımının kontrol edilebilir olmasından dolayı tercih edilen bir yöntemdir.**

- ✓ **Atomizasyon değişkenleri sıvı metal sıcaklığı, sıvı metal debisi, metal akış borusunun geometrisi,atomizasyon hızı, nozul tasarımı ve metal akış borusu çıkıntı mesafesi gibi değişkenlerdir.**

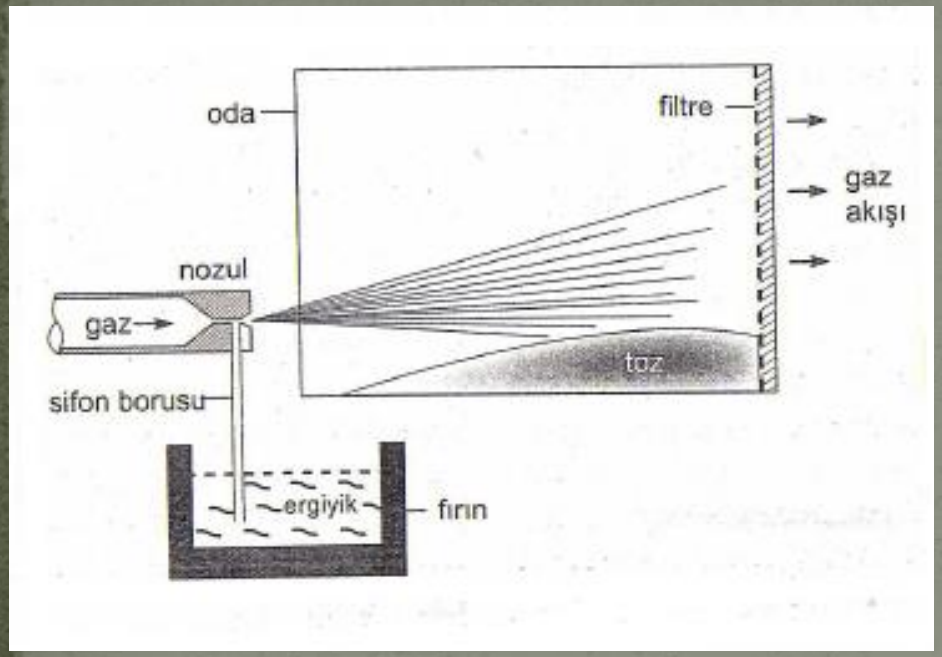
- ✓ **Tozlar tam küreseldir.**

- ✓ **Boyut dağılımı 1 µm' den 1 mm 'ye kadar değişir.**

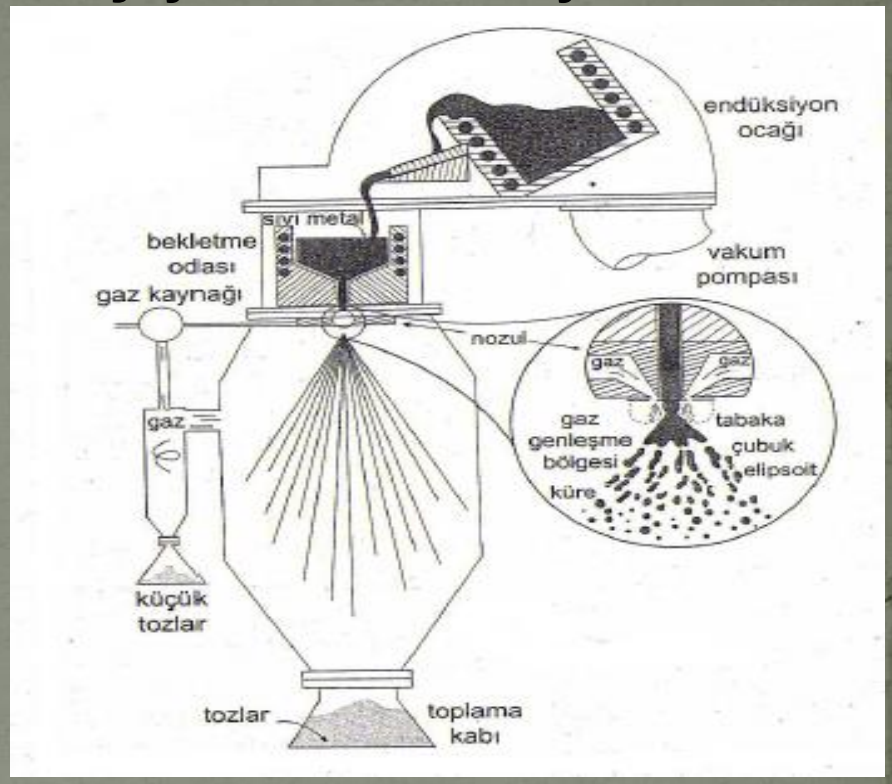
- ✓ **İyi paketlenme ve akış özelliğine sahiptir, görünür ve yığma yoğunlukları %60-65 teorik yoğunluk civarındadır.**

Gaz Atomizasyonu

Yatay Gaz Atomizasyon Ünitesi

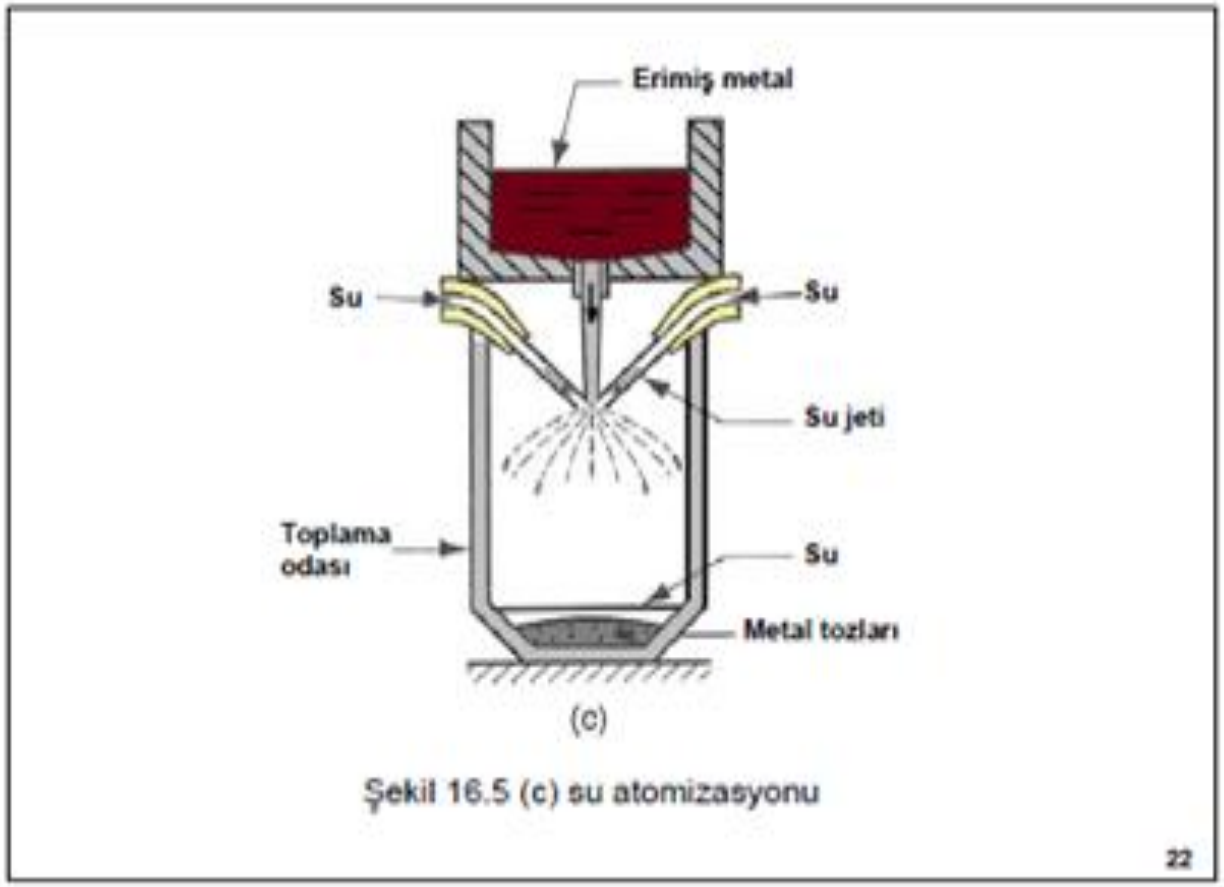


Düşey Gaz Atomizasyon Ünitesi



Düşük sıcaklık atomizasyon üniteleri yatay olarak tasarlanır. Nozuldan çıkan yüksek hızlı gaz, vakum etkisi meydana getirerek sıvı metali gaz genleşme bölgesine çeker.

Sıvı ve Su Atomizasyonu



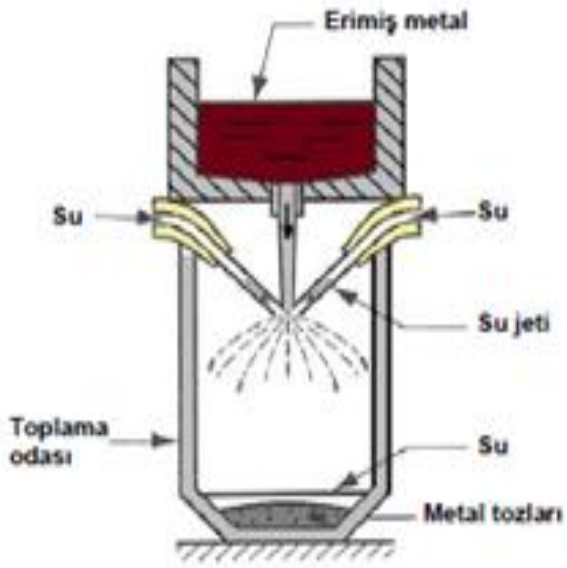
Şekil 16.5 (c) su atomizasyonu

22

Gaz yerine bir sıvının ergiyik demetini parçalamada kullanılması yaygındır. Sıvılar, yağ ve su olabilir. 1600 ℃ ‘ den düşük sıcaklıklarda ergiyen daha az reaktif malzemeler için suyun kullanımı çok yaygındır. parçacıklar daha çabuk soğur ve atomizasyon sıvısı çok daha yüksek verimle hızı küçük tozlara aktarır.

Sıvı ve Su Atomizasyonu

Toz malzemelerin ortalama tane boyutu ve dağılımına, suyun basıncı ve hızı, metal ergiyik akış açısı, eriyik viskozitesi, eriyik yoğunluğu, eriyik yüzey gerilimi, sıvı metal akış hızı gibi parametreler etki etmektedir.



(c)

Şekil 16.5 (c) su atomizasyonu

Gaz ve Su Atomizasyonu Mekanizması

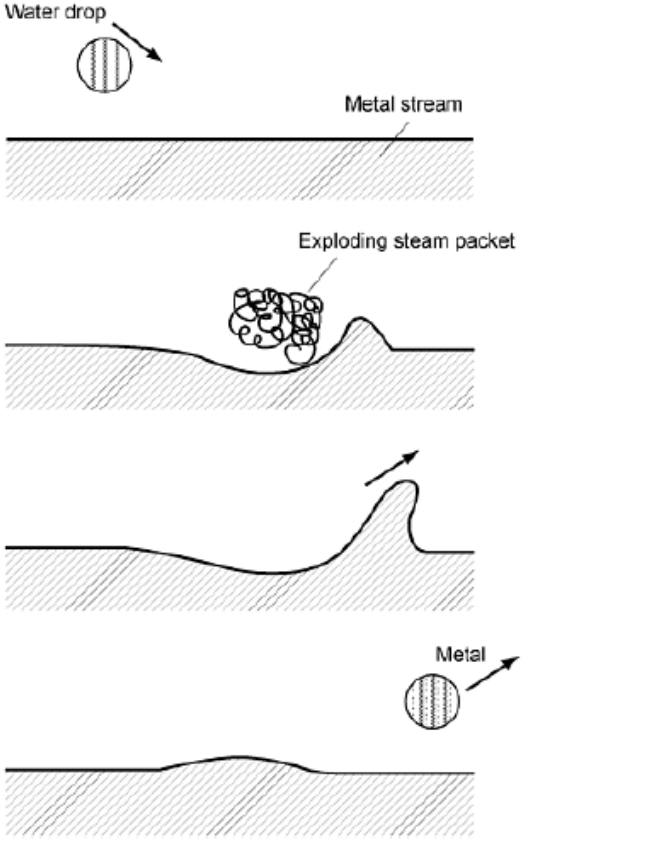
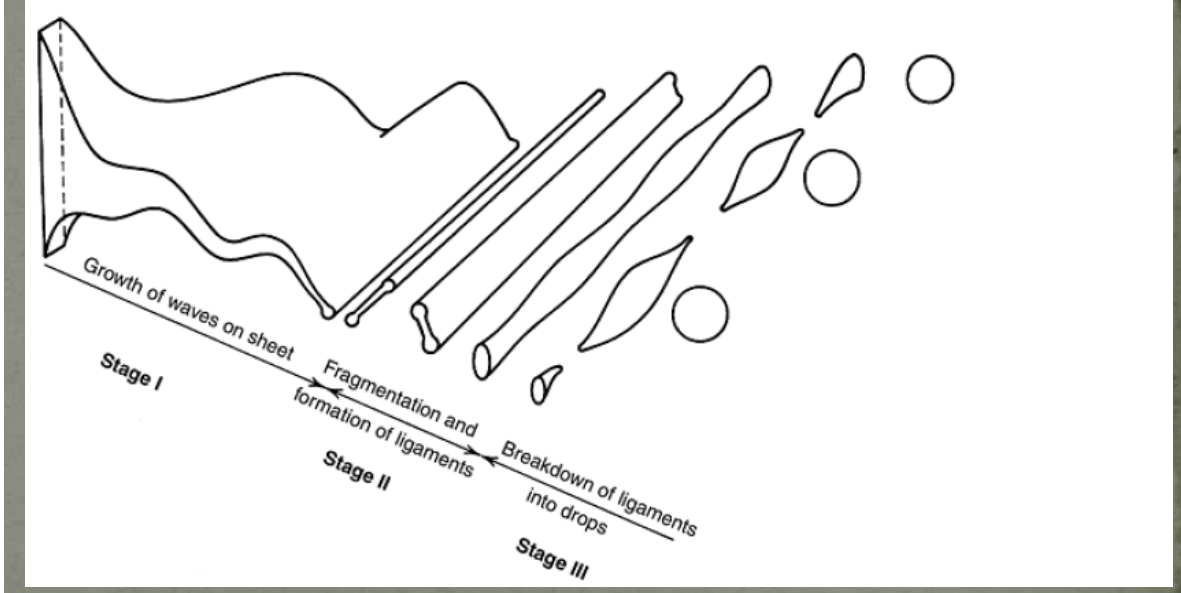


Fig. 7 Impact model of water atomization mechanism. Source: Ref 5

Models of Gas Atomization

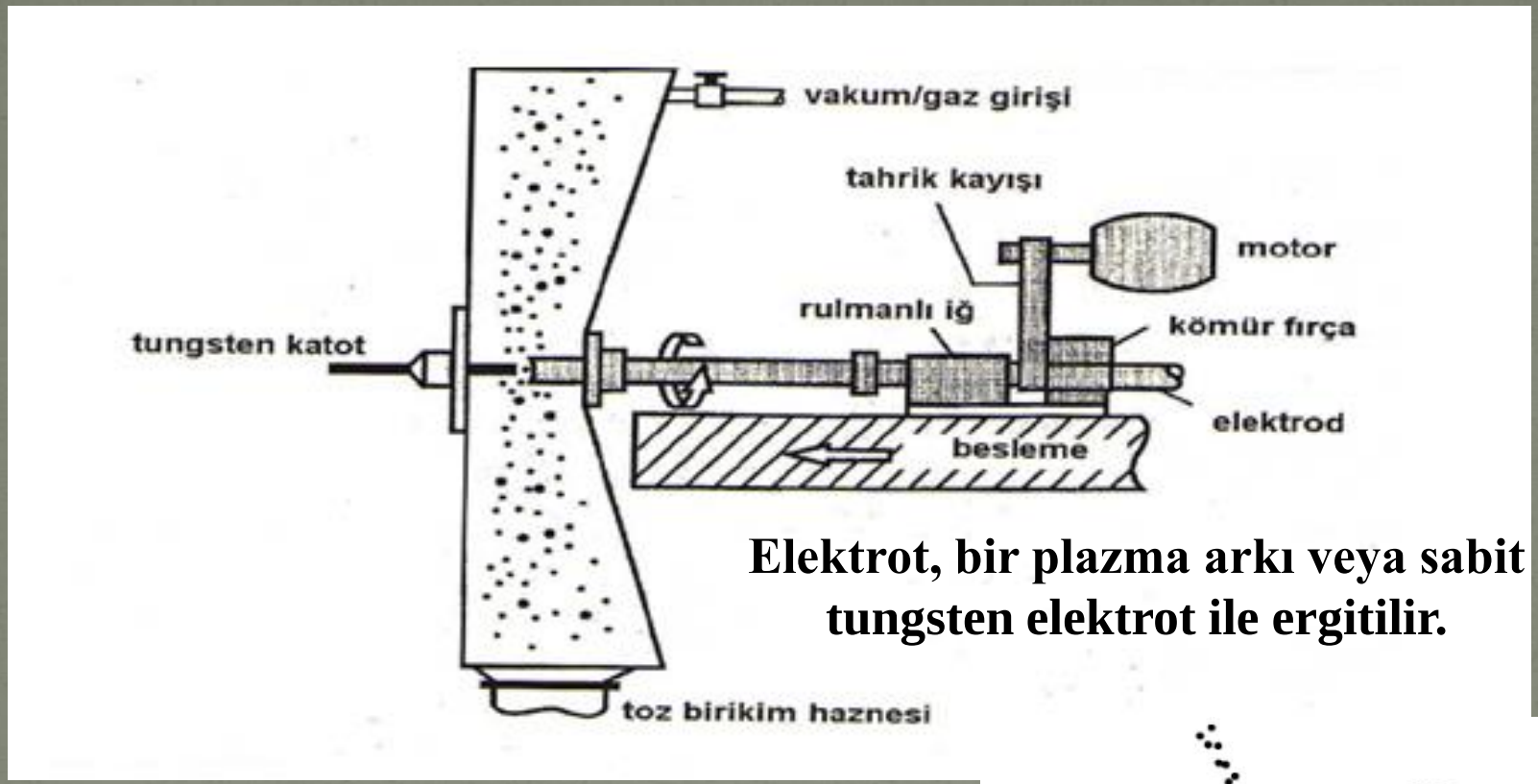
The basic conceptual mechanism of droplet formation in gas atomization is a three-step process first proposed by Dombrowski and Johns (Ref 25). Figure 23 shows this model for the disintegration of a liquid sheet by a high-velocity jet of gas. The initiation of sinuous waves, or other disturbances that rapidly increase in amplitude in stage I (see the following paragraphs), is followed by fragmentation, which forms ligaments in stage II. Breakdown of ligaments into droplets occurs in stage III. Thus, there are three stages involved in the atomization process: formation of wave with a particular wavelength λ and wave number k (i.e., $2\pi/\lambda$), removal of the ligament, and spheroidization of the ligament.



Santrifüj Atomizasyonu

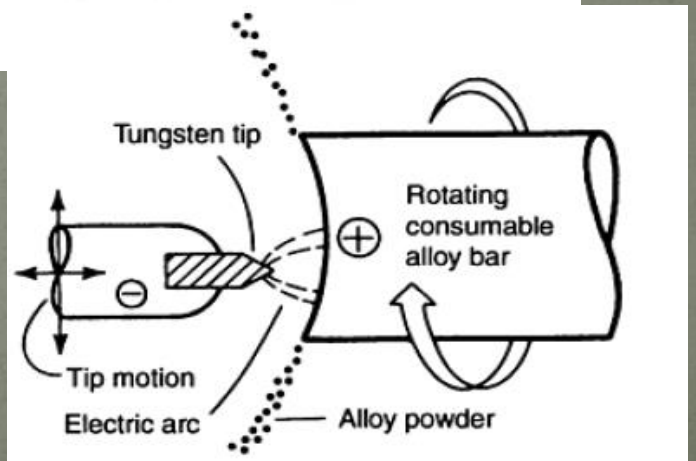
Bir santrifüj kuvvetine bağlı çalışan füzyon prosesi açısından çok sayıda varyasyon geliştirilmiştir. Santrifüj kuvvetleri ergiyik metali ince bir sprey şeklinde yerinden fırlatır ve sonrasında toz halinde katılaşmasına neden olur. Santrifüj atomizasyonuna en iyi örnek yüksek alaşımlı veya zirkonyum, titanyum gibi reaktif metaller ve nikel alaşımlı süper alaşımlardan *döner elektrot prosesi (PREP)* ile toz üretimi verilebilir.

Santrifüj Atomizasyonu



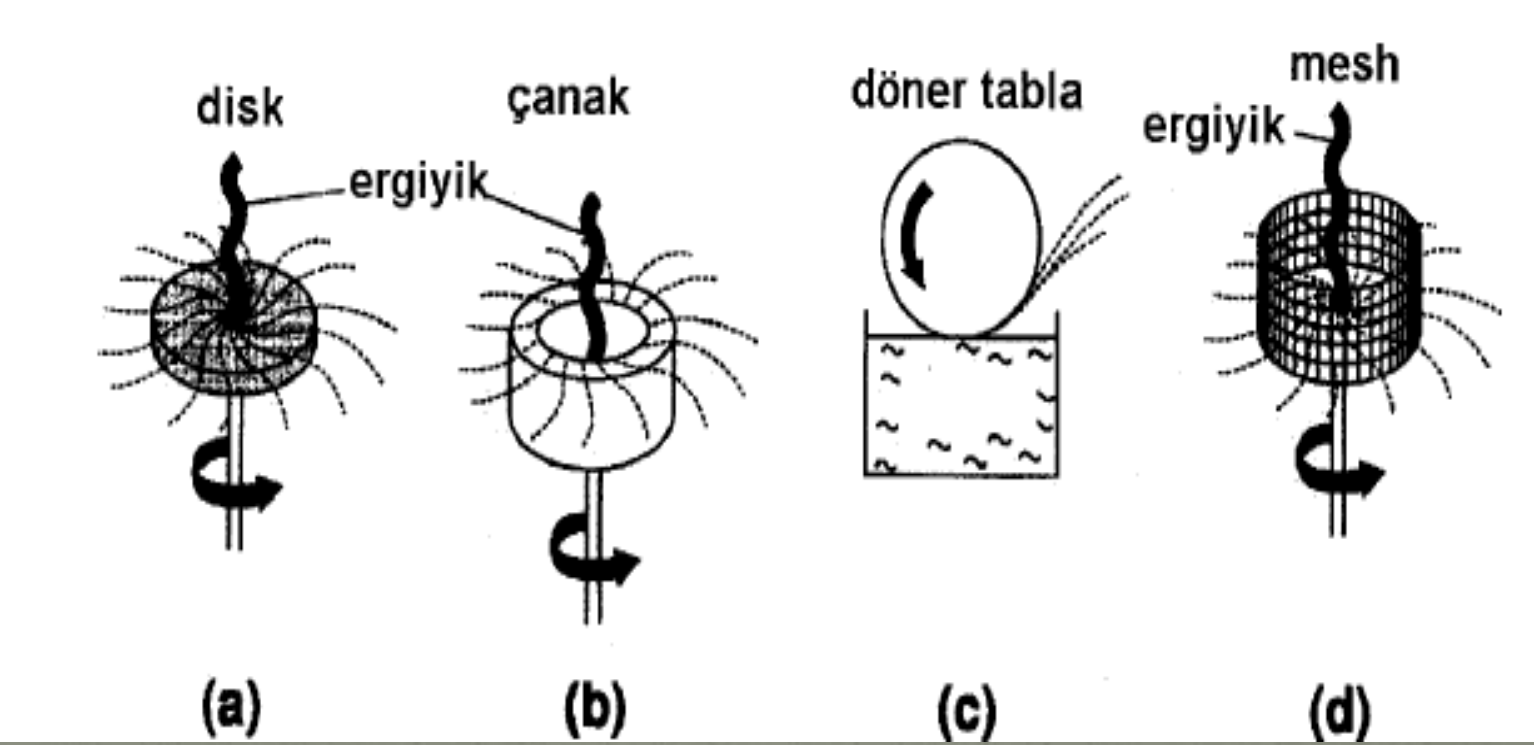
Elektrot, bir plazma arkı veya sabit tungsten elektrot ile ergitilir.

İşlem kontrolü açısından değişkenler listesinde; güç, voltaj, anot çapı, dönme hızı ve malzeme vardır.



Plasma arc rotating electrode process (PREP).

Santrifüj Atomizasyonu



Santrifüj Atomizasyonuna Bazı Örnekler

Atomizasyon Prosesleri

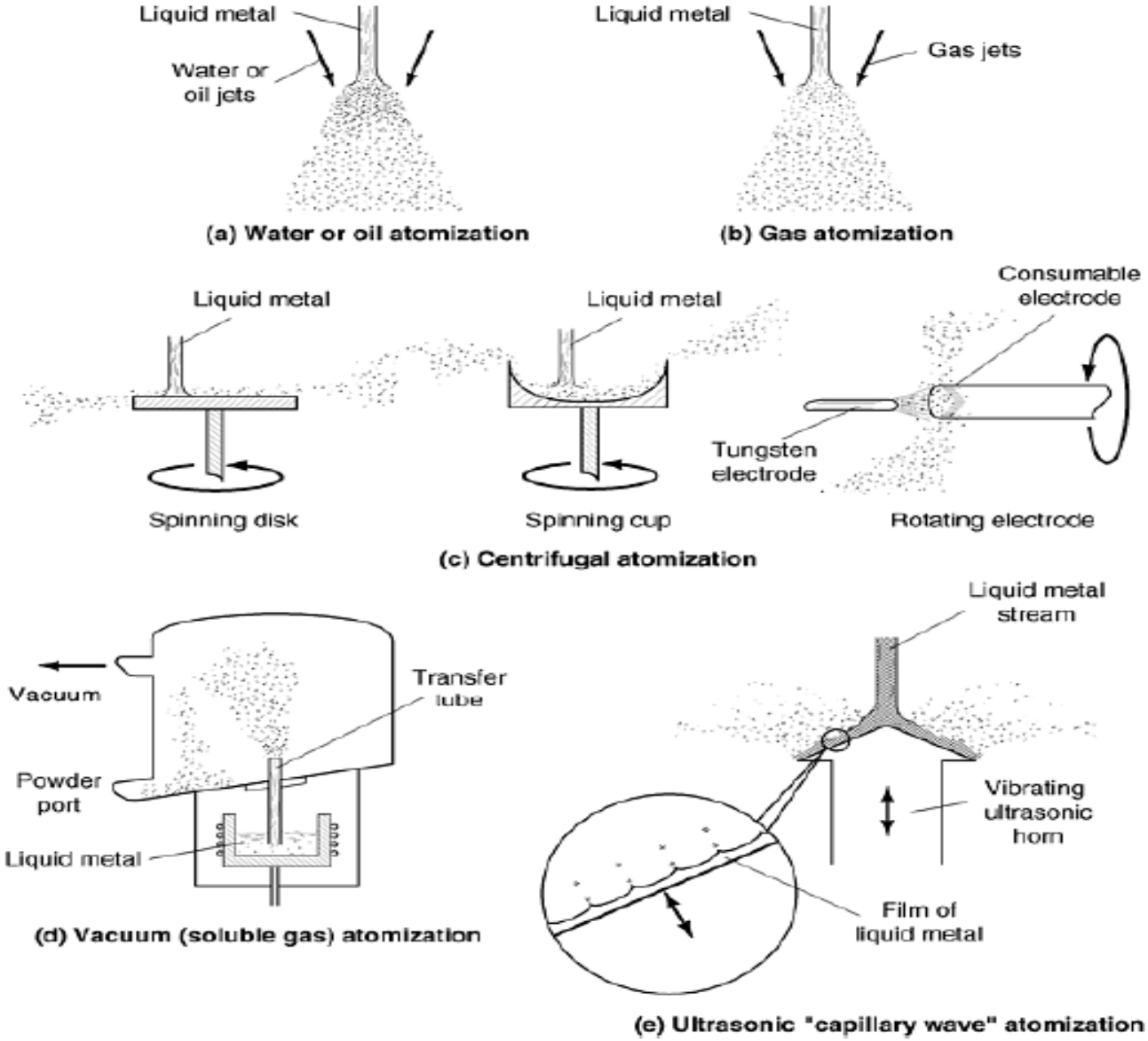


Fig. 1 Atomization process

Atomizasyonda Oluşan Partikül Şekilleri

Particle Shape. The principal characteristics that set atomized powders apart from powder produced by other methods such as electrolysis, reduction, precipitation, and so forth, is their shape and density (Fig. 3). It is generally true to say that atomized powders are free of fine porosity and are relatively compact, with high packing densities and low surface areas, compared with these other types of powder. This means that they have good flow characteristics, good compressibilities, and lower sintering activities than other types.

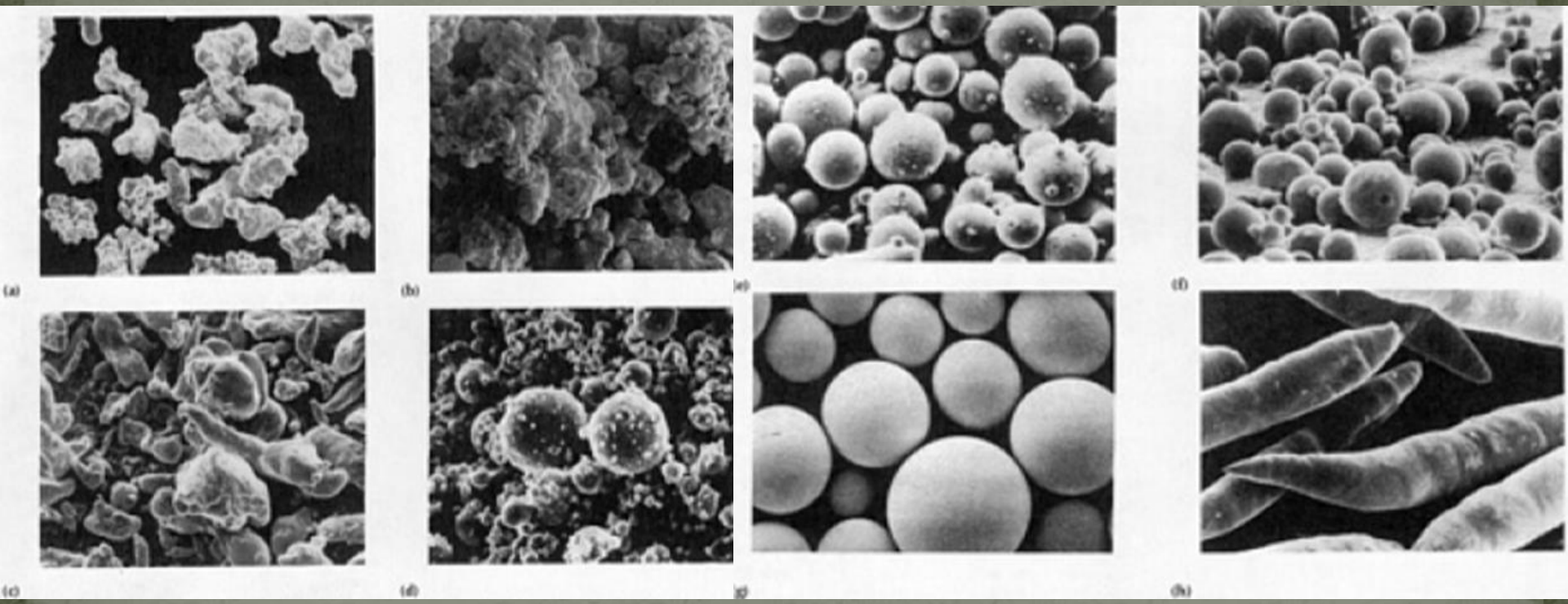


Fig. 3 Examples of atomized powders. (a) Water-atomized copper. (b) Water-atomized iron, apparent density 2.9 g/cm^3. (c) Air atomized aluminum. (d) Helium-atomized aluminum. (e) Nitrogen-atomized high-speed steel. (f) Vacuum-atomized IN-100 superalloy. (g) PREP-atomized René 95 superalloy (dendritic structure). (h) Rotating perforated cup-produced aluminum needles. Courtesy of Huppmann and Dalal

3. Kimyasal Toz Üretim Teknikleri

Toz metalürjisinde ana kimyasal işlemleri metal oksit, karbonatlar, nitratlar veya halojenli (VII Grup Element, F, Cl, Br, I) bileşiklerin bir gaz (genellikle H_2) veya katı (karbon veya yüksek oranda reaktif metal) yardımıyla indirgemesi oluşturur.

- ✓ Isıl Bozunma
- ✓ Katının Gazla Bozunması
- ✓ Sıvıdan Çökeltme
- ✓ Gazdan Çökeltme
- ✓ Katı-Katı Tepkimeli Sentez

Isıl Bozunma

- Toz partikülleri, buhar dekompozisyonu ve kondenzasyonunun bir kombinasyonu ile üretilir.
- En yaygın örnekler demir karbonil [$Fe(CO)_5$] ve nikel karbonil [$Ni(CO)_4$]
- Demir Pentakarbonil Fe(CO)5 kaynama noktası 102.7 ° C ve nikel tetrakarbonilin [$Ni(CO)_4$] kaynama noktası 43 ° C' dir.
- Karboniller düşük kaynama noktasına sahip olmaları nedeni ile kolay saflaştırılabilirler ve böylece yüksek saflıkta toz üretimi mümkün olabilmektedir.
- Değerli metallerin üretim yöntemidir.

$$Fe + 5CO \Leftrightarrow Fe(CO)_5$$

Ayrışma (~lbar, 250°C)

Katının Gazla Bozunması

- Metal tozu üretmenin klasik bir şekli oksit indirgemesidir.
- CO, H_2, C, Na ve Ca gibi gazları içeren reaksiyonlar ile oksit indirgenir.

$$MeO + H_2 \leftrightarrow Me + H_2O$$

- Çoğunlukla ürün süngerimsidir ve kırılarak veya öğütülerek toz haline getirilmesi gerekir.
- W, Cu, Co, Ni, Re, Fe ve Mo toz üretilebilir.

Sıvıdan Çökeltme

- Nitrat, klorür veya sülfat gibi çözünmüş bileşikler kimyasal işleme tabi tutularak çökeltilmiş parçacıklar üretilebilir.
- Örnek olarak içerisinde gümüş nitrat bulunan çözeltideki reaksiyonu ele alalım;

$$2\,AgN0_3(aq) + 2K_2SO_3(aq) \leftrightarrow 2Ag^+ + 2NO_3^- + 4K^+ + 2SO_3^-$$

$$2Ag^+ + 2N0_3^- + 4K^+ + 2S0_3^- \leftrightarrow Ag\,(s) + K_2SO_4\,(aq) + 2KN0_3\,(aq) + S0_2(aq)$$

- Elde edilen katı gümüş çökelti süzülerek çözeltiden ayrılır.

Gazdan Çökeltme

- Vanadyum, niyobyum, volfram, hafniyum, titanyum, gümüş, kobalt, nikel veya zirkonyum gibi metallerin klorürleri, florürleri veya oksitleri gazdan çökeltme işlemi için uygundur.
- Uçucu klorürler kullanıldığında metal tozları yüksek sıcaklıkta hidrojen tepkimesi ile üretilir.
- 1000 °C sıcaklıkta örnek bir tepkime aşağıdaki gibidir:

$$1/3Cu_3Cl_3(g) + 1/2\ H_2(g) \leftrightarrow Cu(s) + HCl\ (g)$$

Gazdan Çökeltme

- ✓ Pahalı bir toz üretim yolu olmasına rağmen parçacık boyutu, saflığı, şekli ve topaklanması buhar tepkimesi koşulları ile ayarlanabilir.
- ✓ Çoğunlukla ürün süngerimsi parçacıktır, bununla birlikte küresel çok kristalli topaklar da oluşturulabilmektedir.
- ✓ Nano boyutlu tozlar üretilir.

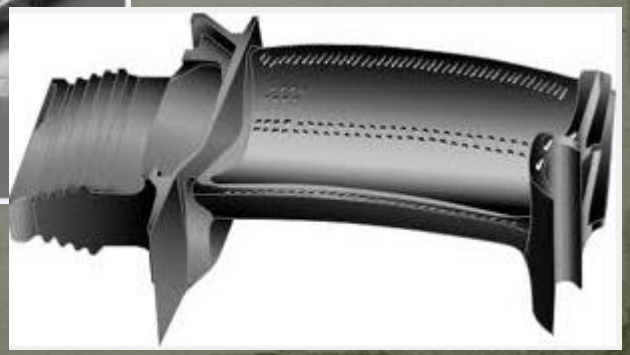
Katı-Katı Tepkimeli Sentez

- ✓ Fe_3Al, NiTi, TiC veya Ti_5Si_3 gibi stokiyometrik bileşikler ısı açığa çıkararak oluşmaya örnektir.

- ✓ Yatak tutuşturularak kendiliğinden ilerleyen tepkime dalgası başlatılır.

$$Ni\ (s) + Al\ (s) \leftrightarrow NiAl\ (s) + ısı$$

Uygulamalar

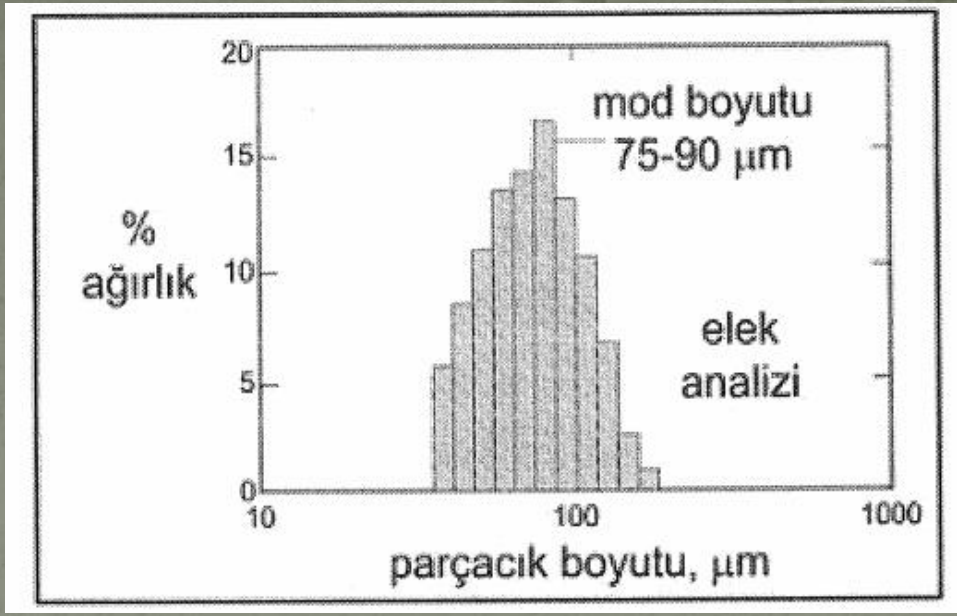


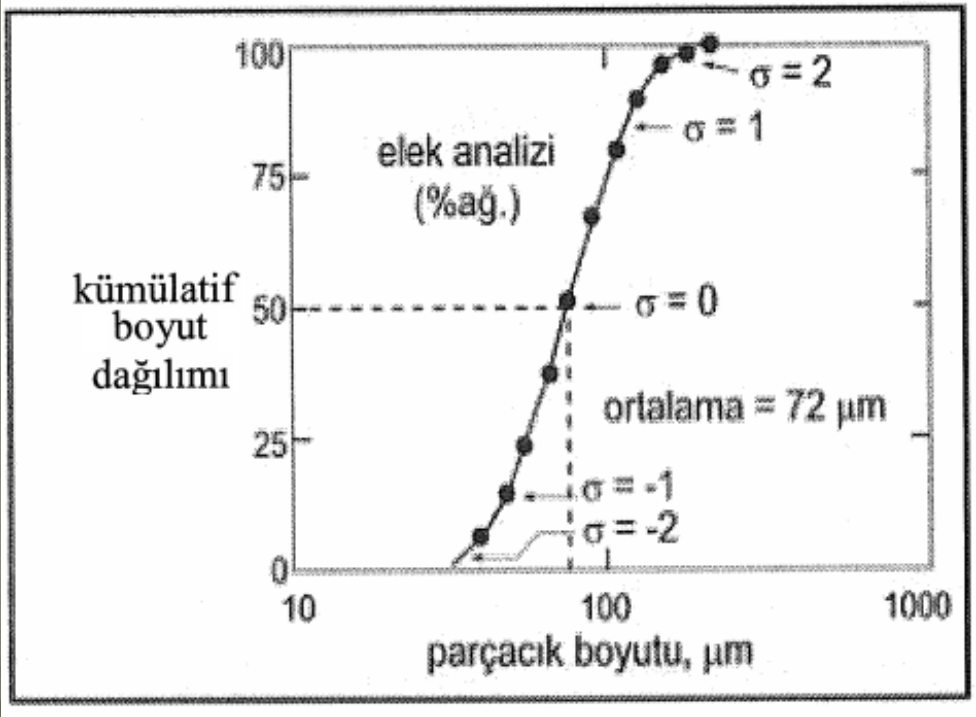
Toz Elek Analizi

Mod, bir veri serisi içinde en çok tekrar edilen ya da tepedeğerdir.

Medyan, bir veri için ortalama değerdir.

Tane Boyutu (µm)	Miktar (gr)	Frekans(%)	Kümülatif(%)
-75	0	0	0
+75/-106	10	1,06	1,06
+106/-150	20	2,13	3,19
+150/-250	60	6,38	9,57
+250/-300	50	5,32	14,59
+300/-400	670	71,28	86,17
+400/-500	130	13,83	100
Toplam	940	100	100


mod boyutu
75-90 µm
%
ağırlık
elek
analizi
20
15
10
5
0
10
100
1000
parçacık boyutu, µm


σ = 2
σ = 1
elek analizi
(%ağ.)
kümülatif
boyut
dağılımı
σ = 0
ortalama = 72 µm
σ = -1
σ = -2
100
75
50
25
0
10
100
1000
parçacık boyutu, µm