BARTIN ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
METALURJİ ve MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

TOZ METALURJİSİ
DENEYİ

Arş. Gör. Yasin ÖZGÜRLÜK

1. TOZ METALURJİSİ DENEYİ

1.1 Giriş

Toz metalurjisi (T/M) yöntemi metal tozlarının karıştırılarak istenilen şekle sıkıştırılması (preslenmesi) ve kontrollü atmosferde sinterlenmesi ile parça üretim yöntemidir.

1.2. Toz Metalurjisi Yöntemiyle Parça Üretimi

Toz metalurjisinin ilk aşaması toz üretimidir. *TIM* ile parça üretiminde en önemli hususlardan bir tanesi istenilen üretime göre toz seçimidir. Bu yüzden toz üretimi ve üretilen tozdaki özelliklerin belirlenmesi oldukça önemlidir. Üretilen tozda tane iriliği, tane şekli, akıcılığı ve tozun kolay oksitlenip oksitlenmemesi oldukça önemlidir. Bunun yanında üretimin ekonomik olması istenir. *TIM* ile parça üretimi için çeşitli akış diyagramları mevcuttur. Genellikle soğuk olarak presleme ve daha sonra kontrollü atmosferde veya vakum ortamında ısıtma işlemiyle sinterleme gerçekleştirilir. Vakum ortamında ısıtılan tozların sıcak dövülerek yapılan şekillendirilmesinde parça daha iyi özellikler kazanır. Gerekli durumlarda bitirme işlemleri uygulanarak üretim tamamlanır.

Toz metalurjisi ile üretilen parçalarda genellikle bir miktar gözenek (porozite) bulunur. Tozların preslenmesi sırasında presleme basıncına göre gözenek miktarı değişmektedir. Artan presleme basıcıyla gözenek miktarı azalmaktadır. Sıcak döverek şekillendirme işleminde gözenek miktarı yok denecek kadar azdır. Ayrıca artan presleme basıncına göre birbirine temas eden toz sayısı ve temas yüzey alanı artmaktadır. *TIM* ile üretimi gerçekleştirilen parçalarda gözenek miktarına göre mukavemet değeri de değişmektedir. *TIM* yöntemiyle parça üretimindeki işlem aşamaları aşağıda kısaca açıklanmıştır.

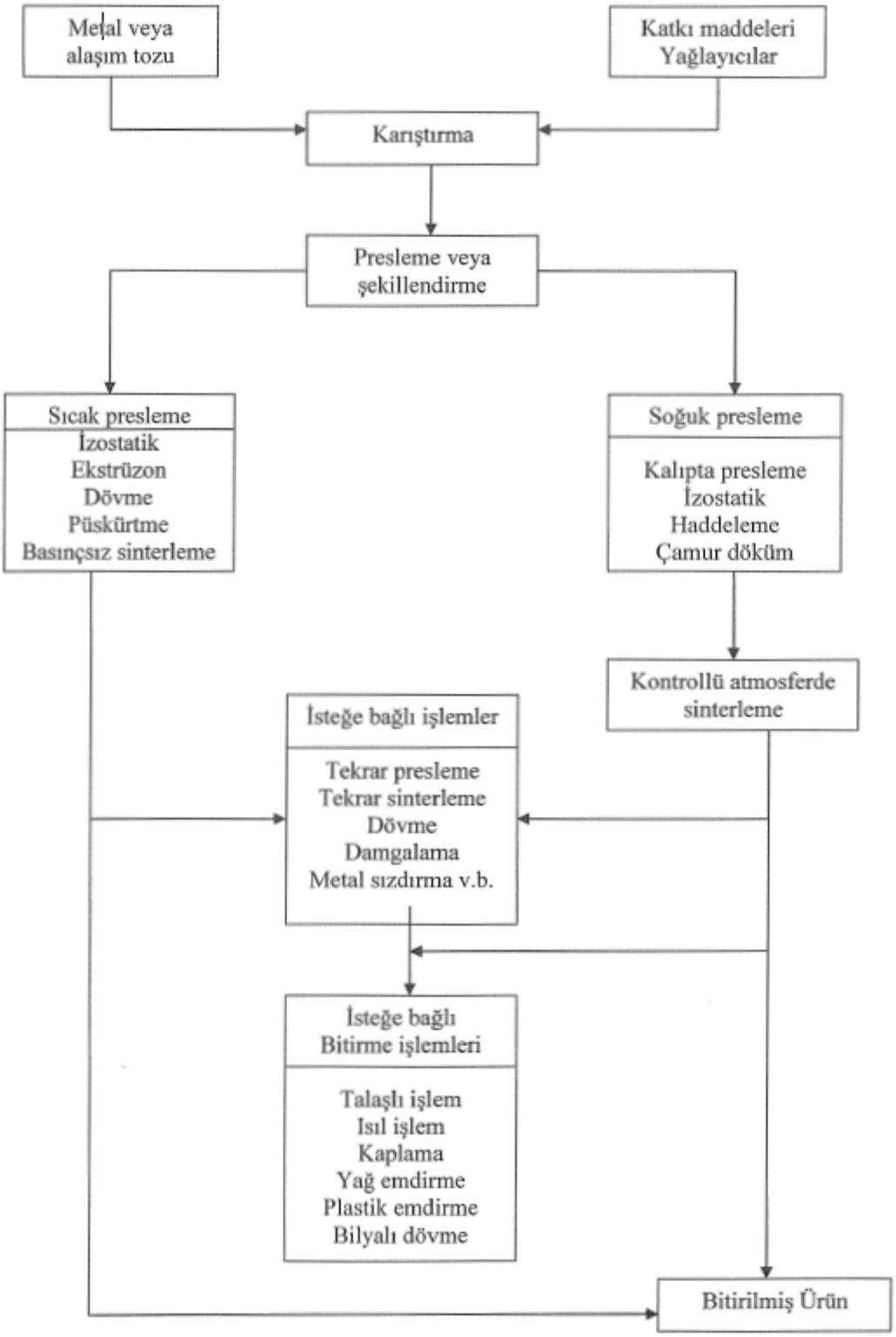
a. Karıştırma veya Harmanlama : İstenilen boyut, şekil ve bileşimdeki tozların yağlayıcı veya bağlayıcı katkılarla ve alaşım elementi tozlarıyla karıştırılması işlemidir. Bu işlem özel karıştırıcılarda homojen bir karışım elde edilinceye kadar sürdürülür. Harmanlamada farklı boyuttaki tozların homojen bir karışım oluşturması sağlanır.

b. Şekillendirme : Toz karışımı dayanıklı bir kalıp içinde istenilen şekil ve boyutta sıkıştırılır. Böylece toz kütlesinin yeterli mukavemet ve yoğunlukta şekillendirilmesi sağlanır. Sıkıştırma basıncı genellikle 0-800 MPa arasında değişir, Sıkıştırma oranı, gevşek toz hacminin sıkıştırılmış toz hacmine oranıdır. Bu oran kullanılan ham maddelerin özelliklerine bağlı olarak değişir.

c. Sinterleme:

Parçaların kontrollü bir atmosferde ana bileşenin ergime noktasının 1/3'ü kadar altındaki bir sıcaklıkta tutulmasıdır. Bu kademede toz parçacıkları arasında kimyasal bağ oluşumu ile birlikte yeniden kristalleşme ve tane büyümesi de görülür. Koruyucu atmosfer parçanın oksitlerden arındırılmasını sağladığı gibi parça ile çevresi arasındaki arzu edilmeyen reaksiyonları da önler. Bu kademede parçanın mukavemet ve bütünlüğü büyük ölçüde artar.

d. Sinter sonrası işlemleri : *TIM* parçası genellikle sinterden sonra kullanıma hazırdır. Ekonomik bakımdan arzu edilmese de bazı sinter sonrası işlemlere de gerek duyulabilir. İlk sıkıştırma işlemindekinden farklı bir kalıpta yüzey hassaslığı, yoğunluk, ölçü hassaslığını sağlamak amacıyla yapılan sıkıştırma işlemine kalibrasyon veya yeniden presleme adı verilir. *TIM* parçasının gözeneklerini yağ, plastik vs. gibi metal olmayan bir malzemeyle doldurma gerekebilir. Gözeneklere düşük ergime noktalı bir metal veya alaşım emdirilerek yoğunluk, mukavemet, sertlik, süneklik ve darbe mukavemetinde artış sağlanabilir. Talas kaldırma sırasında dökümlerde olduğu gibi fazla sivri olmayan uçlu takımlar, yüksek hızlar, düşük talaş kalınlığı ve uçucu özellikte soğutucular kullanılmalıdır. Kaplama işlemi yapılmadan önce yüzeydeki gözenekler reçineyle veya deformasyonla kapatılarak tuz banyolarının gözeneklere dolması engellenir ve standart kaplama yöntemleri uygulanır. Buhar işlemi ile demir esaslı parçaların yüzeyleri manyetik demir oksit ile kaplanarak sertlik, basma mukavemeti, aşınma ve korozyon dirençleri arttırılır. İşlem 600°C de kuru basınçlı buharın parçalara uygulanmasıyla yapılır. Isıl işlemler standart şekilde uygulanabilir. Düşük yoğunluklu parçaların ısıl işlemi sırasında işlem atmosferi devamlı gözenekler vasıtasıyla parçaların iç yapısına kadar nüfuz eder. Kaynak işlemleri diğer parçalardaki gibi uygulanabilir. Bakır ve bakır esaslı alaşım sızdırılmış, yüksek yoğunluklu parçalar başarıyla pirinç kaynağa ve lehim yapılabilir.



Şekil 1: T/M Yöntemiyle Parça Üretiminde Akış Diyagramı [1]

***TIM* Yönteminin Üstünlükleri**

a) Talaş kaldırma işlemleri azaltılarak veya ortadan kaldırılarak hurda kayıpları azaltılır.
b) Ergitme kayıpları yoktur.
c) Dar toleranslarda ve düzgün yüzeyli parçalar üretilebilir.
d) Yoğunluk ve ergime noktasındaki farklılıklar nedeniyle başka yöntemlerle imali mümkün olmayan alaşım veya karışımlar (kompozitler) imal edilebilir.
e) Aşınma dayanımını arttırmak için gözeneklere yağ emdirilebilir.
f) Hızlı katılaştırılmış toz üretilebilir.
g) Seri imalata uygundur.

***TIM* Yönteminin Sakıncaları**

a) Tozların kalıp içindeki akışı sınırlıdır. Bu nedenle üretilecek parça şekli kısıtlayıcı bir faktör olabilir.
b) Karmaşık şekilli parçaların yoğunluğu her yerde aynı olmayabilir.
c) Üretilen parçaların mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek için ek işlemler gerekebilir.
d) Metal tozlan ingot halindeki malzemelerden daha pahalıdır.
e) Seri üretim yapılmazsa üretim ekonomik değildir.
f) Boyut toleransları talaşlı işleme göre biraz daha kabadır.

Bu deneyde presleme ve sinterleme uygulaması yapılacağından bu konular üzerinde kısaca durulacaktır.

2. METAL TOZLARININ ŞEKİLLENDİRİLMESİ (PRESLEME)

2.1. Karıştırma

Karıştırma *TIM* yönteminde ikinci aşamayı oluşturur. Presleme işleminden önce karıştırma uygulanır. Karıştırmanın amaçları şunlardır:

a) Değişik yöntemlerle üretilen tozlar farklı boyut ve şekillere sahiptir. Üniform özellikte parça üretmek için tozlar karıştırmalıdır. İdeal bir karışımda her malzemenin tozları üniform olarak karıştırılmıştır.
b) Farklı metal ve diğer malzemelerin tozları özel fiziksel ve mekanik özellikler elde edilmesi amacıyla karıştırılabilir.
c) Toz karışımının akış özelliklerini iyileştirmek amacıyla karışıma yağlayıcı maddeler katılabilir. Bu suretle toz parçacıkları ve toz parçacıkları ile kalıp arasındaki sürtünme katsayısı azaltılır. Ayrıca kalıp ömrü arttırılır ve daha üniform bir presleme yapılabilir.

Tozların karıştırılması kirlenmeden ve özelliklerinin bozulmasından kaçınmak için kontrolü şartlar altında yapılır. Aşırı karıştırma ile tozların şekli bozulur ve deformasyon sertleşmesine uğrarlar.

Karışıma tozlar arası ve toz kütlesi-kalıp arasındaki sürtünmeyi azaltmak, preslemeden sonra kopmadan kalıptan çıkarılmasını kolaylaştırmak amacıyla yağlayıcı katılır. Karışıma katılan yağlayıcılar genellikle **stearik asit**, **kalsiyum stearat**, **çinko stearat** ve **lityum stearat**'dir. Katılma oranları Ag.% 0,5-3 arasındadır.

Karıştırma, soygaz ortamında (oksitlenmeyi engellemek için) veya yağlayıcı görevi de yaparak karıştırmayı kolaylaştıran sıvı ortamında yapılabilir. Karıştırma işlemi için değişik tip karıştırıcılar kullanılır.

Aynı malzemenin farklı boyutlarda tozlarının karıştırılmasına "**harmanlama**",

farklı toz malzemelerin karıştırılmasına ise "**karıştırma**" adi verilir ..

Tozların karıştırılmasından sonraki aşama toz karışımının şekillendirilmesidir, Bu aşama **presleme** (sıkıştırma) veya "**kompaktlama**" yada "**briketleme**" diye adlandırılır. En yaygın şekillendirme işlemi toz karışımının parçanın şekline sahip kalıba doldurularak zımbalar yardımıyla hidrolik veya mekanik preste preslenmesidir. Preslenerek şekillendirilmiş toz kütlesine ham kompakt veya briket adi verilir. Yoğunluğuna "**ham yoğunluk**" ve sahip olduğu mukavemete ise "**ham mukavemet**" denir. Ham kelimesinin kullanılmasının nedeni parçanın henüz sinterlenmemiş olmasıdır.

Üretim sırasında tozların preslenmesinin amaçları şunlardır:

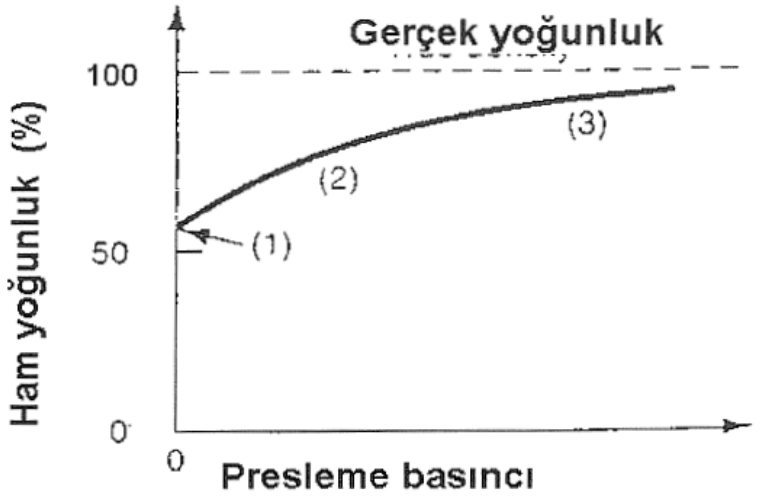
1.Toz karışımına gereken şekli vermek

2. Toz karışımına istenen boyutlan vermek

3. Parçaya istenilen şekilde ve miktarda gözeneklilik kazandırmak

4. Daha sonraki işlemler için parçaya istenilen mukavemeti kazandırmak.

Presleme sırasında tozlar önce yeniden paketlenir, doldurma sırasında oluşan köprüleşmeler ortadan kalkar ve gözenekler azalarak toz parçacıkları arasındaki temas noktaları artar. Basınç arttıkça parçalar plastik deformasyona uğrar ve temas alanları artar ve gözenek oranı daha da azalır. Ham yoğunluk ve ham mukavemet artan basınçla artar.



Şekil 2: Ham yoğunluğun presleme basıncı ile değişimi [2]

2.2. Şekillendirme Yöntemleri

Şekillendirme yöntemleri aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

l. Basınçsız Teknikler

1.1 .Bulamaç (çamur) döküm
1.2. Gevşek sinterleme veya yerçekimi ile şekil verme
1.3. Sürekli basınçsız şekillendirme

2. Basınçlı Teknikler

2.1. Kalıpta sıkıştırma

2.1.1. Tek yönlü presleme

2.1.2. Çift yönlü presleme

2.1.3.Çiftyönlü yüzen kalıpta presleme

2.1.4. Çok hareketli kalıpta presleme

2.1.5.Çok hareketli yüzen kalıpta presleme

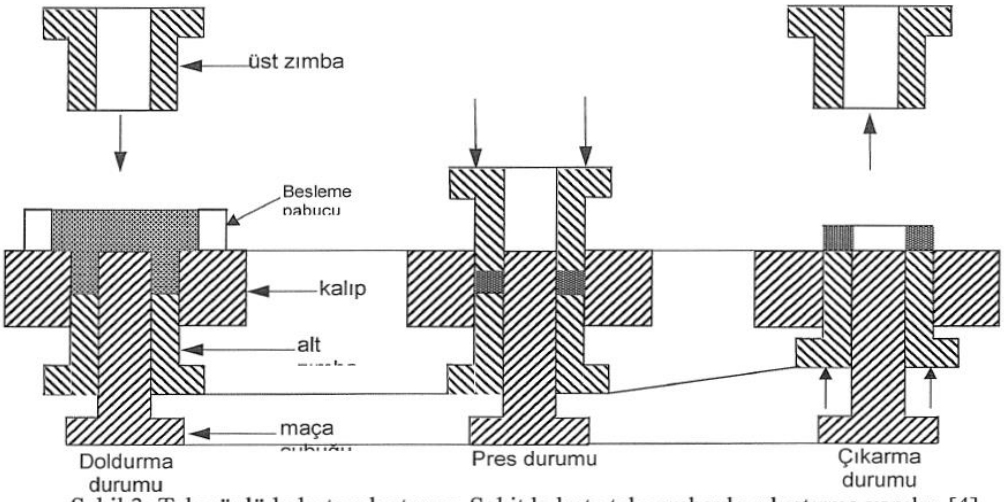
2.2.İzostatik şekillendirme
2.2.1: Sıcak izostatik presleme
2.2.2: Soğuk izostatik presleme
2.3. Yüksek enerjili şekil venne
2.4. Toz dövme
2.5. Ekstrüzyon
2.6. Titreşimli şekillendirme
2.7. Sürekli şekillendirme
2.8. Toz enjeksiyon kalıplama

Bu deneyde basınçlı tekniklerden kalıpta presleme uygulanacaktır. Bu nedenle diğer yöntemler açıklanmayacaktır.

2. BASINÇLI TEKNiKLER

2.1. Kalıpta Şekillendirme

2.1.1. Tek yönlü sıkıştırma: Alt zımba sabit, üst zımba hareketlidir.

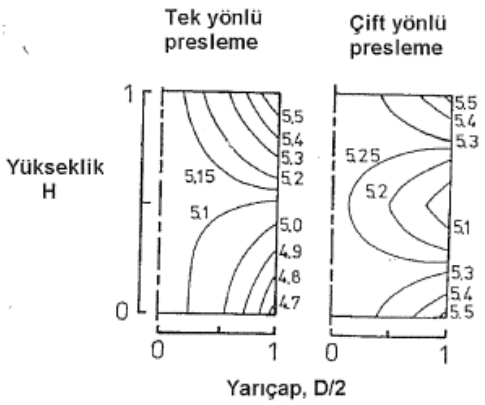


Şekil 3: Tek yönlü kalıpta sıkıştırma. Sabit kalıpta tek zımbayla sıkıştırma yapılır. [4]

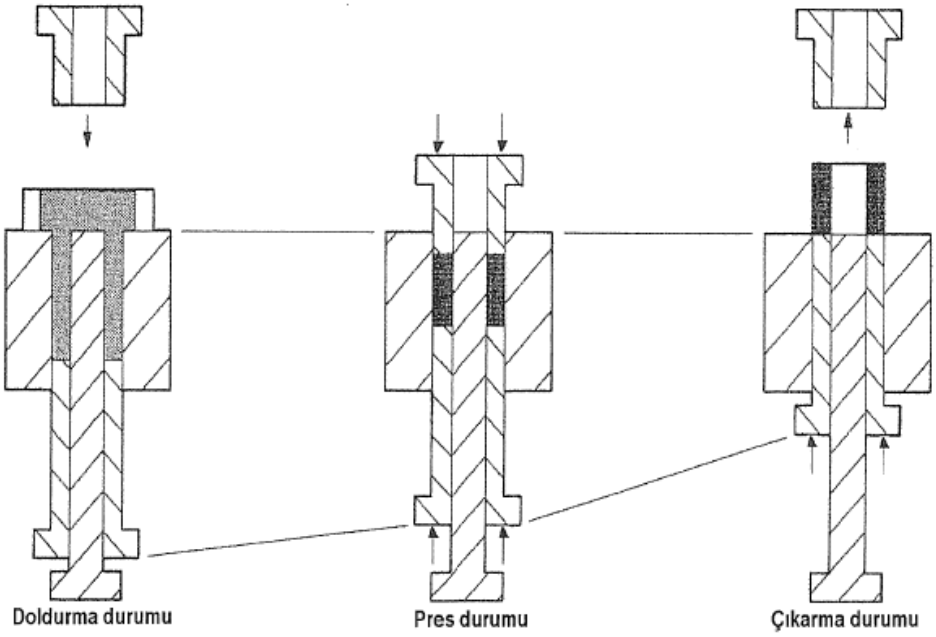
Homojen sıkıştırma sağlamaz, merkeze ve aşağıya doğru gittikçe ham yoğunluk azalır.H/D (yükseklik/çap) oranı küçük olan parçalar üretilir *(HID* :≤O,5).Hızlı bir yöntemdir.

2.1.2. Çift Yönlü Sıkıştırma: Yukarıdan ve aşağıdan basınç uygulanır. Birinci ve ikinci sınıf parçalar üretilebilir. Homojen ham yoğunluk elde edilemez. *HID* oranı 1,5'u geçmez.

Toz parçacıkları arasındaki sürtünme, parçacıklarla ve zımbalarla kalıp yüzeyi arasındaki sürtünme nedeniyle ham kompakt içindeki yoğunluk (ham yoğunluk) dağılımı önemli farklılıklar gösterebilir. Sürtünmeyi azaltarak (yağlayıcı kullanarak) veya uygun sıkıştırma yöntemleri uygulanarak bu farklılıklar azaltılmaya çalışılır.

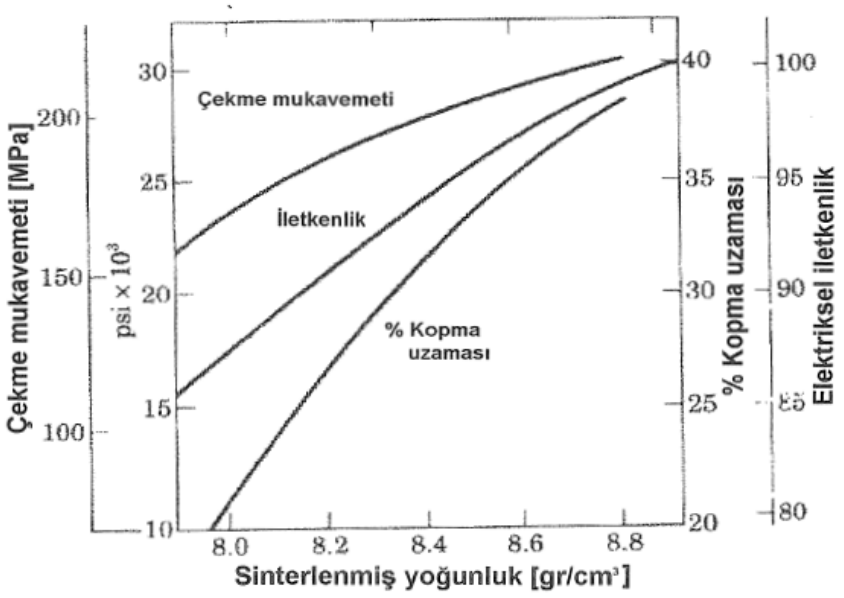


Şekil 4:Tek ve çift yönlü preslenen bakır kompakt içindeki ham yoğunluk dağılım eğrileri [1]



Şekil 5 : Çift yönlü presleme.Sıkıştırma karşılıklı iki zımba tarafından yapılır. [4]

Ham yoğunluğun yüksek olması sinterlenmiş yoğunluğu artırır. Sinterlenmiş yoğunluğun bakırın özelliklerine etkisi Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 6 : Sinterlenmiş yoğunluğun bakırın bazı özelliklerine etkileri [2]

3. SiNTERLEME

Sinterleme birbirine temas eden parçacıkların yüksek sıcaklılarda ısıtılması sonucu birbirine bağlanmasını sağlar, Parçacıklar arası mekanik bağlar kimyasal nitelik kazanır. Bu bağlanma ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleriyle de oluşabilir. Fakat birçok durumda sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir. Parçacıklar arası bağlanma mikro yapıda temas eden parçacıklar arasında boyun büyümesi ile kendini gösterir. Bu tür boyun büyümesi ham mukavemete oranla mukavemetin artması ve diğer birçok faydalı özelliğin gelişmesini sağlar. Sinterleme yüksek sıcaklıkta atomların hareketi (yayınma veya difüzyon) ile parçacıkların birleşmesi sonucu serbest parçacıklara göre yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşir.:

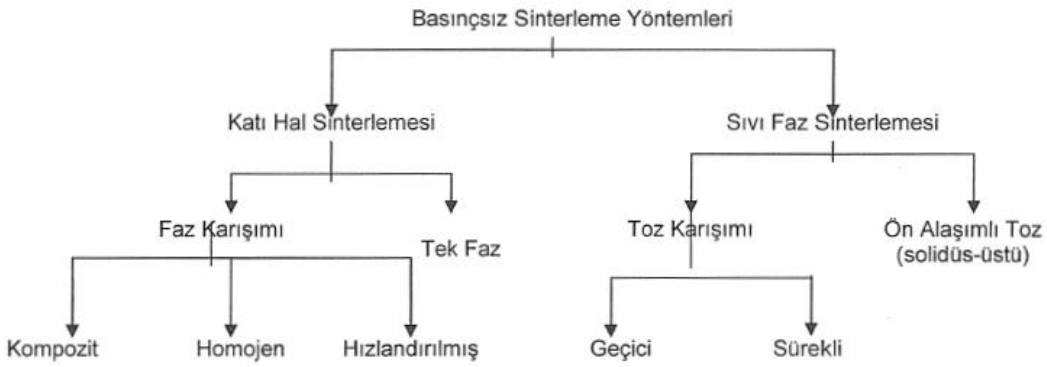
Tablo 2: Bazı metal ve alaşımların sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi [2]

Malzeme	Sıcaklık (°C)	Süre (dak.)
Bakır, Pirinç, Bronz	760 – 900	10 – 45
Demir	1000 – 1150	8 – 45
Nikel	1000 – 1150	30 – 45
Paslanmaz Çelikler	1100 – 1290	30 – 60
Alnico Alaşımları	1200 – 1300	120 – 150
Feritler	1200 – 1500	10 – 600
Tungsten karbür	1430 – 1500	20 – 30
Molibden	2050	120
Tungsten	2350	480
Tantal	2400	480

Toz üretimi büyük ölçüde yüzey oluşturma (veya yüzey enerjisini arttırma) işlemidir. Malzeme bünyesinde enerji vererek sinterlemede parçacıkların birleşmesiyle işte bu enerji ortadan kaldırılır. Basınçsız sinterleme işlemleri iki ana gruba ayrılabilir

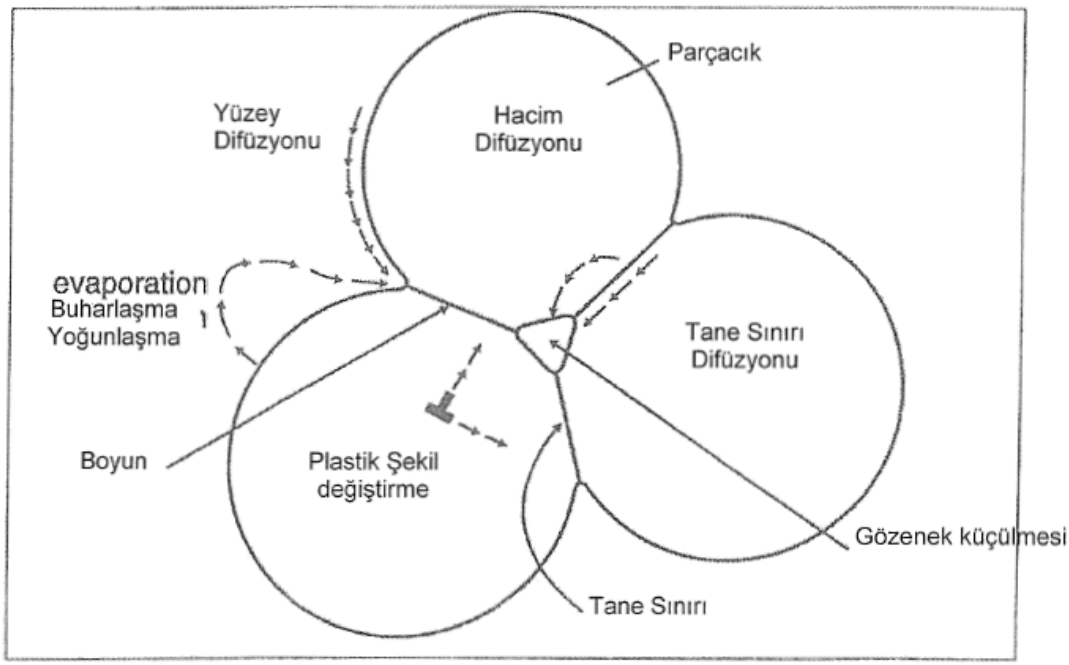
Katı faz sinterlemesi : Sinterleme işlemi katı halde gerçekleştirilir.

Sıvı faz sinterlemesi : Sinterleme sırasında bileşiminde bulunan elementlerden en az bir tanesi sıvı haldedir. Sıvı faz miktarı az olan (çözünen) elementin ergimesiyle veya difüzyonla iç yapıda ötektik Sıvı oluşumu ile oluşur. Eğer toz alaşım tozu ise solidüs sıcaklığının üzerine ısıtıldığında iç yapıda sıvı faz oluşur. Ancak kompaktın şeklini koruyabilmesi için sıvı faz oranının hacimsel olarak %40'nın üzerine çıkmaması gerekir. Basınçsız sinterleme yöntemlerinin sınıflandırılması Şekil 7 de verilmiştir:



Şekil 7. Basınçsız sinterleme yöntemlerinin sınıflandırılması[5].

Katı faz sinterlemesindeki etkin taşınım mekanizmaları Şekil 8 de verilmiştir. Taşınım mekanizmaları itici güçlerin etkisi altında kütle akışının olduğunu belirler. Kütle akışının iki grup mekanizmasından bir grubu yüzey taşınım mekanizmalarıdır. Diğeri ise kütle (içi) taşınım mekanizmalarıdır. Aralarındaki fark atomların boyun bölgesini doldurmaya nereden başlamalarına bağlıdır. Yüzey taşınımında atomlar boyun bölgesini yakınındaki gözenek yüzeylerinden başlayarak doldururlar. Kütle (hacim) taşınımında ise tane sınırlarındaki atomlar boyun bölgesinde taşınır. Her iki kütle akış türü Şekil 8'de şematik olarak gösterilmiştir. Yüzey taşınımıyla boyun büyümesinde çekme ve yoğunluk artışı olmaz.



Şekil 8. Sinterleme (katı faz) sırasında temas halindeki üç parçacık arasında boyun büyümesi ve değişik taşınım mekanizmaları.

Yüzey taşınım kontrollü sinterlemede katkıda bulunan en önemli olaylar yüzey difüzyonu ve buharlaşma-yoğuşma olaylarıdır. Birçok malzemenin düşük sıcaklıkta yapılan sinterlemesinde en baskın mekanizma yüzey difüzyonudur. Buharlaşma-yoğuşma kurşun içeren alaşımlar gibi düşük kararlılıkta olan malzemeler hariç pek önemli katkıda bulunmaz. Birçok kristalin malzemede tane sınırı difüzyonu çok önemlidir ve yoğunlaşmada en baskın faktördür. Yüzeysel ve kütlesel taşınım boyun büyümesini sağlarken sinterlenme sırasındaki en önemli değişiklik yoğunlaşma (veya çekme) olmasıdır. Yüksek sıcaklılarda kütlesel taşınım olayları daha baskındır.

3.1. Katı Fazda Sinterleme İşleminin Aşamaları

Sinterlerne işlemi üç asamaya ayılabilir:

3.1.1.İlk Aşama

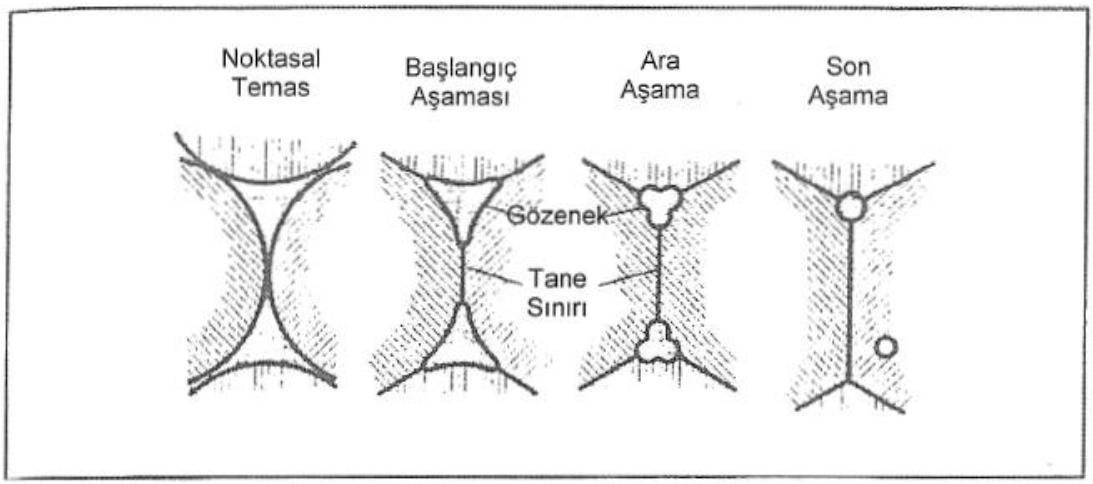
Sinterlernenin ilk aşaması (başlangıç aşaması da denir) her parçacık üzerinde birkaç noktada boyun büyümesi ile temsil edilir. Fakat boyunlar birbirinden bağımsız olarak büyür. Bu durum Şekil 8'de gösterilmiştir. Preslenmiş parçacık kütlesi içinde temas noktalarının alanı daha küçüktür. Başlangıçta gözenekler düzensiz ve köşeli (açısal) şekildedir.

Sinterlemenin ilk aşamasında tane sınırlarının çoğu gözeneklerle kesiştiğinden tane büyümesi için daha fazla engel vardır.

Parça boyutlarında değişme görülmez. Parçacıkların temasını azaltacak nitelikte maddeler (yüzey oksitleri gibi) bu aşamayı güçleştirir ve sinter sonrası mukavemeti olumsuz yönde etkiler.

3.1.2. Ara Asama

Özelliklerdeki en önemli gelişmeler sinterlemenin ara aşamasında gerçekleşmektedir. Bu aşama gözenek yuvarlaklaşması, tane büyümesi ve çoğunlukla da yoğunluk artışı ile karakterize edilir.



Şekil 9: Sinterleme sırasında iç yapıda meydana gelen değişimler.[1]

Sinterlemenin ara aşamasında boyunlar birbiri ile etkileşecek ve birbiri üzerine gelecek ölçüde büyümüştür. Her ne kadar gözenekler yuvarlaklaşıp düzgün hala gelmişse de birbiri ile bağlantılıdır. Sinterlemenin ilerlemesiyle taneler büyür ve gözenekler küçülür. Bu aşamanın sonuna doğru küresel ve kapalı gözenekler oluşur.

Ara aşamada yoğunluk teorik yoğunluğun % 92' si mertebesinde olup gözenek yapısı düzgündür. Boşlukların ortadan kalkması tane büyümesi, tane dönmesi ve tane bükülmesi ile gerçekleşir. Hacim ve tane sınırı difüzyonu ile yoğunlaşmanın oluştuğu ara aşamada tane sınırı difüzyonu daha etkindir. Tane sınırlarında bulunan gözenekler kaybolur, fakat tane sınırlarında olmayan gözenekler değişmez, Gözenek yuvarlaklaşması ve gözenek göçünden de anlaşılacağı üzere ara aşamada yüzey taşınım etkindir. Fakat yoğunluk artışına katkıda bulunmaz.

3.1.3. Son Aşama

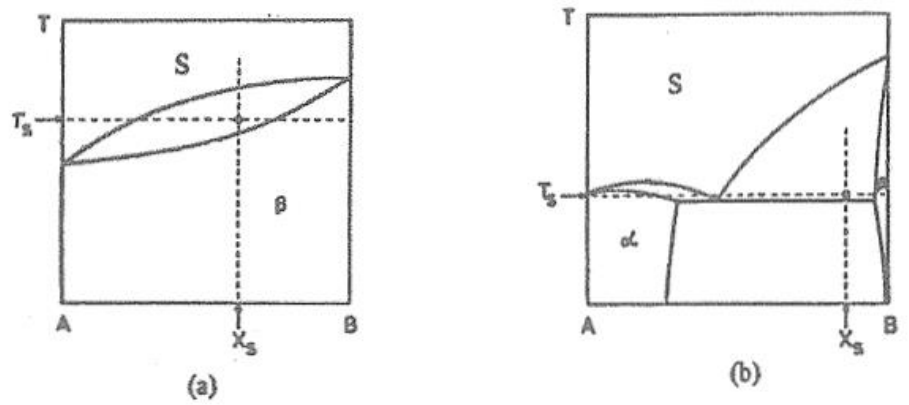
Sinterlemenin son aşamasında iç yapıda kapalı gözenekler bulunur. Sinterlemenin son aşamasında gözenek boyutu eğer kapalı gözenekler hareketli ise tane büyümesi sırasında tane sınırları ile birlikte hareket ederek yoğunlaşmanın sürmesini sağlarlar. Bununla birlikte başlangıçtaki yüzey enerjisinin çoğu tüketildiğinden son aşama sinterleme nispeten yavaştır. Böylece yakıt bittikçe sönen ateş gibi kalıntı yüzey enerjisi tükendikçe sinterleme de yavaşlar.

Son aşama sinterleme sırasında gözenekler kapanır, birbirinden ve tane sınırlarından ayrılarak, küresel veya mercek şeklini almaya çalışır. Şekil 8'de gösterildiği gibi tane sınırında yer alıyorsa kütlesel taşınımla küçülürler. Eğer gözenekler tane sınırlarından ayrılırsa küresel gözenekler oluşur, Bazı hallerde tane büyümesi gibi gözenek büyümesi de oluşur. Bu durumda gözenek sayısı azalırken ortalama gözenek boyutu artar. Gözenek yüzeyi eğriliğindeki ve boşluk yoğunluğundaki farklılıkları, daha az kararlı olan küçük gözeneklerin kaybolmasına ve daha kararlı olan büyük gözeneklerin irileşmesine yol açar. Bu olay "Ostwald olgunlaşması" olarak adlandırılır. Eğer gözenekte hapsolmuş gaz varsa gözeneğin ortadan kalkmasını yavaşlatır veya engeller. Bu nedenle eğer tam yoğun parça üretilrnek istenirse vakumda sinterleme tercih edilir.

Sinterlemenin son aşamasına doğru gözenekler küresel şekilli ve kapalıdır. Ayrıca aşırı tane büyümesi görülür ve başlangıçtaki parçacıklar mikro yapıda görünmez olur.

3.2. Sıvı Faz Sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesi için uygun iki örnek Şekil 9.'da verilmiştir. Bu deneyde önceden hazırlanmış bronz alaşımı tozuna solidüs üstü sinterleme uygulanacağı için sadece bu yöntem anlatılacaktır. Şekil 9 (a) solidüs üstü sinterleme için uygun olan ikili denge diyagramını göstermektedir. Solidus- üstü sinterlemede ön alaşımlı toz solidus-likidus sıcaklıkları arasındaki bir sıcaklıkta sinterlenir. Sinterleme sıcaklığında oluşan Sıvı faz miktarı kaldıraç kuralına göre hesaplanabilir. Eğer solidus-likidus sıcaklıkları aralığı geniş ise işlemin kontrolü daha kolay olur. Şekil 10.'da gösterildiği gibi ısıtma sırasında her toz parçacığı içinde sıvı faz oluşur. Bu durum parçacıkların tekrar parçalanmasına sebep olmakta ve karıştırılmış tozlara oranla sıvı faz dağılımı daha homojen olmaktadır. Sıvı oluşumuyla birlikte yoğunluk artışı çok hızlı olmakta ve artan sıvı oranıyla artmaktadır.



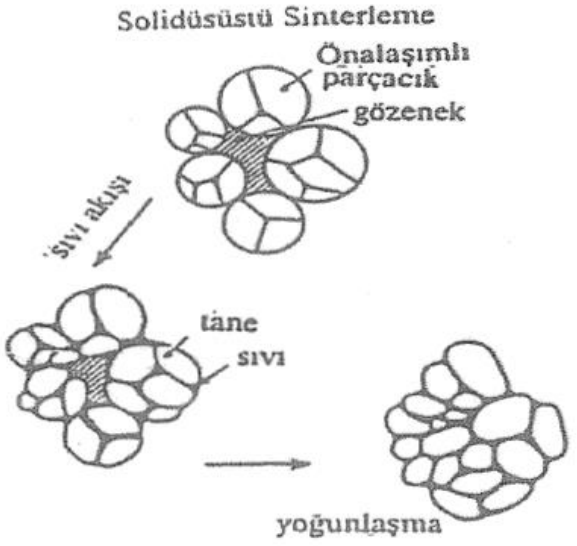
Şekil 10. Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun ikili sistemler[7] (a).ön alaşımlı toz (solidüs-üstü sinterleme) (b). Karıştırılmış tozlar (sürekli sıvı faz sinterlemesi)

Solidus-ustu sinterlemenin uygulandığı sistemlere örnekler yüksek karbonlu çelikler, takım çelikleri, nikel esaslı süper alaşımlar ve kobalt esaslı aşınmaya dayanıklı alaşımlardır, İşlemin kontrolündeki ana parametreler sıcaklık ve toz bileşimidir, Çünkü bu parametreler sıvı fazın hacim oranını belirler. Sinterlenmis yoğunluk ve çekrne miktarı, artan sıvı faz miktarıyla artar. Yapılan deneylere göre en az % 20 sıvı faz oluşumuyla yüksek yoğunluk elde etmek mümkündür. Yüksek sinterleme sıcaklıklarda sıvı faz miktarı arttığı için preslenmiş kütlede şekil bozulması ve iri taneli mikro yapı oluşur .-

Solidus-ustu sinterlemede karşılaşılan bazı önemli problemler vardır. Sinterleme sıcaklığına ısıtma sırasında oluşan katı hal sinterlemesi parçacıklar arasında bağ oluşturarak yeniden düzenlenmeyi zorlaştırabilir. Ayrıca sinterleme sıcaklığı toz bileşimine bağlı olduğundan sıkı bir şekilde kontrolü gerekir. sıvı oluşumundan sonra sinterleme hızı çok yüksektir. Bu durum boyut ye mikroyapı kontrolünü zorlaştırmaktadır. Gözeneklerde gaz hapsolmasını önlemek için vakumda sinterleme daha başarılı olmaktadır.

Solidus-ustu sinterleme yüksek alaşımlı malzemelerin yüksek yoğunlukta sinterlenmeleri için çok uygundur. En önemli avantajlarından bir tanesi de nispeten iri boyutta tozların kullanılmasının mümkün olmasıdır.

Diğer taraftan hızlı katılaştırılmış, ince taneli, yüksek alaşımlı malzemelerin tam yoğunlukta sinterlenmeleri için uygun yöntemdir .



Şekil 11 . Ön alaşımlı tozların solidüs-üstü sinterlenmesinde toz parçalanması ve yeniden düzenlenmenin şematik gösterimi[5].

3.2. Sinterleme İşlemi

3.2.1.Sinter Atmosferleri :

Sinterleme işlemi özel koruyucu atmosfer veya vakum altında yapılır. Sinterleme sırasında kullanılan atmosferlerin görevleri şunlardır:

a) Parça ve çevresi arasında (oksitlenme gibi) olabilecek reaksiyonları önlemek veya azaltmak.

b) Sinter parçasını absorbe edilmiş artıklardan, oksit filmlerinden, yabancı maddelerden arındırmak.

c) Sinter parçası ile alaşım yaparak sinterlemeyi hızlandıracak bir veya daha fazla element sağlamak.

En çok kullanılan sinter atmosferleri şunlardır :

1. Hidrojen:

Birçok metal oksidini indirgeyebilir. Yanıcı ve patlayıcıdır. Isı iletimi çok iyidir, ısı kayıplarını arttırdığı gibi soğuma ve ısınma hızlarını arttırır.

2. Azot:

Saf azot birçok elementle reaksiyona girebilir. Katı çözelti ve nitrür çökeltileri oluşturarak kırılganlığı artırır, Genellikle yanıcı atmosferlerin kullanımından önce ve sonra fırınların temizlenmesi için kullanılır.

3. Hidrojen - Azot Karışımları :

Amonyağın ayrıştırılmasıyla %75 H_2 ve %25 N_2 karışımı elde edilir. İndirgeyici özelliktedir.

4. Hidrokarbon gazları :

Yakıt nitelikli bir gazın havayla belli oranda karıştırılarak yakılmasıyla elde edilen ucuz karışımlardır. Bu reaksiyon sırasında ısı verirse ekzotermik, ısı alırsa endotermik adıyla anılırlar. Ekzotermik gaz. yakıt gazının havayla karışarak tam olarak yanmasıyla elde edilir ve %70-90 N_2, H_2, CO, CO_2 içerir, "Zengin" karışım yüksek; "Fakir" karışım ise düşük H_2 ve CO içerir, Bu gazların yanıcılığı az, ısı iletkenligi yüksek, elde edilmeleri kolaydır. Endotermik gazlar hidrokarbon gazının bir katalizör üstünde havayla reaksiyona girmesiyle elde, edilir. H_2 ve CO miktarı yüksek olduğundan indirgeyici ve yanıcıdır.

5. Argon ve Helyum :

Asal gazlar olup fiyatlan yüksektir .. Notr atmosfer oluştururlar.

6. Vakum :

Gazlarla bileşik yapma eğiliminde olan metal ve alaşımlar için kullanılır. Vakumda sinterlemede hava gözenekleri tam anlamıyla terk edeceğinden yüksek yoğunluk elde edilebilir. Ancak kolay buharlaşan metaller, pompa yağından veya grafit fırın ısı elemanlarından gelen karbon bir miktar kirlenmeye neden olabilir.

4. TOZ METALURJİSİNDE ÖNEMLİ BAZI KAVRAMLAR

a) Sıkıştırılabilirlik : Basınç altında tozların sıkışma ve yoğunlaşma kabiliyetlerine denir.

Düzgün olmayan şekilli tozlar daha zor sıkıştırılır ve yağlayıcı maddeleri absorbe ederek etkisini azaltırlar. Düzgün şekilli (küresel) ise tozlar daha kolay sıkıştırılabilir

Şu parametre ile tanımlanır :

Yoğunlaşma parametresi= $(\rho_h - \rho_g) / (\rho_t - \rho_g)$

Burada ρ_h ham ,ρ_g görünür, ρ_t ise teorik yoğunluğu göstermektedir

Burada **ham yoğunluk** toz kütlesinin preslenmesinden sonraki, sinterlemeden önceki yoğunluğudur. Yukarıdaki parametre tozun yoğunlaşma oranını verir ve artan görünür yoğunlukla artar. Ham yoğunluk, teorik yoğunluğa yaklaştığı zaman 1, ham yoğunluk görünür yoğunluğa yaklaştığı zaman ise 0 olur.

b) Sıkıştırma oranı gevşek toz hacminin, sıkıştırılmış toz hacmine oranıdır, genellikle 3:1 – 2:1 arasında değişir.

Sıkıştırma oranı = $V_g / V_h = \rho_g / \rho_h$

Burada V_h sıkıştırılmış toz hacmi, V_g gevşek (görünür) toz hacmini göstermektedir.

Düşük sıkıştırma oranları, sığ kalıp boşlukları gerektireceğinden takımların kırılma ve aşınmasını azaltacak, kısa strok (pres basma kafası hareket miktarı) ve daha hızlı dolgu sağlayacaktır.

c) Görünür Yoğunluk ve Vurgu Yoğunluğu : Görünür yoğunluk, birim hacimdeki gevşek tozun ağırlığıdır. Malzemenin teorik yoğunluğunun % 20-50 kadarıdır. Küresel tozlar en yüksek, köşeli tozlar yüksek, gözenekli tozlar ise düşük görünür yoğunluktadır Malzemenin teorik yoğunluğu, parçacık boyu ve şekli, yüzey alanı ve parçacıkların düzeni gibi faktörlere bağımlıdır. Hall akış aparatı ile ölçülür. Aparatın standart bir yükseklikteki hunisinden 25 cm^3 hacmindeki kabına tozların akması sağlanır ve bu hacim dolunca toz ağırlığı ölçülerek yoğunluk bulunur. **Dolgulama faktörü**,

DF = 1- Gözenek oranı

Olarak tanımlanır ve parçacık şekli, düzeni, boyut dağılımı gibi faktörlerden etkilenir. Dolgulama faktörü 1'e yakalaşınca görünür yoğunluk da teorik yoğunluğa yaklaşır. Parçacıkların küresel olduğu varsayılırsa DF basit kübik düzen için 0.52, HMK düzen için 0.68, YMK düzen için 0.74 ve HSD için 0.74 değerlerini verir.

Vurgu yoğunluğu ise ölçekli cam kaba konan tozların masaya vurarak veya titreştirerek yerleşmesi sağlandıktan sonraki yoğunluktur.

d) Ham mukavemet : Preslemeden sonraki ve sinterlemeden önceki ham kopmaktın sahip olduğu mukavemettir.. Düzgün şekilli tozlar (küre gibi) düşük, düzgün olmayan şekiller ise (elektrolitik yöntemle üretilen dendritik yapılı tozlar gibi) kolayca kenetlendiği için yüksek ham mukavemet gösterir.

e) **Sinterlenebilirlik** : Sinterleme kolaylığının ölçüsüdür.Sinterlenebilirliği iyi olan tozlar daha kısa sürede sinterlenirler. Düzgün olmayan şekilli toz tanecikleri arasında preslemeden sonra daha fazla temas alanı meydana geldiğinden difüzyon hızlı olur.

f) Sinterlemede Boyutlarda ve Yoğunlukta Meydana Gelen Değişmeler:

Yoğunluktaki değişmeler şu parametre ile hesaplanır.

Sinterlemede yoğunlaşma parametresi = $(\rho_s - \rho_h) / (\rho_t - \rho_h)$

Burada ρ_s sinterlenmiş (sinterlemeden sonraki) yoğunluktur. Bu parametre 0 ve 1 arasında değişir. Boyutlardaki değişme ise gözenek büzülmesi, hapis kalan gazların genleşmesi, kimyasal reaksiyonlar, alaşımlama, yağlayıcı maddelerin yanması gibi faktörler tarafından belirlenir..

Şekil Değişimi: Sinterleme sırasında düşük yoğunluktaki bölgeler çok, yüksek yoğunluktaki bölgelerde daha az çekme (boyut küçülmesi) olacağından parça şeklinde bozulmalar olabilir

g) Görünür Yoğunluğun Kalıp Dolgu Yüksekliğine Etkisi:

Dolgu yüksekliği kalıba doldurulan tozun sıkıştırılmadan önceki yüksekliğidir. İstenen parça boyutunu elde etmek için dolgu yüksekliği ayarlanmalıdır.

Gevşek tozun kütlesi = Sıkıştırılmış toz kütlesi olduğuna göre aşağıdaki eşitlik yazılabilir.

Dolgu yüksekliği x görünür yoğunluk x kesit alanı = ham yoğunluk x sıkışmış parça yüksekliği x kesit alanı

$$H_{dolgu}/H_{parça} = \rho_h/\rho_g$$

Örnek: Aşağıda özellikleri verilen toz kullanılarak ham yoğunluğu ρ_h= 5gr/cm^3, parça boyu Hparça = 6,5cm olan kompakt üretilecektir. Gereken dolgu yüksekliğini bulunuz. (ρ_g= 2,5gr/cm^3)

$$H_{dolgu} = \rho_h.H_{parça}/\rho_g = 5x6,5/2,5 = 13cm$$

h) Gözenek oranı%=$[(\rho_t - \rho_s) / \rho_t]$x100

Burada ρ_t alaşımın tam katı haldeki teorik yoğunluğunu gösterir.

5.DENEYSEL ÇALIŞMADA UYGULANACAK İŞLEMLER

1.Karıştırılacak toz ve yağlayıcı (stearik asit) tartılır.Yağlayıcı oranı %1 olarak alınır.
2.Saat camı içine konarak elle 5 dak. Karıştırılır.
3. Kalıbın içi stearik asitle yağlandıktan sonra alt zımbası yerleştirilir. Sonra karışım kalıp içine dökülür.
4. Üst zımba yerleştirildikten sonra numune preslenir. Alt zımba çıkarılır .Daha uzun olan üst zımba yardımıyla (kalıbın altına konan borucuk yardımıyla) numune çıkarılır. Tartılır ve boyutları ölçülerek kaydedilir. Ham yoğunluk hesaplanır.
5. İstenirse aynı şekilde üç farklı basınçta numune hazırlanarak ham yoğunluk-presleme basıncı eğrisi çizilir.
6. Numune fırına kömür tozu dolu çelik boru ampul içine konduktan daha önceden sinterleme sıcaklığına ısıtılmış fırına konarak 15 dak süreyle sinterlenir.
7.Fırından alınan çelik ampul dışarı alındıktan sonra soğutularak numuneler dışarı alınır.
8. Boyut ve ağırlıkları ölçülerek yoğunlaşma parametreleri ve boyut değişimleri hesaplanır.
9. Teorik yoğunluk ve sinterlenmiş yoğunluk kullanılarak gözenek oranları hesaplanır. Gerekirse presleme basıncı-sinterlenmiş yoğunluk,gözeneklilik oranları eğrileri çizilir

6. KAYNAKLAR

1. German, R.M. "Powder Metallurgy Science" MPIF Princeton N.J. 1984
2. Groover, M.P. "Fundamentals of Modern Manufacturing Materials, Processes and Systems" Prentice- Hall Int. Inc. 1996
3. UYGUR, E.M. "Toz Metalurjisi Seminer Notları" SEGEM 1986
4. Lenel, F.V. "Powder Metallurgy Principlies and Applications" MPIF Princeton, N.J. 1980
5. German, R M., "Liquid Phase Sintering", Plenum Press, New York, 1985.
6. Leander F.P. , West,W.G. "Fundamentals of Powder Metallurgy" MPIF Prinction, N.j. 2002
7. German, R.M., "Phase Diagrams in Liquid Phase Sintering Treatments", J of. Metals, 38(1986), 26-29