SERAMİK-METAL TOZLARININ AKIMSIZ NİKEL KAPLANARAK TOZ METALURJİSİ TEKNİĞİ İLE KOMPOZİT ÜRETİMİ

DOKTORA TEZİ

AHMET YÖNETKEN

DANIŞMAN yrd. doç. dr. ayhan erol

METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

ARALIK 2008

Bu tez çalışması 106T744 nolu proje ile TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

SERAMİK-METAL TOZLARININ AKIMSIZ NİKEL KAPLANARAK TOZ METALURJİSİ TEKNİĞİ İLE KOMPOZİT ÜRETİMİ

AHMET YÖNETKEN

DANIŞMAN YRD. DOÇ. DR. AYHAN EROL

METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

ARALIK 2008

ONAY SAYFASI

Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL danışmanlığında,

Ahmet YÖNETKEN tarafından hazırlanan

SERAMİK-METAL TOZLARININ AKIMSIZ NİKEL KAPLANARAK TOZ METALURJİSİ TEKNİĞİ İLE KOMPOZİT ÜRETİMİ Başlıklı bu çalışma, lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri

u yarınca

21 / 12 / 2008

tarihinde aşağıdaki jüri tarafından

Metal Eğitimi Anabilim Dalında

Doktora tezi olarak oybirliği ile kabul edilmiştir.

Ünvanı, Adı, SOYADI

İmza

- Başkan Prof. Dr. Süleyman TAŞGETİREN
- Üye Prof. Dr. Ramazan ÇITAK
- Üye Doç. Dr. Yılmaz YALÇIN
- Üye Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL
- Üye Yrd. Doç. Dr. Şükrü TALAŞ

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetin Kurulu'nun/2009 tarih ve

.....sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Doç. Dr. Zehra BOZKURT Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

ÖZE	Τ	iii
ABS	ГКАСТ	iv
TEŞI	EKKÜR	v
SİM	GELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEK	İLLER DİZİNİ	vii
RES	İMLER DİZİNİ	xii
ÇİZI	ELGELER DİZİNİ	XV
1. Gİ	RİŞ	1
2. GI	ENEL BİLGİLER	4
2.1	Akımsız Nikel kaplama	16
2.2	Tungsten karbür	19
2.3	Nikel	21
2.4	Nikel klorid	21
2.5	Sinterleme	22
	2.5.1 Katı hal sinterlemesi	30
	2.5.2 Sıvı faz sinterlemesi	30
	2.5.2.1 Sürekli sıvı faz sinterlemesi	31
	2.5.2.2 Geçici sıvı faz sinterlemesi	32
	2.5.3 Reaksiyonlu sinterleme	33
2.6	Kompozit malzemelerde ıslatma	35
2.7	Mikrodalga sinterleme	35
2.8	Sistem seçimi	41
3. M.	ATERYAL METOT	43
3.1	Kullanılan malzemeler	43
	3.1.1 Seramik Malzemeler	43
	3.1.2 Metalik Malzemeler	44
3.2	Kullanılan Cihazlar ve Uygulanan Testler	44
	3.2.1 Hidrolik pres	45
	3.2.2 Kalıp	45
	3.2.3 Taramalı elektron mikroskobu	46

	3.2.4 Sertlik cihazı	46
	3.2.5 Basma gerilme test cihazı	46
	3.2.6 Avometre	46
	3.2.7 Yoğunluk hesabı	46
	3.2.8 Metalografik incelemeler	46
	3.2.9 Serlik analizi	47
	3.2.10 Basma gerilme testi	49
3.3	Yöntem	50
3.4	Akımsız Ni kaplama	54
3.5	Elektrik direnci	62
4. D	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	66
4.1	WC-Ni sistemi	66
4.2	WC-Al-Ni sistemi	80
4.3	WC-Fe-Ni sistemi	91
4.4	SiC-Fe-Ni sistemi	109
5. (GENEL SONUCLAR VE TARTISMA	128
	5.1 WC-Ni	131
	5.2 WC-Al-Ni	132
	5.3 WC-Fe-Ni	133
	5.4 SiC-Fe-Ni	134
	5.5 Öneriler	137
6.]	KAYNAKLAR	139
	ÖZGEÇMİŞ	151
	EKLER	xvi

ÖZET

DOKTORA TEZİ

SERAMİK-METAL TOZLARININ AKIMSIZ NİKEL KAPLANARAK TOZ METALURJİSİ TEKNİĞİ İLE KOMPOZİT ÜRETİMİ

Ahmet YÖNETKEN

Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal Eğitimi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL

Bu tez çalışmasında, seramik- metal kompozitlerin üretimi ve üretilen kompozitlerin mekaniksel olarak özelliklerinin ortaya çıkarılması amaçlanmıştır. Numune hazırlama için klasik toz metalürjisinin yanı sıra seramik-metal tozları akımsız nikel kaplama yönetemi kullanılması tercih edilmiştir. Takviye malzemesi olarak Tungsten karbür (WC), ve Silisyum karbür (SiC) seçilirken matris toz olarak ise Nikel (Ni), Demir (Fe) ve Alüminyum (Al) tozları tercih edilmiştir.

Çalışmanın deneysel aşamasında WC-Ni, WC-Al-Ni, WC-Fe-Ni, ve SiC-Fe-Ni olmak üzere farklı kompozisyonlar çalışılmıştır. Bu karışımlar hazırlandıktan sonra sinterleme işlemleri konvansiyonel (tüp) ve mikrodalga olmak üzere iki ayrı fırın kullanılmıştır. WC+Ni, WC+Ni₃Al, WC+FeNi, SiC+FeNi kompozit üretimi sağlanmıştır. Sinterleme sıcakları tüp fırında olarak 800-900-1000-1100-1200°C olarak seçilirken mikrodalga fırında 500-600-700-800-900°C sıcaklıklar seçilmiştir. Sinterleme sonrası numuneler mekaniksel, fiziksel ve metalografik olarak incelemeye alınmış ve elde edilen sonuçlar literatürle kıyaslanmıştır. Sinterleme sonrasi elde edilen kompozitlerin karakterizasyonu için SEM-EDX, XRD analizleri ile basma dayanımı ve Briner sertlik deneyleri yapılmıştır. Ayrıca üretilen kompozitlerin yoğunlukları hesaplanmış ve elektrik direnci değerleri ölçülmüştür. Mikrodalga sinterleme ile konvansiyonel sinterlemenin avantaj ve dezavantajlar da araştırılmıştır.

2008, 152 sayfa

Anahtar kelimeler: Akımsız Ni kaplama, Seramik-metal kompozit, Toz metalurjisi, Mikrodalga sinterleme

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

THE PRODUCTION OF COMPOSITES BY POWDER METALLURGY USING CERAMIC-METAL POWDERS OF NI COATED BY ELECTROLESS METHOD

Ahmet YÖNETKEN

Afyon Kocatepe University Graduate School of Natural and Applied Sciences Education of Metal

Supervisor: Ass. Prof. Dr. Ayhan EROL

In this study, the production of particle reinforced Ceramic-Metal composites and assessment of their mechanical proporties have been aimed. Specimens were perepared by both conventional and electroless Ni coating method. WC and SiC were chosen as reinforcement components and metal powders of Ni, Fe and Al were also chosen as matrix of MMC.

In experimental part of the study WC-Ni, WC-Al-Ni, WC-Fe-Ni, and SiC-Fe-Ni compositons were selected. As a source of study. The compositions were prepared in conventional furnace and also in microwave furnace. Compounds such as WC+Ni, WC+Ni₃Al, WC+FeNi, SiC+FeNi were obtained following the treatment in the furnace in convetinal furnace, temperatures of 800-900-1000-1100-1200°C were used and microwave funace 500-600-700-800-900°C temperature range was used for sintering of powders. Following the sintering composites were characterized using SEM-EDX, XRD comprehension test, hardness test on specimens.

In addittion, the density and electrical resistance measurements of the composites produced were also carried out. The advantages and disadvantages between convetional sintering and MW sintering have been discussed in details.

2008, 152 page **Keywords**: Electroless Ni plating, Ceramic-metal composite, Powder metalurgy, Microwave sintering

TEŞEKKÜR

Fen Bilimleri Enstitüsüne teslim edilen tez çalışmamın meydana çıkarılmasında değerli yönlendirmeleri yapan danışmanım Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL'a, Laboratuvar çalışmalarında ve cihazların kullanımında yardımları için Birol EROL'a, çalışmalarım sırasında manevi katkılarından dolayı aileme teşekkür ederim.

.

Ahmet YÖNETKEN AFYONKARAHİSAR, Aralık 2008

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

1. Simgeler

Uzunluk
Yükseklik
Çap
Yarıçap
Hacim
Kütle
Aktivasyon enerjisi
Gaz sabiti
Mutlak Sıcaklık
Ergime sıcaklığı
Atom hacmi
Yüzey enerjisi

2. Kısaltmalar

DTA	Difransiyel Termal Analiz
EDX	X Ray analizi
EAN	Akımsız Nikel Kaplama
HV	Vikers Sertlik
HB	Brinnel Sertlik
RSFS	Reaktif Sıvı Faz Sinterlemesi
RGS	Reaktif Geçici Sinterleme
SMK	Seramik-Metal Kompozit
XRD	X-ışını difraksiyonu

ŞEKİLLER DİZİNİ

		Sayfa
		No
Şekil 1.1	Toz metalürjisi tekniklerinin kullanılmasının üç ana	2
	sebebinin Venn şemasında gösterilişi	
Şekil 2.1	Tungsten karbür' ün hexagonal kristal yapısı	19
Şekil 2.2	W- C denge diyagramı	20
Şekil 2.3	Boyun çapı X olan iki küresel parçacığın sinterleme profili	24
Şekil 2.4	Sinterleme nokta teması ile başlayan ve parçacıklar arası	25
	bağ gelişimini gösteren iki küre sinterleme modeli	
Şekil 2.5	Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun ikili sistemler	32
Şekil 2.6	Ergime sıcaklıkları ve çözünürlük bakımından geçici sıvı	33
	faz sinterlemesine uygun denge diyagramları	
Şekil 2.7	(a) reaksiyonlu sinterleme için uygun denge diyagramı (b)	34
	Reaksiyonlu sinterlemede meydana gelen olayların şematik	
	gösterimi	
Şekil 2.8	Sinterlemenin 4 safhası	34
Şekil 2.9	Katı bir malzeme üzerine düşen bir sıvı damlasının	35
	düşmesinde oluşan yüzey gerilimleri ve ıslanabilirlilik	
Şekil 2.10	Mikrodalga işlemler için kullanılan Elektromanyetik	36
	spektrum ve frekansları	
Şekil 2.11	Geleneksel ve mikrodalga fırınlarda ısıtma işlemleri	37
Şekil 2.12	Malzemenin mikrodalga ile etkileşimi	38
Şekil 2.13	Mikrodalga fırın parçaları	39
Şekil 2.14	Magnetron mikrodalga tüpünün şematik gösterimi	39
Şekil 2.15	Hareketli mikrodalga tüpünün şematik görünümü	40
Şekil 2.16	Fe-Ni ikili faz diyagramı	41
Şekil 2.17	Al-Ni ikili faz diyagramı	42
Şekil 3.1	Brinell sertlik deneyinin prensibi	47
Şekil 3.2	Numune çapına uygulanan kuvvet	49
Şekil 3.3	Numuneye uygulanan yük için gerilim dağılımı	50
Şekil 3.4	Deney Akış Şeması	52
Şekil 3.5	Mikrodalga fırın reaksiyon eğrisi	53
Şekil 3.6	Konvesiyonel fırın reaksiyon eğrisi	54

Şekil 3.7	İletken kesiti	63
Şekil 3.8	İletkenin sıcaklığa bağlı diranç değişimi	65
Şekil 4.1	Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının XRD sonucu	69
Şekil 4.2	Tüp fırında 1200°C'de sinterlenen WC-Ni kompozitine ait	69
	XRD analiz garafiği	
Şekil 4.3	Akımsız Ni kaplanmış WC tozları mikrodalga fırında 900°C	70
	de sinterlenmesi ile üretilen kompozitin XRD analiz grafiği	
Şekil 4.4	Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin	72
	sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.5	Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait	73
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.6	Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin	74
	sıcaklığa bağlı hacim değişim grafiği	
Şekil 4.7	Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin	74
	sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.8	Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait	75
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.9	Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin	76
	sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği	
Şekil 4.10	Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait	77
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim	
	grafiği	
Şekil 4.11	Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin	78
	sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.12	Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait	79
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.13	Akımsız Ni kaplanarak mikrodalga fırında 900°C'de	80
	sinterlenmiş (WC)Ni kompozitinin EDX analizi	
Şekil 4.14	Akımsız Ni kaplanmış WC ve Al tozlarının SEM görüntüsü	81
	ve EDX analizi	
Şekil 4.15	Tüp fırında 1000°C'de sinterlenen WC-Al-Ni kompozitinin	81
	SEM görüntüsü ve EDX analizi	
Şekil 4.16	Akımsız Ni kaplanmış WC-Al tozlardan tüp fırında	84
	1000°C'de üretilen WC+AlNi ₃ +AlNi kompozitinin XRD	

analizi

Şekil 4.17	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin	85
	sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.18	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni	86
	kompozitinin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.19	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin	86
	sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.20	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni	87
	kompozitinin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.21	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin	88
	sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği	
Şekil 4.22	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni	88
	kompozitinin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim	
	grafiği	
Şekil 4.23	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin	89
	sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.24	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni	90
	kompozitinin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.25	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozunun EDX analiz grafiği	92
Şekil 4.26	WC-Fe-Ni tozlarının XRD analiz grafiği	93
Şekil 4.27	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozları tüp fırında 1200°C'de	97
	sinterlenerek üretilen kompozitin EDX analizi	
Şekil 4.28	WC-Fe-Ni tozları tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek	97
	üretilen kompozitin EDX analizi	
Şekil 4.29	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin	98
	sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.30	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni	99
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.31	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin	100
	sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.32	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni	100
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.33	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin	101

sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 4.34	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni	102
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği	
Şekil 4.35	Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin	102
	sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.36	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni	103
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.37	Akımsız kaplanmış WC-Fe tozlarından tüp fırında	104
	1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin XRD analiz	
	grafiği	
Şekil 4.38	WC-Fe-Ni tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek	104
	üretilen kompozitin XRD analiz grafiği	
Şekil 4.39	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozunun XRD analiz grafiği	106
Şekil 4.40	WC-Fe- Ni tozunun XRD analiz grafiği	106
Şekil 4.41	Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında	107
	900°C'de sinterlenmiş (WC-Fe)Ni kompozitinin XRD	
	analiz grafiği	
Şekil 4.42	Mikrodalga fırında 500°C'de sinterlenmiş WC-Fe-Ni	107
	kompozitinin XRD analiz grafiği	
Şekil 4.43	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarının EDX analizi	110
Şekil 4.44	SiC-Fe-Ni tozlarının XRD analiz grafiği	110
Şekil 4.45	Akımsız Ni kaplanmış (SiC-Fe) tozlarının XRD analiz	111
	grafiği	
Şekil 4.46	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından tüp fırında	112
	1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin EDX analizi	
Şekil 4.47	Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin	115
	sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.48	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni	116
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği	
Şekil 4.49	Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin	117
	sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği	
Şekil 4.50	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni	117

kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.51	Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin	118
	sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği	
Şekil 4.52	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni	119
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemetinin	
	değişimi	
Şekil 4.53	Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin	119
	sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.54	Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni	120
	kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği	
Şekil 4.55	Akımsız Ni kaplanmış (SiC-Fe) tozlarının tüp fırında	121
	1200°C'de elde edilen kompozitin XRD analiz grafiği	
Şekil 4.56	Mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenerek üretilen	121
	kompozitin XRD analiz grafiği	
Şekil 4.57	Tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin	122
	XRD analiz grafiği	
Şekil 4.58	SiC-Fe-Ni tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek	123
	üretilen kompozitin EDX analizi	
Şekil 4.59	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından tüp fırında	123
	1200°Cde sinterlenmiş numunede metal eriyik bölgesinin	
	EDX analizi	

RESIMLER DIZINI

		Sayfa No
Resim 2.1	Nikel tozunun sinterlemesi sırasında boyun oluşumunun ilk safhaları	22
Resim 2.2	Mikrodalga kül fırını	40
Resim 3.1	Tüp fırında 1200°C'de numune görüntüsü	45
Resim 3.2	Akımsız nikel kaplamada reaksiyon görüntüsü	55
Resim 4.1	Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının SEM görüntüsü	67
Resim 4.2	Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının EDX analizi	67
Resim 4.3	WC-Ni tozlarının EDX analiz sonucu	68
Resim 4.4	WC-Ni sisteminden tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek	70
	üretilen kompozit numunelerin SEM görüntüsü	
Resim 4.5	Mikrodalga fırında 900 °C'de sinterlenmiş WC-Ni sistemine	71
	ait kompozitlerin SEM görüntüsü	
Resim 4.6	Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının mikrodalga fırında	78
	900°C de sinterlenmesi sonrası üretilen kompozitin optik	
	mikroskop görüntüsü	
Resim 4.7	Tüp fırında 1000°C'de sinterlenen WC-Al-Ni kompozitinin	82
	SEM görüntüsü	
Resim 4.8	Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında 900	82
	°C'de sinterlenerek üretilen (WC-Al)Ni kompozitinin SEM	
	görüntüsü	
Resim 4.9	Mikrodalga firinda 900 °C'de sinterlenmiş WC-Al-Ni	83
D 1 1 10	kompozit malzemenin SEM görüntüsü	0.1
Resim 4.10	Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında, farklı	91
	sıcaklıklarda sinterlenerek üretilen (WC-Al)Ni	
	kompozitinin optik mikroskop görüntüsü	
Resim 4.11	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının SEM görüntüsü	92
Resim 4.12	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının tüp firinda	93
	800°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM	
	görüntüsü	_ ·
Resim 4.13	WC-Fe-Ni tozlarının tüp fırında 800°C'de sinterlenerek	94
	üretilen kompozitinin SEM görüntüsü	

Resim 4.14	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM	95
	görüntüsü	
Resim 4.15	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının mikrodalga fırında	95
	900°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM	
	görüntüsü	
Resim 4.16	WC-Fe-Ni tozları tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek	96
	üretilen kompozitinin SEM görüntüsü	
Resim 4.17	WC-Fe-Ni tozları mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenerek	96
	üretilen kompozitinin SEM görüntüsü	
Resim 4.18	Tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni	105
	kompozitlerin resmi	
Resim 4.19	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarından mikrodalga	108
	fırında 900°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop	
	görüntüsü	
Resim 4.20	Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarından mikrodalga	109
	fırında 500°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop	
	görüntüsü	
Resim 4.21	Akımsız yöntem ile Ni kaplanan SiC-Fe tozlarının SEM	109
	görüntüsü	
Resim 4.22	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından tüp fırında	111
	1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin SEM görüntüsü	
Resim 4.23	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından mikrodalga	112
	fırında 600°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin SEM	
	görüntüsü	
Resim 4.24	SiC-Fe-Ni tozlarının tüp fırında 1200°C'de sintelenerek	113
	üretilen kompozitinin SEM görüntüsü	
Resim 4.25	Mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenmiş SiC-Fe-Ni	114
	kompozitinin SEM görüntüsü	
Resim 4.26	Tüp fırında 1000°C'de sinterlenen SiC-Fe-Ni kompozitinin	114
	SEM görüntüsü	
Resim 4.27	Akımsız Ni kaplanarak tüp fırında sinterlenen (SiC-Fe)Ni	122
	kompozitinin fotoğrafı	

Resim 4.28	Tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni	124
	kompozit numunelerin resmi	
Resim 4.29	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından mikrodalga	125
	fırında 900°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop	
	görüntüsü	
Resim 4.30	Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından mikrodalga	125
	fırında 600°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop	
	görüntüsü	
Resim 4.31	(WC)Ni kompozitinin aşınma testinde kullanılan bilyenin	126
	aşınma fotoğrafı	
Resim 4.32	(WC-Fe)Ni kompozitinin aşınma testinde kullanılan	127
	bilyenin aşınma fotoğrafı	
Resim 5.1	WC-Fe-Ni kompozitinin SEM fotoğrafı 900°C	134

ÇİZELGELER DİZİNİ

		Sayfa No
Çizelge 2.1	WC fiziksel özellikleri	20
Çizelge 3.1	Seramik malzemelerin teknik özellikleri	43
Çizelge 3.2	Metal malzemelerin teknik özellikleri	44
Çizelge 3.3	Hazırlanan kompozisyonlara ait teorik yoğunluklar	46
Çizelge 3.4	Yüksek sertliğe sahip TM takviye malzemeleri ve parçacık	48
	kompozit özellikleri	
Çizelge 3.5	Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal	54
	kompozisyonu	
Çizelge 3.6	Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal	56
	kompozisyonu	
Çizelge 3.7	Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal	56
	kompozisyonu	
Çizelge 3.8	Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal	57
	kompozisyonu	
Çizelge 3.9	WC-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel fırın verileri	57
Çizelge 3.10	WC-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme verileri	58
Çizelge 3.11	WC-Al-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme	59
	verileri	
Çizelge 3.12	WC-Al-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme	59
	verileri	
Çizelge 3.13	WC-Fe-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme	60
	verileri	
Çizelge 3.14	WC-Fe -Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme	60
	verileri	
Çizelge 3.15	SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme	61
	verileri	
Çizelge 3.16	SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme	62
	verileri	
Çizelge 2.17	TM Malzemelerin elektrik dirençleri	64
Çizelge 5.1	Tüp fırında sinterleme sonuçları	130
Çizelge 5.2	Mikrodalga fırında sinterleme sonuçları	130

1. GİRİŞ

Toz metalürjisi, çok küçük tanecikleri birbirine bağlayarak ürün haline getirme işlemidir. Daha geniş bir ifade ile toz metalürjisi, toz şeklindeki malzemelerin preslenmesi ve takiben uygun sıcaklıkta sinterlenmesi ile parça imalatını kapsamaktadır. İnce tanecik şeklindeki saf metaller, alaşımlar, karbon, seramik ve plastik malzemeler birbirleriyle karıştırılarak basınç altında şekillendirilirler. Daha sonra bu parçalar ana bileşenin ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta sinterlenerek taneciklerinin temas yüzeyleri arasında kuvvetli bir bağ oluşturulur ve böylece istenilen özellikler elde edilir. Toz metalürjisi küçük, karmaşık ve boyutsal hassasiyeti yüksek parçaların seri imalatına son derece uygundur. Malzeme kaybı çok azdır, belirli derecede gözenek ve geçirgenlik elde edilir.

Metal işleme teknolojileri içinde toz metalurjisi, sağladığı çeşitlilik açısından en kapsamlı sekillendirme ve üretim süreclerine sahip teknolojidir. Toz metalürjisini çekici kılan en önemli unsur yüksek kaliteye sahip karmaşık şekillerdeki parçaların istenilen toleranslarda kayıpsız ya da çok az kayıpla ekonomik olarak imal edilmesidir. Günümüzde toz metalürjisini endüstriyel üretim aşamalarının hemen tümünde uygulanabilir hale getiren zorlayıcı nedenler vardır. Bu nedenler arasında, malzemeden tasarruf edilmesi, üretilen parçanın mikro yapısında ince tane boyutları ile kimyasal olarak homojenizasyonun sağlanması, karmaşık şekilli parçaların nispeten ekonomik olarak üretilmesi ve tam yoğunluk ile yüksek dayanım performansı gibi faktörler sayılabilir. Üretim aşamalarında şekillendirilip, pekiştirilmesi ve ısıtılarak sinterlenmesi anahtar adımlar olduğundan, toz metalürjisi düşük enerji tüketimi, düşük maliyetlerde ve yüksek verimde malzeme kullanımı içeren otomasyon üretim süreçlerinden yararlanır. Bu özellikleri itibarı ile toz metalürjisi, günümüz teknolojilerinde önemli kavramlar olan verimlilik, enerji ve hammadde üçlüsü ile uyum içindedir. Bu yüzden, toz metalürjisi dünyada giderek yaygınlık kazanmakta olup gerek teknolojik, gerekse ekonomik açıdan diğer metalürjik üretim süreç ve teknolojilerine alternatif oluşturan bir teknolojidir (Sarıtas, 1996).

Toz metalürjisinin başarısına birçok özellik katkıda bulunmaktadır. Üç önemli etken maliyet, özellikler ve reaktivitedir. Şekil 1.1 deki Venn diyagramı toz metalürjisi uygulamalarının nasıl kategorize edildiğini göstermektedir. Bunlardan maliyet karmaşık

geometrili parçaların ekonomik üretimine dayalı pek çok uygulamadan biridir. Otomotiv endüstrisi için parçalar bu sahadaki iyi örneklerdir; yataklar, supap yuvaları, emisyon algılayıcıları, katalitik konvertörler, darbe emicileri, bujiler, piston kolları, zincir dişlisi ve pek çok motor zamanlama parçaları. Bu alanda daha çok üretilebilirlilik, otomasyon ve boyut toleransı düşünceleri hakimdir. Yüksek üretim miktarları için hassaslık ve maliyetin her ikisi de önemlidir.



Şekil 1.1 Toz metalürjisi tekniklerinin kullanılmasının üç ana sebebinin Venn şemasında gösterilişi (German, 2007)

Toz metalurjisi ürünlerinin kullanılması için pek çok üstün özellik ve mikroyapısal uygunluk vardır. Örnek olarak gözenekli filtreler, oksit dağılımlı güçlendirilmiş türbin alaşımları Sermetler, fonksiyonel tabakalı yapay kemikler (titanyum-hidroksiapatit), titanyum alaşımları ve tungsten karbürden veya elmas kompozitlerden sert kesici takımlar verilebilir. Bu malzemeleri diğer tekniklerle üretmedeki yetersizlik bu sektörün büyümesine katkıda bulunmuştur. Venn diyagramında gösterilen son daire zorunluluk uygulamalarına karşılık gelmektedir. Bu malzemelerin diğer tekniklerle üretimeleri oldukça zordur.

Bu çalışmanın amacı, seramik- metal tozlarını akımsız Ni kaplayarak toz metalurjisi yöntemi ile kompozit üretmektir. Akımsız Ni kaplama yönteminin avantajları çalışmada WC-Ni, WC-Al-Ni, WC-Fe-Ni, ve SiC-Fe-Ni sistemleri çalışılarak araştırılmıştır. Kompozitlerin üretiminde tüp ve mikrodalga sinterleme fırınları kullanılmış, mikrodalga sinterleme yönteminin üstünlükleri araştırılmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

Kompozit malzemeler birbirlerinin zayıf olan yönünü düzelterek, üstün özellikler elde etmek amacıyla bir araya getirilmiş değişik tür malzemelerden veya fazlardan oluşan sistemdir. Kompozit malzemelerin avantajları, standart, hafif ve yüksek mukavemet özellikli malzemelere, daha hafif ve daha yüksek mukavemet alternatifi getirmesidir. Buna ilave olarak üretimlerindeki esneklik, iyi korozyon ve aşınma dirençleri, uzun yorulma ömürleri ve düşük ısı iletkenlikleri ile birçok uygulama alanında geleneksel malzemelere oranla üstünlük sağlamaktadırlar. Kompozit malzemeler kullanılan matris malzemeye göre üç ana sınıfa ayrılmaktadır.

- 1. Polimer matrisli kompozit malzemeler
- 2. Seramik matrisli kompozit malzemeler
- 3. Metal matrisli kompozit (MMK) malzemeler

Polimerler, metal ve seramiklere göre çok daha fazla karmaşıktır. Matris olarak kullanılan polimerler ucuz ve kolaylıkla çalışılabilir malzemelerdir. Polimer matrisli kompozit malzemelerin kullanıldığı yerlerde en önemli faktörler sıcaklık ve nemdir.

Seramik malzemeler çok sert ve kırılgan bir yapıya sahiptir. Bunun yanında yüksek sıcaklıklar da bile yüksek elastik özellikleri gösterirler. Seramik malzemeler termal şok direnci ve tokluğun düşük olduğu malzemelerdir.

Metal matrisli kompozitler (MMK) elastik modüle, yüksek çekme, basma ve kayma mukavemetine sahiptirler. Toz metalürjisi yöntemiyle elde edilen yapının mekanik özellikleri daha iyidir. Süreksiz olarak takviye edilmiş MMK 'lerin kolay üretilebilir olmalarından dolayı son yıllarda çok değişik alanlarda kullanılmaktadır (Yılmaz, 1994).

Metal matrisli kompozitler genelde iki bileşenden meydana gelmektedir. Bunlardan biri metal matris (genelde bir metal alaşımıdır) diğeri ise takviye malzemesidir(genel olarak bir metaller arası bileşik bir oksit, bir karbür veya bir nitrit). Kompozitin üretilmesinde matris ve takviye malzemesi beraber olarak karıştırılırlar. Aşağıda, literatürde yapılmış güncel çalışmalar hakkında bilgi verilmiştir.

Alirezai ve diğerleri (2004) yapmış oldukları çalışmada çeşitli büyüklüklerdeki alümina parçacıklarını (5, 10, 15, 20, 25g/l) banyo içinde Ni kaplamışlar. Kompozit üretiminde sinterlemeleri 200-400-600 °C de bir saat olarak uygulanmışlardır. Yapısal değişiklikler X-ray mikroskobunda incelenmiştir. Yüzey ve kompozitin kesişim şekil bilgisi SEM yoluyla araştırılmıştır. Sonuçlar göstermiştir ki bazı parametreler örneğin; kaplama oranı, parçacıkların kaplama yüzdesi, pürüzlülük ve sertlik ve Ni-P-Al₂O₃ kaplama banyosundaki alümünanın toplanması kaplamayı etkilediğini bunun ise ortalama pürüzlülük ve sertliği arttırdığını belirtmişlerdir. Parçacık ağırlığı artmış aynı zamanda kaplama yüzey şekil bilgisi değişmiş ve düz bir durumdan küçük yumru görüntüsü elde etmişlerdir. Isı uygulanmış kompozit kaplamalarında takriben 400°C de en iyi sertlik değerleri elde etmişledir (Alirezaei et al. 1997).

Ahmadian ve arkadaşları 2000 yılında yapmış oldukları çalışmada WC-hacimce 40%(FeAl-B), WC-40vol%(Ni₃Al-B) ve WC-40vol%Co tozları tek eksenli sıcak presleme yapmışlardır. Kompozitin aşınma direnci (Pin-on-drum) test cihazı ile araştırmışlardır. Metaller arası bağlayıcılar farklı miktarlarda bor içerdiğini gözlemişlerdir. 0, 250, 500, 1000 ppm'dir. Bunlar çok iyi bir şekilde atmosfer kontrollü bir ortamda dönen parlatma ile hazırlanmışlar. WC tozu tek eksenli sıcak preste 1500°C altında, 20 MPa, 4 dakika ve 10⁻² MPa Argon atmosfer ortamında sinterledikten sonra. kaplama sonuçları ticari H10F ile karşılaştırmışlardır. WC-Fe-Al-B ve WC Ni₃Al-B kompozitlerinin aşınma dirençleri boron miktarının artışı ile artığını gözlemişlerdir. 40vol%(FeAl-B) nin en yüksek aşınma direncine sahip olduğu görmüşler ve buna yakın WC-10wtl%Co(H10F) kompoziti ve takiben 40vol%(Ni₃Al-B) ve WC-40vol%Co kompozitlerinin olduğunu gözlemişlerdir. (Ahmadian et al. 2004).

Saidi ve diğerleri Ti-W ürününün Ti-Ni ana bileşende yanma sentezi metodunu araştırmışlardır. Çeşitli oranlarda W/Ti numunelerini Ni içerikli olarak üreterek sonuçta Ni-Ti(Ti-W)C malzemelerini bu metodla üretilebileceği görmüşlerdir. TiC içindeki W eriyiğini X-ray ve SEM-EDX teknikleri ile analiz yapmışlar. Ti ve Ni miktarlarına bağlı olarak kritik W/Ti oranının üzerine çıkıldığında karbür fazları içinde WC+(Ti,W)C ve kritik sıcaklığın altında ise karbür fazı içinde (Ti,W)C bulmuşlardır. Kritik W,Ti oranını azaltmak veya arttırmak, hesaplanan (Ti,W)C yoğunluğu ile W,Ti oranı farklılık

göstermiştir. W yoğunluğu, karbüre doymuş titanyuma yakındır. Uygun destek yapıldığı zaman kompozit malzeme temel bir alaşım gibi kullanılabilir. İlave olarak, dökme titanyum üretmek için (W,Ti)C Ti tabanlı kompozitlere zorlanmış olur (Saidi et al. 2002).

Surender ve arkadaşları (2004) yapmış oldukları çalışmada elektroliz yoluyla nikel kaplanmış WC kompozitlerinin elektrokimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Çalışmalarında elektrolitik olarak nikel parçacıklarının WC parçacıkları üzerine düzenli bir dağılım sergilediğini ve farklı banyo sıcaklıklarının etkilerini tespit etmişlerdir. 50-60 °C' de 0,2 A/ cm² akım yoğunluğunda nikel parçacıklarının yaklaşık tane boyutunu hesaplamışlardır. Kullandıkları banyo ve pH' ın önemli olduğunu da belirtmişlerdir (Surender et al. 2004).

Sharma ve diğerleri (1998) magnezyum alaşımlarını nikel kaplayarak malzemeye uygulanan ısıl işlem sonrası malzemenin özelliklerini incelemişlerdir. Örneğin; ısıl işlem öncesi mikro sertlikleri 760- 785 HV arasındayken, 230°C' de 2 saatlik ısıl işlem sonrası bu sertliklerin 55-65 HV arttığını bulmuşlardır. Ancak çalışmalarında kullanmış oldukları banyodan dolayı saf nikel yerine NiP çökeldiğini belirtmişlerdir. Sinterleme sonrası Ni₃P fazını elde etmişlerdir (Sharma et al. 1998).

Velez ve arkadaşları çalışmalarında, nikel kaplanmış WC kompozitinin, sıvı faz sinterlemesinde farklı sıcaklıklar denemişler, 1150°C'de sertliğin maksimum ve yaklaşık olarak 78 HRA ve yoğunluk hesaplamasında ise 1100°C' de 12,75 gr/cm³ olduğunu tespit etmişlerdir. Ayrıca elde ettikleri kompozitin Ni₂W₄C şeklinde olduğunu belirtmişlerdir (Velez et al.1999).

Chen ve diğerlerinin yaptıkları çalışmada küçük silisyum karbür tozlarına elektrik akımsız nikel kaplama yöntemini (EN)uygulamışlardır. Energy dispersive spectrometry (EDS) ile yapılan incelemede nano boyuttaki SiC partiküllerinin davranışlarında akımsız nikel kaplamanın önemli bir etkisinin olduğunu görmüşlerdir. Akımsız nikel kaplama sonucunda küçük karbürlerin Geçirimli Elektron Mikroskobunda (TEM) atomik yapılarını incelenmişlerdir. Kaplanmış silisyum karbür (SiC) partiküllerinin çok sıkı olduğunu görmüşlerdir (Chen 2003).

Kretz, 2004 çalışmalarında alüminyum matrisli kompozitler için SiC partiküllerinin üzerine nikelin elektrik akımsız çökelme yöntemini çalışmışlardır. Çalışmada, üç farklı SiC kullanılmıştır. Kaplama işlemine SiC partiküllerinin ilave edilmesi ile aşınmayı azalttığı görülmüştür. Partikül dağılımına bakıldığında yeniden güçlendirilmiş kompozitlerin kaplanmış ve kaplanmamış numuneler arasında önemli bir fark olmadığını belirtmiştir (Kretz et al.2004).

Di Giampaolo ve diğerleri metal karbürlerin akımsız bir yöntem ile nikel-boron kaplanması üzerinde bir çalışma yapmışlardır. Çalışmada nikel-boron kaplamada WC ve VC tozları üzerine akımsız kaplama durumları incelenmişler. Metal ve metal olmayan malzemelerde düzgün şekillerde ve eşit kalınlıklarda metal kaplama elde etmek için bir işlem yürütülmüşlerdir. Kaplama sırasında alkalin ve asit kaplama banyosu kullanmışlardır. Nikel-boron alaşımlarının sürtünmeleri, metal karbür kompozitlerinin bağlayıcı özelliği olduğundan çok geniş bir şekilde kullanım alanı bulduğunu belitmişlerdir (Di Giampaolo et al.1997).

Małecki ve Micek-Ilnicka çalışmalarında asit banyosu yardımı ile akımsız nikel kaplama durumunu araştırmışlardır. Bu reaksiyonun kinetik durumları incelenerek, banyo için deneysel bir eşitlik geliştirmişlerdir. Hidrofosforit iyon bağlantılarının artması, pH değerinin artmasını sağlamaktadır. Ayrıca asetik asidin bağlantılarındaki artışın, kaplama oranının azalmasına sebebiyet verdiğini ve bu etki nikel ve hidrofosforitin iyon bağlarındaki azalmasıyla ifade etmişlerdir (Malecki ve ark. 2000).

Wu ve diğerleri Ni-WC kompozitinin kaplanmasında WC parçacıklarının aşınma direnci üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Ni-B ve WC kompozitinin kaplanmasında farklı lazer güç altında lazer kaplama yapmışlardır. WC parçacıklarının dağılımını SEM ile incelemişler ve deneysel çalışmanın sonuçlarına göre kaplamadaki gerilim konsantrasyonu ve çatlakları önlemek için, %60 oranında WC tozu kullanılması gerektiğini belirtmişlerdir. Aynı zamanda, gerilim konsantrasyonunu önlemek için

yüksek nitelikli kaplama yapılması gerektiğini belirtmişlerdir. Bu yöntemle yüksek nitelikli kaplama esnasında porozite ve çatlak olmasını engellemek için, kompozitin tek bir adımda kaplama yapılması ve WC partiküllerinin en iyi düzeyde kullanılması gerektiğini belirtmişlerdir (Wu ve ark. 2004).

Vishnyakov ve arkadaşları 100 µm çaplı, %25 - %30 hacim oranlı, sürekli ve yüksek dayanımlı B veya SiC fiberlerle desteklemiş, folyo yapılı plastik zirkonyum matrisli kompozit malzemeyi 950°C'ye kadar deneme sıcaklıklarında yapısal özellikleri bakımından incelemişlerdir. Modelin boşlukları, vakumlu ortamda, 1100 °C' de difüzyon kaynağı ile sıkıştırıldıktan sonra yapı inceleme çalışmalarında, fiberler ve matris ara yüzeylerinde difüzyon etkileşimi olduğunu gözlemişlerdir. Bu ara yüzeylerde, 1100 °C' de çatlaklar ve boşluklar ortaya çıktığını tespit etmişledir. Kompozit malzemenin özellikleri üzerinde bu difüzyon alanının inceliğinin etkileri tartışılarak zirkonyumun bor veya silikon karbür fiberler ile güçlendirilmesi sonucunda, 950°C' de fiberlerin 5-7 kat daha yüksek dayanım sağladığını gözlemişlerdir (Vishnyakov ve ark. 2003).

Yujin ve arkadaşları akımsız kaplamanın basit ve kontrol edilen bir metot olduğunu belirterek silisyumu nikel ile kaplanmışlardır. Enerji dağılım spektroskopisinin (EDS) ölçümlerine dayanarak; Si-C nano parçacıklarına ön işlemlerin yapılması (oksit giderme ve kaplamaya duyarlılaştırma gibi) kaplama işleminde önemli bir etkiye sahip olduğunu gözlemlemişlerdir. SiC nano parçacıklarının nikel kaplanmasından önceki ve sonraki TEM görüntüleri ve EDS spektrumu, Si-C nano parçacıklarının birbirine sıkıca bağlandığını gözlemişlerdir (Yujin et al. 2003).

Huang ve arkadaşları ağırlıkça %2 lik Al_2O_3 ve tetragonal ZrO₂ polikristal kompozitleri %1 mol Y₂O₃ ve (% 4,6 veya 8 lik) CeO₂ ile birlikte 1450 °C da, 20 dakika süreyle 2.45 GHz tek fazlı mikro dalga fırında sinterlemişler. Kıyaslamak amacıyla, havada 1450 °C da 20 dakikalık konvansiyonel sinterleme de uygulamışlardır. Başlangıç toz karışımı çökelti kaplama tekniğiyle, itriyum nitrat, sezyum nitrat ve saf m-ZrO₂ nano tozlarıyla çökelme elde etmişlerdir. Sinterleme tekniğiyle de malzeme yoğunluğu sınıflandırılması yaparak karışım kompozisyonunun ve sinterleme metodunun son faz kompozisyonuna ve mikro yapıya etkisini XRD ve SEM ile araştırmışlardır. Mikro dalga sinterlemesi numunesinin daha ince ve uniform mikro yapıda olduğunu gözlemişlerdir. Kırılma tokluğu azalan stabilizatörün miktarı ile artarken, vikers sertliği ile ters bir ilişki bulmuşlardır. Mikrodalga ve konvansiyonel sinterleme numunelerinde kıyaslanabilir tokluk ve sertlik değerlerini gözlemişlerdir (Huang et al. 2002).

Li mikro sinterlenmis (1-X)ve arkadasları dalga ısınımıyla $(0,94PbZn_{1/3}nB_{2/3}O_3+0,06BaTiO_3)+XPbZr_yTi_{1-x}O_3)$ (PZN-PN-PT) seramiklerinin elektriksel özellikleri ve mikro yapı karakteristiklerini, elektron mikroskopisi, (EDS) ve elektriksel özellik ölçümleriyle araştırmışlardır. Deneysel çalışmalarında X=0.5 ve Y=0.52 (1150°C 10 dakika) numunelerini mikro dalga ile sinterlenmenin, konvansiyonel sinterlemeden daha yüksek dielektrik sabitine sahip olduklarını göstermişlerdir. Mikro yapı araştırmaları ZnO in örnek yüzeylerine çökelmesi, PbO ve ZnO'in ötektik reaksiyonu yoluyla fazların dağılımını etkilediğini göstermiştir. TEM ve EDS araştırmaları, konvansiyonel sinterleme numunelerinin PbO ve ZnO'in tane sınırlarında doğal segregasyonların olduğunu göstermiştir. Fakat bu durum MD numunelerinde çok fazla önemli değildir. Sonuç olarak mikrodalga sinterlemesi sadece önemli derecede malzeme yoğunlaşmasını sağlamamış, PbO/ZnO segregasyonunu ve tane sınırlarının amorfluğunu da azaltmıştır, böylelikle PZN-PZ-PT seramiklerinin elektriksel özelliklerini geliştirmişlerdir (Li et al. 2005).

Chen ve Tokaji tarafından gerçekleştirilen çalışmada üç farklı boyutta 5, 20 ve 60 µm'lik SiC partikül takviyeli 2024 Alüminyum matris kompozit malzeme toz metalurjisi kullanılarak eksensel yükleme altında yorulma kırılma başlaması ve küçük kırılma gelişimi üzerinde çalımıştır. 5 ve 20 µm SiCp/Al kompozitler takviyesiz alaşım gibi neredeyse aynı yorulma dayanımı sergilerken, 60 µm SiCp/Al kompozit, partiküller ve matrisler arasındaki arayüzey bağ çözülmesi özelliği olabilen kendi adi kırılma direncinden dolayı dikkate değer bir biçimde daha düsük yorulma dayanımı görmüşledir (Chen ve Tokaji, 2004).

Kim, SiC partiküllü alüminyum metal matris kompozit malzemelerin geliştirilmesi için toz metalürjisi ve sıcak vakum presleme metodu kullanılmıştır. Birleştirme üzerindeki işlem şartlarının etkisi, mikroyapı ile bir arada bulunan nispi yoğunluk değişimi araştırılmıştır. Sıcaklığın ya da basıncın artması ile yoğunluk oranları artmaya

başlamıştır. Basınç uygulandığında malzemeler için yoğunluk-zaman değişimi çok kuvvetli bir şekilde etkilenmiştir. Geliştirilen ürünlerin mekaniksel özellikleri ile birlikte pekiştirme seviyeleri partikül takviyelerinin hacim kırılmasına da bağlıdır. Böylece modelleme, sonlu eleman yazılımında gerçekleştirilmiş olur böylece proses simülasyonları gerçekleştirilerek ve nispi yoğunluk önceden tahmin edilerek deneysel gözlemlerle kıyaslanabilir hale getirmişlerdir (Kim, 2006).

Mercier ve ark., yaptıkları çalışmada, MCrAlY, kompozitini endüstriyel gaz türbinlerinde ve uçaklarda meydana gelebilecek sızdırmazlık problemlerini önlemde ve türbinlerin enerji tüketimini azaltmada en iyi aday kompozit malzeme olarak belirlemişlerdir. Bunun gibi kaplamalar, elektroliz yöntemlerinde kullanılmaktadır. Bu yöntemde, CrAlYTa tozları iki aşamalı gerçekleşen Ni matrislerde olmaktadır. Bunlardan birincisi, elektrolitik diğeri ise, elektroliz kaplama olanıdır (Mercier et al. 2006).

Lonyuk ve ark., Al-Cu-Mg-Fe-Ni alaşımlarının dört farklı koşuldaki gelişim aşamalarını çalışmışlardır. İlki kaplanmış olarak, diğeri ise akımsız kaplamayla yapılmış NiP alaşımıdır. Burada yapılan çalışmada, en iyi yorulma özelliğini %150 oranıyla Al alaşımı göstermiştir (Lonyuk et al. 2007).

Palaniappa ve Seshadrinin yaptığı çalışmada, elektroliz NiP ve Ni-W-P alaşımlarının diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), bağlantılı olarak yapılan SEM ve TEM'de elde edilen yapısal ve dönüşüm aşamaları incelemişlerdir. Elektroliz banyosunda asidik asit kullanılmıştır. Buradaki amaç, 300 ve 600 $^{\circ}$ C'de 1 saat X-ışınlarına tabi tutulan kaplamanın amorf ve kristalin yapısını gözlemektir. 300 $^{\circ}$ C'de tane yapılarında değişme olmazken, 600 $^{\circ}$ C'de ise, tane büyüklüğü 500nm olduğunu gözlemlemişlerdir (Palaniappa ve Seshadri, 2007).

Zhu ve ark., yaptıkları çalışmada, Bor Karbür parçacıkları üzerine Ni-B'un elektroliz kaplama yöntemiyle kaplanmasını gerçekleştirmişlerdir. Nikel kaynağı olarak, Nikel Sülfat, SnCl₂, sentezleme ayarı, PdCl₂'de aktivasyon ayarı, NaBh₄'de indirgeme ayarı, farklı kalınlıklardaki Ni-B nano katmanları başarıyla B₄C parçacıkları üzerine

kaplanmıştır. Bu çalışmada, B₄C partikülleri yaklaşık olarak 2 μm boyutunda ve Nikel Bor kaplamanın kalınlığının da Ni⁺²B₄C oranının ayarlanmasıyla değişebildiğini görmüşlerdir (Zhu et al. 2007).

Ebrahimian-Hosseinabadi ve ark., yaptığı çalışmada, elektroliz yöntemiyle üretilmiş Nikel Fosfor ve Nikel-Fosfor B₄C kompozitlerinin aşınmaları incelenmiştir. B₄C partüküllerinin farklı kontrasyonlardaki Nikel Fosfat ve Sodyum Hipofosfat banyoları içinde, katalitik reaksiyonla hacimce %12, 18, 25 ve 33 oranlarında NiP ile kaplanmışlardır. 35 μ m kalınlığındaki kaplamaların 400°C'de argon atmosferinde aşınma dayanımlarını ve sürtünme katsayılarını block on ring test yöntemleriyle tespit etmişlerdir (Ebrahimian-Hosseinabadi, 2005).

Monir, Saatchi ve Ebrahimian-Hosseinabadi'nin yaptığı çalışmada, Nikel Fosfor ve Nikel-Fosfor Bor Karbür kompozitlerinin elektrolizleriyle kaplanmasını etkileyen faktörlerinin karşılaştırılmasını gözlemlemişlerdir. 1, 2, 4 ve 8gr/lt B₄C konsantrasyonlarıyla elektroliz kaplama yöntemiyle hacimce %12, 18, 25 ve 33 Bor Karbür içeren Nikel Fosfor Bor Karbür üretilmiştir. SEM, EDX, ışık mikroskobu ve mikro sertlik testiyle bazı parametrelerin Örneğin; kalınlık, birikim oranı ve ısıl işlem döngüsünün etkilerini gözlemlemişlerdir (Monir ve ark., 2003).

Bozzini, ve ark., yaptığı çalışmada, elektroliz kaplama yöntemiyle üretilmiş Nikel Fosfor kompozitlerinin, tribolojik davranışlarını kuru dilimleme testiyle gözlemlemişlerdir. Testler, oda sıcaklığındaki laboratuar koşullarında fiziksel buhar biriktirme ile kalay kaplanmış HSS silindir üzerinde yapılmıştır. Kaplamaların mikrosertlik plastisite parametreleri, kırılma toklukları vs. gibi mekanik özellikleriyle elde edilen sürtünme ve aşınma verilerini tartışmışlardır (Bozzini ark., 2000).

Döring ve ark., yaptıkları çalışmada, iki katmanlı lazer vakum sistemiyle 160-200 μ m kalınlığındaki NiCr paslanmaz çelik üzerine B₄C kaplanması gerçekleştirmişlerdir. Uygulanacak sprey açısı, 60 ⁰C'de normal uygulamadan farklıdır. Uygulanan yöntemin, mikroyapı, mekanik özellikler ve termal direnç etkileri, X-ışınları, optik mikroskop, SEM ve korozyon testleriyle ölçülmüştür. Sprey açısına göre B₄C kaplamanın kalınlığı min 40 μ m olduğunu göstermişlerdir (Döring ve ark., 2002).

Li ve An'ın yaptıkları çalışmada, Ni-P kaplama yöntemin yüzey özelliklerini iyileştirmek için hacimce % 70 oranında Al matriks kompozit ve SiC partikülleriyle güçlendirme işlemi yapmışladır. Ni aktivasyon metodu, elektroliz kaplama yöntemlerinde oto katalitik olarak metal biriktirme işlemleri yapar. SiC_P/Al kompozit ve aktive edilmiş Nikel'in SEM, EDX ve XPS morfolojisiyle gözlemlenmesi yapmışladır (Li ve An, 2007).

Sun ve ark., yaptıkları çalışmada, anotlanmış Mg alaşımı oluşturmak için TiB_2 tozları ile kullanılan katalizörleri, elektroliz nikel kaplama yöntemi kullanılarak oluşturulmaktadır. Çalışmada Mg alaşımlarının, korozyon davranışı ile bağ kuvvetinin ölçümü yapılmıştır. Burada yapılan kaplama yöntemlerinden en iyi sonucu Ni-P alaşımlarının 20 µm kalınlıkta oluşturdukları yöntemde belirtmişlerdir (Sun ve ark., 2008).

Song ve ark., yaptıkları çalışmaya göre Ni-P kaplanması yapılmış elektroliz yönteminin en büyük avantajı, AZ91D magnezyum alaşımlarının iyileştirilmesini sağlamaktır. Ni– P–ZrO₂ ve çoklu kaplamalar, yeni elektroliz nikel yönteminin geliştirilmesinde kullanılmaktadır. Kaplama yüzeyi ve kesit morfolojisi, SEM ile incelenmiştir. Kimyasal bileşimi EDX ile analiz etmişlerdir. Korozyon davranışları ise, daldırma yöntemi, tuzlu sprey ve elektrokimyasal testler ile gerçekleşmişlerdir (Song ve ark., 2008).

Hamit ve ark., yaptıkları çalışmada, Ni–P–WC kompozit kaplamasını oluşturmak için sitrat banyo içeren WC tozlarını kullanmışlardır. Kaplama parametreleri etkisinde WC içeriği, Ph, sıcaklık ve WC içeriğinin kaplamaya olan canlandırma etkisi incelenmiştir. 85-90 ⁰C'de oluşan kaplamanın Ph'ı 5,5-6 civarında ölçülmüştür. Oluşan Ni–P–WC kaplamanın morfoloji ve mikroyapısı SEM ve XRD ile incelemişlerdir (Hamid ve ark., 2006).

Ahn, ve ark., yaptıkları çalışmada, elektrik akımsız nikel kaplama metoduyla elmas tozlarının kaplanması amaçlanmıştır. Ni-P tozlarının en iyi kullanım avantajı, yapılan kaplamanın düşük sıcaklıklarda yapılabilmesi ve elde edilen Ph değerinin istenilen ölçülerde olmasıdır. Yapılan çalışmada 70 ⁰C'de yapılan işlemde Ph değeri 4,8 olarak ölçülmüşledir (Ahn et al., 2006).

Hamdy ve ark., yaptıkları çalışmada, düşük karbonlu çeliklerin korozyon davranışlarını etkilemek için Ni-P-W içerikli Ni-P alaşımlarının akımsız Ni kaplamayla oluşturulması incelemişler. Kaplamadaki ısıl etki yapılan kaplamanın performansını etkilemiştir. Oluşan ısının etkisiyle yüzey direncinin boyutunda azalmalar meydana geldiğini görmüşlerdir (Hamdy et al., 2007).

Lonyuk ve ark., yaptıkları çalışmada, Al–Cu–Mg–Fe–Ni alaşımının yorulma davranışı 4 farklı yöntemle tespit edilmiştir. Kaplanmamış, zinkat ısı davranışı, yüksek fosfora sahip akımsız nikel kaplama ve NiP kaplama, belirlenen bu yöntemlerle üretilen malzemelere yorulma deneyi uygulanmış ve sonuç olarak, Al alaşımının yorulma ömrünün arttığını göstermişlerdir (Lonyuk et al, 2007).

Wu ve ark., yaptıkları çalışmada, elektroliz nikel ile SiC ya da grafit ile oluşturalan kompozit, Akımsız Ni kaplama ile oluşturulmuştur. Kaplamalar arasındaki farklılıklar, yapılan metalografik analizler ile belirlenmiştir. Bu analizler ise, SEM, XRD ve DSC olmaktadır. Ayrıca kaplamanın mekanik ve tribolojik özellikleri de belirlenmiştir. Oluşan SiC ve grafit kaplamanın sonuçları tartışılmıştır (Wu et al., 2005).

Baskaran ve ark., yaptıkları çalışmada, Akımsız kaplama (NiB) yönteminin oluşturulması için düşük sıcaklıklı banyolar ile onların karakteristik özellikleri incelenmiştir. Kaplamada kullanılan banyo ise alkalin banyosudur. Yüzeyde redükleyici ajan olarak, borohidrit kullanılmıştır. Sodyum borhidritin kaplamaya olan etkisi, kaplama oranının belirlenmesinde ve nikel boron içeriklerinin tespit edilmesinde önem taşır. Oluşan kaplamanın metalografik analiz çalışması, XRD ve DSC ile yapılmıştır (Baskaran et al., 2005).

Narayanan ve ark., yaptıkları çalışmada, Akımısız NiP kaplamanın yüksek sertlik ve aşınma direnci sağladığı görülmüştür. Nikel ve fosfor içerikli bu kaplamanın amacı, yapılan kaplamanın korozyon ve elektrokimyasal özdirencinin iyileştirilmesini sağlamaktır. NiP kaplama oluşturmak için, ard arda 3 farklı kaplama banyosu kullanmışlardır (Narayanan et al., 2004).

Sarret ve ark., yaptıkları çalışmada, elektrik akımsız NiP kaplama yapmak için iki farklı partikül kullanılmıştır. SiC ve Si₃N₄, kaplamanın özelliklerine büyük oranda etkide bulunmuştur. Kullanılan toz boyutları oranı 30 nm ile 2 μ m arasındadır. Elde edilen kaplamanın morfolojisi, yapısı, sertliği ve bazı tribolojik özellikleri incelemişlerdir (Sarret et al., 2005).

Jiaqiang ve ark yaptıkları çalışmada, elektrik akımsız kaplama ile SiC ve Ni-P tozlarının birleştirilmesiyle Ni–P–SiC kompozit oluşturmuşlar. Oluşan kompozit kaplamanın üç boyutlu metalografik analiz sonuçları, SEM, DSC, XRD ve TEM ile incelemesinin yapmışlar. Yapılan analizler sonucunda Ni–P–SiC kompozit kaplamanın amorf yapıya sahip olduğu görülmüştür (Jiaqiang et al., 2005).

Hosseinabadi ve ark., yaptıkları çalışmada, Ni-P ve Ni–P–B₄C kompozit kaplamalar çalışmıştır. Nikel Sülfat ve hidrofosfat banyolarında B₄C tozunun hacimsel yoğunluğunu 12, 18, 25 ve 33 oranlarında kullanmışlardır. 35 μ m boyutundaki kaplama, 400 °C'deki argon gazı atmosferinde block-on-ring testiyle aşınma ve kırılma davranışları ölçülmüştür (Hosseinabadi et al., 2005).

Colin ve ark. WC-Co tozlarının makine, maden takımlarında ve aşınmaya karşı dayanıklı gereçlerin yapımında oldukça geniş bir kullanım alanına sahip olduğunu belirtmişlerdir. Kademeli olarak yapıya %10–30 arasında Co ilave edilerek sinterlenmişler. Numunelerin birkaçı sıcak izostatik presleme ile son yoğunlukları değiştirilerek, numunelerin sinterlenmesi boyunca yapıda oluşan homojenizasyon işlemlerine dikkat çekmişlerdir (Colin et al., 1993).

Subraman ve Schneibel, Fe ve Ni tabanlı alaşımlara WC-Co intermetalik kompozit bağlayıcılar ilave ederek araştırma ve inceleme yapmışlardır. Son yıllarda Fe-Al alaşımlarına WC tozları ile güçlendirilmiş alaşımın %99 oranında daha yüksek yoğunlukta ve mekaniksel özelliklerin iyileştirildiğini görmüşlerdir. Kompozitlerin sağladığı bu üstün yoğunluk ve Ni₃Al/WC tane ara yüzeyi oluşturularak malzeme yapısının gerilim ve kırılma tokluğu kontrol edilerek iyileştirmişlerdir (Subraman ve Schneibel, 1997).

Geosman ve ark., W-Si-C sistemlerinde iki farklı bakış açısında araştırma yapmışlardır. Özellikle 6H-Si üzerinde W'nin elektriksel iletkenliği ve metalurjik olarak oluşum özelliklerini araştırmışlardır. Örneğin; üçlü sistemlerde SiC kristali ve W'nin difüzyonunu SEM kullanarak araştırıp, analiz etmişlerdir (Geosman et all., 1995).

Guoa ve arkadaşları, Ni içeriğinin WC tane boyutu ve Ni ile semente edilmiş ağırlıkça %6.25 WC, %9.3 TiC tozlarına Mo₂C eklenmesi ile özelliklerin geliştirilmesini araştırmışlardır. Sonuçlar, Ni içeriğinin azalması ile enine kırılma dayanımının azaldığını, sertliğin arttığını, WC tane boyutunun azalmasıyla ya da saflığının artmasıyla da sertliğin yükseldiğini göstermiştir. Bununla beraber enine kırılma dayanımının, bağlayıcı Ni kalınlığının incelmesiyle azaldığını görmüşlerdir (Guoa et al., 2008).

Zhengui ve ark., Semente karbürler, çok miktarda karbür tanelerinin sünek bir bağlayıcının içerisine eklenmesiyle oluşur. Yüksek sertlik, refrakterlik ve aşınma dayanımından dolayı kesici ve delici aletlerde önemli bir malzemedir. Eşsiz özelliklerinden dolayı, semente karbür bağlayıcısı olarak kobalt'ın piyasada baskın bir durumda olduğunu belirtmiştir (Zhengui, et al., 1998).

Koç, yaptığı doktora tezinde; Sinterlenmiş sert metal alaşımların imalinde kullanılan ham maddeler; volfram, titanyum, tantal, molibden, vanadyum ve niyobyum karbürlerin tozları ile kobalt, volfram, nikel ve demir tozlarıdır. İmal edilen sert alaşımlar ile volfram esaslı kesici takımlar, madenleri delme aletleri, tel çekme matris ve hammaddeler, aşınmaya dayanıklı takımlar, kaya delicileri ve şekillendirme kalıpları yapıldığını belirtmiştir (Koç, 2006).

Bernd yaptığı çalışmada toza karıştırılan sert parçacıkların amacı, tabakanın aşınma direncini arttırmaktır. Nano boyuttaki parçacıklar takviyeli toz üretiminde kullanılmaktadır. WC, SiC, Si₃N₄ ve Cr_3C_2 parçacıkları mekanik alaşımlamada kullanılan sert parçacıklar olduğunu belirtmişlerdir (Bernd, 1991).

Lisovsky çalışmasında ise sinterlenmiş WC-Co ve WC-Ni kompozitlerinin Co ve Ni eriyiği içerisinde etkileşimi üzerine çalışmıştır. Ergime sıcaklıklarının üstündeki

sıcaklıklardaki sıvı metalin kimyasal denge sıcaklığında sinterlenmiş karbid taneleri arasındaki gözenekleri doldurduğu gözlemiş, WC'lü kompozit malzemelerin Co ve Ni bağlayıcıların yüksek sıcaklıklardaki difüzyon mekanizmasını çalışmıştır (Lisovsky, 1987).

Gutierrez ve arkadaşları toz metal enjeksiyon kalıplama yöntemi ile WC-10Co bileşiminde sert metal kompozit malzeme üretimi konusunda çalışmışlardır. Genellikle sert metaller toz metalurjisi yöntemi ile elde edilir. Son yıllarda toz metal enjeksiyon metodu ile sert metal üretiminde dikkate değer çalışmalar devem etmektedir. Çünkü geleneksel toz metalurjisinin birçok avantajını belirtmişlerdir (Gutierrez et al, 2001).

Bengtsson ve ekibi kobaltın yanında öğütülmüş WC tozlarının sinterleme çalışmalarını yapmışlardır. Öğütülmemiş Co tozları ile öğütülmüş WC toz karışımının sinterleme sırasında sementit karbidlerin üretiminde yani WC-Co kompozitlerin sinterlenmesinde ve öğütülme arasındaki ilişki kurulmaya çalışılmıştır (Bengtsson, 1973).

2.1 Akımsız Nikel Kaplama

Akımsız nikel kaplama, nikel iyonlarının, bir kimyasal indirgenin sulu çözeltisinde katalitik indirgenmesidir. Bu işlem nikelin kaplanacak miktar kadar üzerinde çökelme biçiminde birikmesidir. Korozyon direnci ve yüksek sertliğinden dolayı valf ve pompa parçalarının kaplanmasında kullanılır. Ciddi kullanım alanlarında, petrol ve denizcilik sektöründe tercih edilir. Uzun ömürlü parça kullanımı sağlar. Ön işlemlerin doğru sırada yapılması, her aşamanın yeterli kontrolü, iyi bir yapışma ve mükemmel kullanım performansı oluşturur. Bu metot çok çeşitli metal ve metal dışı malzemeye uygulanabilir.

Kaplamanın fiziksel ve kimyasal özellikleri banyonun formülüne ve işlem koşullarına bağlıdır. Tipik akımsız nikel kaplama banyosu bileşenleri şunlardır;

- 1. Nikel iyon kaynağı
- 2. Bir indirgen ajan
- 3. Uygun bir karıştırma elemanı

- 4. Kararlılık sağlayan bir bileşen ve bir inhibitör
- 5. Enerji

Nikel elde edebilmek için tercih edilen katyon, nikel sülfat veya nikel klorür gibi nikel tuzlarıdır. Nikel asetat ise çok sınırlı uygulamalarda kullanılır. Klorür anyonu, akımsız kaplama korozyon uygulamaları için demir alaşımlarında emniyet açısından olumsuzluklar olabilir. Nikel sülfata kıyasla nikel asetat, çökelme kalitesinde ve banyo performansında dikkate değer avantaj sağlamaz. İdeal kaynak bir nikel tuzu olan Nikel hipofosforik asit' tir.(Ni (H₂ PO₂) ₂). Nikel hipofosfat kullanımı çözeltiye sülfat iyonları eklemeyi gereksiz kılar ve metal çökelmesi süresince ihtiyaç duyulan elemanların eklenmesi sırasında alkali metal iyonlarının minimum seviyede tutulmasını sağlar. Sulu çözeltide nikelin indirgenmesi için kullanılan indirgenler şunlardır;

1.Sodyum hipofosfat (NaH₂PO₂.H₂O)

- 2.Sodyum bor hidrat (NaBH₄)
- 3.Dimetilamin bor (DMAB) (CH₃)₂ NHBH₃
- 4. Hidrazin N₂H₄. H₂O

Kaplama işleminde fosfor ve bor'un kompozisyon içinde olduğu görülmektedir. Alaşımın fiziksel özelliklerini belirlediklerinden kompozisyonun miktarları çok önemlidir. Her şeyden önce mekanizmada yer alan bazı temel noktalar aşağıda sıralanmıştır.

- Nikelin indirgenmesi daima hidrojen gazının açığa çıkmasıyla olur.
- Kaplama tamamen saf nikel değildir. Fosfor, bor, azot içerir.
- Îndirgenme sadece belirli metallerin yüzeyinde olur, fakat kaplanan metalin üzerinde de olmalıdır.
- Hidrojen iyonları indirgenmenin yan ürünüdür.
- İndirgenden yararlanma oranı %100 den azdır.
- Nikel çökelmesinin molar oranın, gerekli olan indirgen ajana oranı genellikle 1' den az veya 1' e eşittir.

Kimyasal tepkime aşağıdaki gibidir.

$$Ni^{+2} + H_2PO_2^{-} + H_2O \longrightarrow Ni^0 + H_2PO_3^{-} + 2H^+$$
 $E^{a} = -0.25 \text{ mV}$ (2.1)

$$H_2PO_2^- + H_2O \longrightarrow H_2PO_3^- + H_2$$
 $E^o = -0.50 \text{ mV}$ (2.2)

Sonuç:
Ni⁺² + 2 H₂PO⁻₂ + 2H₂O
$$\longrightarrow$$
 Ni⁰ + 2H₂PO⁻₃ + 2H⁺ + H₂ E° = +0.25 mV (2.3)

Akımsız nikel kaplama işleminde, kaplama işlemini nikel iyonlarının malzeme üzerinde çökelen sulu kimyasal indirgen çözeltisi kaplama işlemini sağlar. Çökelme işleminin eşit kalınlıkta her yüzeye ulaşması çözeltinin ve metal iyon konsantrasyonunun homojenliğine bağlıdır. Şekil ve boyut ne olursa olsun homojenizasyon sağlandığı sürece iç yüzey ve detay noktalara dahi eşit kalınlıkta kireçlenme uygulanabilir.

Akımsız nikel kaplamanın avantajları şu şekilde sıralanabilir (Agrawal, et al., 1999).

- Karmaşık geometrilerde dahi detayların düzenli kaplanması
- Çökelme tabakası az gözenek içerdiğinden çelik parçalarda korozyona karşı bariyer olur, bu durum elektrolitik nikel veya krom kaplamaya tercih edilir.
- Çökelme, elektrolitik nikel kaplamaya nazaran 1/5 daha az hidrojen içerir, kroma göre 1/10 oranında H₂ absorbe eder.
- Kaplama neredeyse sıkıştırma kuvvetini de azaltır.
- Elektrolitik nikel kaplamanın aksine, akımsız kaplama iç yağlama kabiliyetine sahiptir.
- Yağlar için iyi ıslatıcılığa sahiptir.
- Nikel kaplama ise orta veya yüksek fosfor içeriği ile kötü bir lehimlenebilirlik sergiler.
- Akımsız nikel kaplama çok yönlülüğü ile geniş uygulama alanı bulur.

Brenner ve Riddell'in (1946) nikelin hipofosfatlı indirgendiğini bulduklarını yayınladıktan hemen sonra, 1947 de Pessel, nikel için redüksiyon ajanı olarak hidrazinin patentini almıştır. Bundan sonraki 16 yılda pek çok elektroles nikel- fosfor depozizasyonu patentleri ve yayınları bulunmaktadır (Yujin et al., 2003).

Hidrazin sulu alkalin çözeltilerde çok kuvvetli bir indirgendir.
$$2Ni + N_2H_4 + 4OH^- \rightarrow Ni^{\circ} + 4H_2O + 4e^- \qquad E_b = +1,16V \qquad (2.4)$$

$$2Ni + 2e^{-} \rightarrow 2Ni^{\circ} \qquad \qquad E^{\circ} = -0,25V \qquad (2.5)$$

Levy aşağıdaki nikel iyonları için indirgen reaksiyonunu önermiştir.

$$2Ni^{+2} + N_2H_4 + 40H^- \rightarrow 2Ni^\circ + N_2 + 4H_2O \ E^\circ = 0.91 V$$
(2.6)

Bu reaksiyonda (OH^-) iyonu, alkali metal çözeltisinde amonyum hidroksit eklendiği tepkime süresince bulunur. Aslında bu reaksiyon verilen H_2O ürünü için :

$$Ni^{*2} + N_2 H_4 \xrightarrow{H_2 0} Ni^{\circ} + N_2 + H_2 + 2H^*$$
 (2.7)

1963 den önce Levy hidrazinle nikel kaplama metodunun dokümanlarını yayınlamıştır. Daha sonra Later, Dini ve Coronado birkaç farklı nikel-hidrazin kaplama banyosunun özellikleri belirlendiğini bildirmektedir (Yujin et al., 2003).

2.2 Tungsten Karbür (WC)

Tungsten karbür hegzagonal kristal kafes sistemine sahip olup kristal yapısı Şekil 2.1'de verilmiştir. Tungsten karbürün, fiziksel özellikleri Çizelge 2.1'de verilmiştir.



Şekil 2.1 WC' ün hegzagonal kristal yapısı ○: W Ø: C (Toth 1971)

Erime Noktası °C	2870
Kaynama Noktası °C	6000
Yoğunluk g/cm ³	15.63
Basma mukavemeti (MPa)	4100-5850
Sertlik , HV	2600
Elastisite Modülü (GPa)	520-600
Kristal Yapısı	Hexagonal
Latis Parametresi nm	a= 0,2907 c= 0,2837

Çizelge 2.1 WC fiziksel özellikleri

WC, yüksek ısıda tungsten ve hidrokarbonun reaksiyonu sonucu oluşmaktadır. Tungsten karbür bileşimi, yüksek ısıda karbon ve tungsten karbür içinde ayrışmakla oluşmaktadır. Diğer biçimleri ise W_3C ve W_3C_4 ile oluşturulmaktadır. Tungsten karbür bileşiminde bulunan karbon oranı kaynama noktasını değiştirmektedir. C oranı % 2'de kaynama noktası 2710°C iken, C oranı %3,5 olduğunda kaynama noktası 2760°C olmaktadır. Şekil 2.2'de W-C denge diyagramı gösterilmiştir.



Şekil 2.2 W- C denge diyagramı (Rudy 1967)

Tungsten' in en çok kullanılan türü Stellit olarak adlandırılan Co-Cr-W alaşımının genel bileşimi; % 38–46 Co, % 25–35 Cr, % 4–25 W ve % 1–3 C şeklindedir. Alaşımın sertliği, tungsten ve karbon oranına bağlı olarak 40–60 HRC arasında değişmektedir. Isıl işlem uygulanmasına gerek yoktur. Mikroskobik olarak alaşım, tungsten esaslı bileşikler ve toplam miktarı % 45 mertebesinde karbürlerden ibarettir. Bu alaşımın özelliği; yüksek sertliği, yüksek aşınma, oksidasyon ve korozyon direncidir. Stellit metal kesme takımları yaygın olarak çelik, dökme demir, dökme çelik, paslanmaz çelik, pirinç ve bazı malzemelerin işlenmesinde kullanılır. Ayrıca torna tezgâhlarında, şekillendirici takımlarda ve freze çakılarında kullanılmaktadır.

2.3 Nikel (Ni)

Nikel cevheri, sülfürlü, oksitli ve arsenikli olmak üzere üçe ayrılır. Kanada'daki Sudbury cevherleri sülfürlüdür ve dünya nikel üretiminin %90 bu yataklardan elde edilmektedir.

Nikel, gümüş beyazı renkte 8,9 gr/cm³ yoğunlukta 1452°C sıcaklıkta ergiyen, hemen her ortamda korozyon direnci çok yüksek olan bir metaldir. Manyetiktir, ısı iletkenliği yüksektir. Isıl işlemle sertleştirilemez. Bilinen en özlü metal olan Nikel'in dayanım ve sertliğini soğuk işlemeyle yükseltmek mümkündür. Sıfır altı sıcaklıklarda sertlik ve dayanım daha da yükselmektedir.

2.4 Nikel Klorid (NiCl₂.6H₂O)

Nikel; petrol, kimya, gıda endüstrilerinde, mutfak takımlarında, kâğıt endüstrisinde, çatı kaplama işlerinde ve korozyondan korunması istenen metallerin kaplanmasında kullanılabilir. Nikel, sıcak ve soğuk olarak biçimlendirilmektedir. Nikel oksit, bilimsel ve dekoratif amaçlarla, cama renk vermek için kullanılmaktadır. Aşınma direncini arttırmak için bazı metallerin yüzeyinin ince bir nikel katman ile kaplandığı bilinmektedir. Bu çalışmada ise Nikel, Merck firmasından sağlanan NiCl₂.6H₂O (Nickel chloride)'dan elde edilmiştir. Teorik olarak 1gr NiCl₂.6H₂O (Nickel chloride)'dan yaklaşık 0,25 gr Nikel elde edilebileceği hesaplanmıştır.

2.5 Sinterleme

Sinterleme birbirine temas eden parçacıkların yüksek sıcaklıklarda birbirine bağlanmasını sağlar. Bu bağlanma ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleriyle oluşabilir. Fakat pek çok durumda sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir. Mikroyapı ölçeğinde bağlanma, temas eden parçacıklar arasında boyunlaşma ile kendini gösterir. Boyunlaşma, mukavemetin ham mukavemete oranla artmasını ve diğer birçok faydalı özelliğin gelişmesini sağlar. Resim 2.1'de sinterleme esnasında birbirine temas eden parçacıkların temas ettiği noktada boyun oluşumunun ilk safhası görülmektedir.



Resim 2.1 Nikel tozunun sinterlemesi sırasında boyun oluşumunun ilk safhaları (http://www.turkcadcam.net, 2007)

Sinterleme, yüksek sıcaklıkta atomların yayınımı ve küçük parçacıkların yüzey enerjilerinin azalmasıyla gerçekleşir. Toz üretimi, malzemeye enerji vererek yüzey alanı veya yüzey enerjisi oluşturma işlemidir. Sinterleme ile bu yüzey enerjisi giderilir. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu ile ters orantılıdır. Bu nedenle daha yüksek özgül yüzey alanına sahip olan küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahiptir ve daha hızlı sinterlenir. Fakat yüzey enerjisinin tamamı sinterlemeye harcanmaz. Kristal yapılı katılarda hemen hemen bütün parçacık temas noktaları sınırlarını yüzey enerjisine sahip olan tane sınırı oluşturur. Böylece boyun büyümesi yüzey enerjisini azaltırken tane sınırı enerjisini arttırır. Doğal olarak, bu sadece yüzey

enerjisindeki azalmanın tane sınırı enerjisindeki artıştan yüksek olması durumunda meydana gelir.

Sinterlemeyi esas olarak hızlandıran faktörler, mekanizmalar ve aşamalar açısından incelenmelidir. Sinterlemenin itici faktörleri, bağlanmaya neden olan mikroskobik eğrilikleri tanımlar. Sinterleme mekanizmaları itici güçlere tepki olarak oluşan atom hareketlerinin yolunu tanımlar. Sinterleme aşamaları atom hareketleri sonucu oluşan geometrik gelişimi tanımlar. Bu aşamalar da diğer taraftan itici güçleri değiştirir.

İtici faktörler sinterleme gerilmeleri mikro yapıdaki eğriliklerden kaynaklanır. Sinterleme mekanizmaları genellikle yüzey, tane sınırı veya kristal kafesinde oluşan yayınım işlemleridir. Sinterleme aşamaları etkin itici gücün ve kinetiğin açıklanmasına yardımcı olur ve işlemin matematiksel modellemesinde kullanılır.

Yüksek sıcaklıkta hareket edebilmek için yeterli enerjiye sahip olan atomların sayısı Arrhenius sıcaklık eşitliğinde verilen istatiksel kavramlar ile tanımlanır (German, 2007).

$$\frac{N}{N_o} = \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$
(2.8)

Burada (N/N_o) hareket eden atomların sayısının toplam atom sayısına oranı, (Q)aktivasyon enerjisi, (R) gaz sabiti ve (T) ise mutlak sıcaklıktır. Aktivasyon enerjisi, malzemeye ve atomlar arası bağ kuvvetine bağlıdır. Bu nedenle Q ergime sıcaklığı T_m ile ölçeklidir $(0,145T_m)$. Sinterleme sıcaklığı ergime noktasına yaklaştıkça hareket eden atomların sayısı arttığından sinterleme hızı da artar. Ergime sıcaklığında atomların sıçrama hızı saniyede 1 milyon düzeyindedir. Ancak sinterlemenin ergime sıcaklığının %1 düzeyindeki atom sıçrama hızlarında başladığı gözlenmiştir (German, 2007).



Şekil 2.3 Boyun çapı X olan iki küresel parçacığın sinterleme profili

Sinterleme sırasında atom hareketi görülmez ancak hacim değişiklikleri meydana geldiğinden işlem genelde bu değişimler ile izlenir. Boyun büyümesi bunlardan biridir. Sinterlemenin temel ölçülerinden biri şekil 2.3'de de tanımlandığı gibi boyun büyüklük oranıdır. X/D, boyun çapının parçacık çapına oranıdır. Ayrıca sinterleme sırasında yüzey alanı hızla azalır ve Δ S/S₀ (yüzey alanındaki değişmenin başlangıç yüzey alanına oranı)boyutsuz parametresi ile izlenir. Bunların yanı sıra birçok ham parçada sinterleme sırasında boyut, yoğunluk, mukavemet, sertlik, elektrik ve ısıl iletkenlik, elastik modülü gibi özellik değişimleri olur. Bu nedenle sinterleme işlemlerini izlemek için hacim özellikleri kullanılabilir (German, 2007).

Sinterlemenin itici gücü yüzey enerjisinin azalmasıdır. Rasgele atom hareketleri sırasında atomlar mikro yapıdaki boşlukları doldurur. Kavisli yüzeylerin atom yerleşmeleri üzerine etkisini göstermenin bir yolu gerilmeye bakmaktır. Laplace eşitliği kavisli yüzey ile ilgili gerilmeyi,

$$\sigma = \frac{\gamma}{\left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right)}$$
(2.9)

olarak verir. Burada γ yüzey enerjisi R₁ ve R₂ ise yüzeyin eğrilik temel yarıçaplarıdır. Örnek olarak kabarcığı ele alalım. Küçük kabarcıklar yüzeylerinde yüksek gerilmelere sahiptir. Dolayısıyla küçük kabarcıklar hızla birleşerek düşük gerilmeli büyük kabarcıklar oluşturmaya yönelir.



Şekil 2.4 Sinterleme nokta teması ile başlayan ve parçacıklar arası bağ gelişimini gösteren iki küre sinterleme modeli

Küçük parçacıklarda, boyun bölgesinin doldurulması için daha az sayıda atom gerekir. Atomların hareket mesafesi daha kısadır ve gerilim daha büyüktür. Bunun doğal sonucu olarak küçük boyutlu parçacıklar daha hızlı sinterlenir. Şekil 2.4'de gösterildiği gibi birbiriyle temas halinde olan küresel iki parçacığı ele alalım. Ham parça içinde her parçacık üzerinde bu tür birçok temas noktası vardır. Sinterleme işlemi ilerledikçe birbirine temas eden parçacıklar arasında bağ büyür ve birleşir. Her temas noktasında bir tane sınırı büyür ve katı-buhar ara yüzeyinin yerini alır. Uzun süre sinterleme iki parçacığın tamamen birleşerek çapı başlangıç çapının 1,26 katı olan tek küresel parçacık oluşturmasına yol açar. Preslenmiş ham madde içinde her parçacığın birçok komşusu vardır. Böylece her parçacığın birkaç noktasında bağ oluşur. Sinterleme üç aşamada tamamlanmaktadır.

İlk aşama;

İlk aşama sinterlemesine, eğrilik denkleminin uygulanması sinterleme mikro yapısında buhar basıncı, boşluk oranı ve gerilme farklılığının tahminini sağlar. Örneğin boyun bölgesindeki buhar basıncı, boyun içbükey olduğundan denge basıncından daha düşüktür. Bununla birlikte dışbükey yapıdan dolayı, toz kütlesi denge basıncının üzerinde buhar üretir. Sonuç olarak, parçacık boyutundan daha kısa mesafelerde basınç farkı oluşur. Suyun aşağı doğru akması gibi, basınç farkı boyun bölgesine kütle taşınımına yol açar. Buhar basıncına benzer şekilde, kavisli yüzey altındaki boşluk yoğunluğu C, eğriliğe bağlıdır.

$$C = C_o \left[1 - \frac{\gamma \Omega}{kT} \right] \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$$
(2.10)

Burada C_o denge durumundaki boşluk yoğunluğu, γ yüzey enerjisi, Ω atom hacmi, k Boltzman sabiti, T ise mutlak sıcaklıktır. Denge durumundaki boşluk yoğunluğu Arrhenius sıcaklık denklemine bağlıdır ve $C_o \exp(-Q/RT)$ ile değişir. Burada Q_L boşluk oluşumu için gerekli olan ergime sıcaklığı ile orantılı olan aktivasyon enerjisidir. Yüzey eğriliği ne kadar fazla ise, denge durumundaki boşluk yoğunluğundan sapma da o kadar fazla olur. İçbükey bir yüzey için, boşluk yoğunluğu denge durumundaki konsantrasyondan daha yüksek iken, dışbükey bir yüzey için bu değer daha düşüktür. Dolayısı ile boşluklar içbükey yüzeyden dışbükey yüzeye akarken, atomlar ters yönde hareket eder. Gerçekte gözenekler kütlesel boşluk birikme yerleri olup, balon gibi zamanla iç basıncı kaybederek çökerler (German, 2007).

Sinterleme hızının tahmin edilmesi için burada ele alınmayacak olan oldukça fazla sayıda matematiksel denklem kümesine ihtiyaç duyulur. Gerçekte içbükey ve dışbükey yüzeylerin boşluk yoğunluğundaki farklılık, boşluk yoğunluk gradyanı oluşturur. Boşluk ile kütle akısı ilişkisi için Fick'in birinci kanunu kullanılır. Boyun hacminin bilinmesi ve boyun büyüklüğüne ve yayınımın olduğu alana ilişkilendirilmesi, toplam boyun büyüklüğünün zaman, sıcaklık ve parçacık boyutunun bir fonksiyonu olarak hesaplanmasını mümkün kılar. Buradan sinterlemenin ilk aşamasında sabit sıcaklık boyun büyümesi modelleri boyun-büyüklük oranını X/D aşağıdaki gibi verilir.

$$\left(\frac{X}{D}\right)^n = \frac{Bt}{D^m} \tag{2.11}$$

Burada X boyun çapı, D parçacık çapı ve t ise sabit sıcaklık sinterleme süresidir. Sinterleme sıcaklığı üssel bir eşitlik içinde yer alır (German, 2007).

$$B = B_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{2.12}$$

Burada B_o malzeme, sıcaklık ve geometrik sabitlerin toplamı, R gaz sabiti, T mutlak sıcaklık ve Q ise atom taşınım işlemi ile ilgili aktivasyon enerjisidir. Denklem 2.11'de n,m ve B'nin değeri kütle taşınım mekanizmasına bağlıdır. Bu denklem ideal şartlarda eşit boyutlu küresel tozlar için geçerli bir modeldir. Bu nedenle, gerçek toz ve sinterleme döngülerine uygulandığında çok hassas olmamakla birlikte, önemli işlem parametrelerini verir. Parçacık boyutunun tersine aşırı duyarlılık, küçük parçacıkların daha hızlı sinterlenmesi anlamına gelmektedir. Diğer işlemlere, küçük parçacık boyutlarında yüzey yayınımı ve tane sınır yayınımı artar. Bütün durumlarda, sıcaklık üssel bir terim olarak yer alır ve yüksek sıcaklıklarda küçük sıcaklık değişimleri önemli etki yapar. Son olarak zamanın azalan etkisi vardır (German, 2007).

Ara aşama;

Özellik gelişiminin önemli bir bölümü sinterlemenin ara aşamasında gerçekleşir. Bu aşama gözenek yuvarlaklaşması, tane büyümesi ve genellikle yoğunluk artışı ile ortaya çıkar. Sinterlemenin ara aşamasında, yoğunlaşma hızı boşlukların gözeneklerden uzaklara yayınımına ve tane sınırlarındaki boşlukların üzerinde yok olmasına bağlıdır. Boşlukların yok olması, tane sınırlarının hacim değişimini telafi etmesini gerektirir. Bu ise tane büyümesi, tane bükülmesi ve tane dönmesi ile gerçekleştirilir. Tane dönmesinin yoğunlaşmaya katkısı, kürelerin zamanla dönmesi ve sinterlemenin ara aşamasındaki yoğunluk artış hızı, (dp/dt), boşlukların ve atomların akısı, yayınım mesafesi ve birim hacimdeki gözenek sayısı ile belirlenir. Yoğunluk aşağıda verilen denklem ile ifade edilir:

$$\rho_s = \rho_1 + B_1 \ln\left(\frac{t}{t_1}\right) \tag{2.13}$$

Burada ρ_s kısmi sinterlenmiş yoğunluk ρ_1 ara aşamanın başlangıcındaki oransal yoğunluk, B₁ denklem 2.12'den elde edilen değer t₁ ara aşamanın başlangıç zamanı t ise

sıcaklık sinterleme süresidir. $t>t_1$ Genellikle B₁ parçacık boyutunun tersinin küpü ile değişir ve sinterleme esnasındaki yoğunluk artışında tane boyutunun etkisinin önemini yansımaktadır Bu nedenle, tane büyümesi gecikmesi ve tane sınırı yayınımının arttırılması yoğunlaşmayı önemli ölçüde iyileştirir. Tane büyümesi sinterlemeyi yavaşlattığından, sinterleme sırasındaki tane büyümesi kinetiğinin anlaşılması önemlidir. Yoğun malzemelerde ortlama tane büyüklüğü G, klasik yasaya göre zamana bağlı olarak artar.

$$G^2 = G_0^3 + Kt (2.14)$$

Burada t ısıtma süresi G_o başlangıç tane büyüklüğü, K, faktör B'ye benzer bir şekilde ısıl aktivasyon parametresidir. Gözenekler olduğunda, K faktörü kabaca gözeneklerle kesişen tane sınırlarının oranı kadar azalır. Dolayısı ile sinterlemenin ilk aşamasında, tane sınırlarının büyük bir bölümü gözenekleri kestiğinden tane büyümesine oldukça fazla engel vardır. Fakat yoğunluk arttıkça ve gözenekler giderildikçe, K'nın artması ile daha büyük tane oluşumu sağlanır. Bunun sonucu olarak sinterleme yavaşlar (German, 2007).

Sinterlemenin ara ve son aşamalarında, tane şeklinin tane sınırlarında silindirik şekilli gözeneklerin bulunduğu on dörtkenarlı tetrakaidekahedron olduğu varsayılmaktadır. Bu geometride gözenek çapı dg, tane boyutu G, gözenek oranı ε arasında aşağıdaki ilişki vardır:

$$\varepsilon = \pi \left(\frac{dg}{G}\right)^2 \tag{2.15}$$

Tane sınırları gözeneklere bağlı kaldığı sürece, bu denkleme göre gözenekler bir araya geldikçe veya gözenekler giderildikçe tane boyutu büyür. Ara aşamada yoğunlaşma hacim ve tane sınırı yayınımı daha önemlidir. Tane sınırlarında bulunan gözenekler kaybolur. Ancak tane sınırına bağlı olmayan gözenekler, kararlı bir şekilde kalır. Ara aşama sinterlemesinde gözenek yuvarlaklaşması ve gözenek göçünden de anlaşılacağı üzere yüzey taşınımı etkindir. Fakat yüzey taşınımı, yoğunluk artışına katkıda bulunmaz. Yayınım hızı, tane büyümesi ve gözenek hareketi ısı ile etkinleştirilmiş

işlemlerdir. Pek çok malzemede bu işlemler tane boyutu, gözenek boyutu ve gözenek ler arası mesafeye bağlıdır (German, 2007).

Son aşama;

Sinterlemenin son aşaması, kapalı gözenekler ile olur. Son aşama sinterlemesinde gözenek boyutu artar, eğer kapalı gözenekler hareketli ise tane büyümesi sırasında tane sınırları ile birlikte hareket ederek yoğunlaşmanın sürmesini sağlar. Ancak başlangıçtaki yüzey enerjisinin azalması ile son aşama sinterlemesi yavaştır. Böylece yakıt bittikçe sönen ateş gibi, kalıntı yüzey enerjisi azaldıkça sinterleme de yavaşlar. Son aşama sinterlemesi sırasında gözenekler kapalıdır, izoledir ve küresel veya mercek şeklinde olma eğilimindedir. Tane sınırındaki bir gözenek için, tane sınır enerjisi ile katı-buhar yüzey enerji arasındaki denge iki düzlemli açı kanalı oluşturarak mercek şekilli gözenek oluşumuna yol açar. Gözenek tane sınırından ayrıldığında ise küresel olur. Bazı hallerde tane büyümesi gibi gözenek büyümesi de olur. Bu durumda, gözenek sayısı azalırken, ortalama gözenek boyutu artar. Gözenek eğriliğindeki ve boşluk yoğunluğundaki farklılıklar az kararlı olan küçük gözeneklerin kaybolmasına ve kararlı olan büyük gözeneklerin irileşmesine yol açar. Bu işlem 'Ostwald olgunlaşması' olarak adlandırılır. Gözenek içinde gaz varsa bu durum gözenek giderilmesini yavaşlatır veya engeller. Bu nedenle tam yoğunluk gerekiyorsa vakumda sinterleme tercih edilir.

Son aşamadaki gözenek giderme hızı yüzey enerjisi ve gözenek gaz basıncı P_G arasındaki dengeye bağlıdır. Yoğunlaşma hızı aşağıdaki denklem ile verilir (German, 2007).

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{12D_{\nu}\Omega}{kTG^2} \left(\frac{\gamma}{dp} - P_G\right)$$
(2.16)

Burada ρ kısmi yoğunluk, t tutma süresi, Ω atom hacmi, D_v hacim yayılma gücü, k Boltzman sabiti, T mutlak sıcaklık, G tane boyutu, γ katı-buhar yüzey enerjisi, dp gözenek çapı ve P_G gözenek içindeki gaz basıncıdır. Bu denkleme göre, gözenek içinde gaz basıncı bulunursa, bütün gözenekler giderilmeden önce yoğunlaşma hızı sıfıra gider. Bu nedenle eğer sinterleme vakumda veya katı içinde çözünen gaz ortamında yapılamaz ise birçok durumda tam yoğunlaşma mümkün değildir.

Malzemelerin çoğunda ham parça sinterlenirken, gözenek boyutları bir dağılım gösterir. Bunun sonucu olarak bazı bölgeler sinterlemenin son aşamasına komşu bölgelerden daha erken ulaşır. Bunun anlamı, ara aşama ile son aşama arasında keskin bir geçişin olmamasıdır. Ham kütle içindeki gözenek dağılımının bir sonucu yoğunlaşma kinetiğinde görülebilen gözenekler ve taneler arasındaki karmaşık etkileşimdir (German 2007).

Sinterleme yöntemlerinin sınıflandırılmasında sinterleme sırasında basınç uygulanıp uygulanmaması çok önemlidir. Yüksek yoğunlukta kaliteli parça üretim yöntemlerinin birçoğunda sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, sıcak dövme, sıcak ekstrüzyon gibi yöntemler uygulanır. Bu yöntemlerde sinterleme işlemi basınç altında gerçekleşir. Basınçsız sinterleme yöntemleri iki grupta sınıflandırılır (Uygur 1986).

2.5.1 Katı hal sinterlemesi

Katı hal sinterlemesinde, sinterleme işlemi süresince içyapıda sıvı faz oluşmaz ve bütün olaylar (difüzyon, yoğunluk artışı vb.) katı halde meydana gelir (Sarıtaş 1996).

2.5.2 Sıvı faz sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesinde, sıvı faz oluşumu için iki ana mekanizma vardır. Bunlardan birincisi, farklı kimyasal bileşimlerde toz karışımı kullanmak olup en yaygın olarak kullanılan yöntemdir. Sinterleme sırasında farklı bileşimdeki tozların etkileşimi ile sıvı faz oluşur. İkincisi ise sıvı fazın toz karışımında bulunan bileşenlerden bir tanesinin ergimesi veya ötektik faz oluşumu ile oluşmasıdır. Oluşan bu sıvı faz çözünme durumuna göre sinterleme sırasında alaşım oluşumu ile ortadan kalkabilir (geçici sıvı faz sinterlemesi veya reaktif sinterleme) veya sinterleme süresince içyapıda sürekli olarak bulunabilir (Sürekli sıvı faz sinterlemesi). Farklı bir yöntemde ön alaşımlı tozun solidüsliküdis sıcaklığı arasında sinterlenmesi sureti ile sıvı+katı karışımı oluşturarak

solüdüstü sinterlemedir (Sarıtaş, 1996) Sinterleme işleminde bir denge durumu yoksa bile dengeye yaklaşım söz konusudur. O halde işlem değişkenlerinin tanıtılmasında faz diyagramları kullanılabilir. İkili faz diyagramları ve sinterleme işlemi arasında önemli ilişkiler vardır.

Ergime sıcaklıkları sinterleme sıcaklığının seçiminde yol gösterirken, faz diyagramı bileşenler arasındaki termodinamik ilişkileri de sergiler. Sinterleme sonunda oluşan alaşımdaki oranı yüksek olan ana metal B bileşeni, oranı az olan metal katkı olarak adlandırılmış olup A bileşeni olarak gösterilmiştir (Şekil 2.5). Sinterleme sıcaklığı T_s ve sinterlemeden sonra elde edilen son bileşim ise X_s ile gösterilmiştir (Şekil 2.5). (German, 1996).

2.5.2.1 Sürekli sıvı faz sinterlemesi

Bu yöntemde sinterleme işleminin yüksek sıcaklık aşamasında içyapıda sürekli olarak bulunan sıvı faz sürekli yoğunluk artışı ve tane büyümesine neden olur. Başlangıçta katıyı ıslatan sıvının katı parçacıklar üzerine uyguladığı kapiler kuvvetler yardımıyla parçacıkların yeniden düzenlenmesi ile hızlı bir yoğunluk artışı olur. Yeniden düzenleme ile erişilecek yoğunluk artışı oluşan sıvı faz miktarına, parçacık büyüklüğüne ve katının sıvı fazda çözünürlüğüne bağlıdır. Sıkıştırılmış kütle içindeki gözenek miktarının azalması sıvı faz akışını güçleştirir. Bu nedenle yoğunlaşma hızı giderek azalır. Belirli bir aşamadan sonra çözünürlük ve yayınma daha etkin hale gelerek çözünme ve tekrar çökelme safhasına geçilir. Ostwald olgunlaşması ve tane şeklinin oluşumunun her ikisi de difüzyon kontrollü işlemlerdir. Bu işlemlerin oluşabilmesi için katı fazın sıvı fazda çözünürlüğünün olması gerekir. Alaşım oluşumu ile ergime sıcaklığının düşmesi sinterleme özelliğinin iyileştiğinin göstergesidir.

Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun iki örnek şekil 2.5'te verilmiştir. Şekil 2.5 a'da solidüsüstü sinterleme için uygun olan ikili denge diyagramını göstermektedir. Sölidüsüstü sinterlemede, ön alaşımlı toz solidüs-likidüs sıcaklıkları arasındaki bir sıcaklıkta sinterlenir. Sinterleme sıcaklığında oluşan sıvı faz miktarı kaldıraç kurallarına göre hesaplanabilir. Eğer solidüs sıcaklıkları aralığı geniş ise işlemin

kontrolü daha kolay olur. Şekil 2.5 b'de 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 oluşumu ile birlikte yoğunluk artışı çok hızlı olmakta ve artan sıvı oranıyla artmaktadır (Sarıtaş 1996).



(a)Ön alaşımlı toz, (b) Karıştırılmış tozlar

2.5.2.2 Geçici sıvı faz sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesinin değişik bir uygulaması da geçici sıvı faz sinterlemesidir. Sinterleme sırasında oluşacak olan denge fazı katı ise sıvı faz difüzyon homejenizasyonu ile katılaşarak kaybolur. Bu yöntemde sıkıştırılabilirliliği yüksek saf element tozları kullanılabilir. Sürekli sıvı faz sinterlemesinde görülen tane irileşmesi olmaz. Ancak oluşan sıvı faz miktarı bazı işlem parametrelerine bağlı olduğundan bu yöntem sinterleme şartlarına çok duyarlıdır. Geçici sıvı faz sinterlemesinin uygulanabilmesi için bileşenlerin birbiri içinde çözünebilmesi ve son bileşimin tek faz bölgesinde olması gerekir. Geçici sıvı faz sinterlemesi için uygun iki tür denge diyagramı Şekil 2.6'da verilmiştir.

Şekil 2.6 a'da sinterleme sıcaklığı iki metalin ergime sıcaklıkları arasındadır. Şekil 2.6 b'deki sistemde ise sıvı faz bileşenlerin difüzyonu sonucu oluşan ötektik dönüşüm ile sağlanmaktadır. Sinterleme sıcaklığı, ötektik sıcaklığın üzerinde olup son bileşim tek

faz bölgesindedir. Her iki durumda da sıvının katı fazda çözünürlüğü yüksek olup sinterleme süresinde sıvı kaybolmaktadır. Bu özellik sinterleme sıcaklığına ısıtma sırasında şişmeye neden olabilir (Sarıtaş 1996).



Şekil 2.6 Ergime sıcaklıkları ve çözünürlük bakımından geçici sıvı faz sinterlemesine uygun denge diyagramları

1.5.3 Reaksiyonlu sinterleme

Geçici sıvı faz sinterlemesine benzer reaksiyonlu sinterleme işlemi şematik olarak Şekil 2.7'de gösterilmiştir. Toz karışımı karşılıklı difüzyonla sıvı fazın oluştuğu sıcaklıkta sinterlenir. Oluşan sıvı faz geçici olup son ürün metaller arası bileşiktir. Bileşenler arasındaki reaksiyon çoğunlukla ekzotermiktir. Sıvı oluşumu ve ekzotermik reaksiyon sonucu ısınma ile birlikte hızlı bir sinterleme gerçekleşir. Reaktif sinterleme için uygun bir sistem Şekil 2.7'de gösterilmiştir. Özellikle karşılıklı difüzyon hızlarının farklı olması ve bileşiğin teşekkül ısısının yüksek olması durumunda sinterleme sırasında şişme olur. Gözenek oluşumu söz konusudur. Sıvı akışı ve homojen bir içyapı oluşumu için reaksiyon sıcaklığının ötektik sıcaklığın üzerinde olması gerekir.



Şekil 2.7 (a) Reaksiyonlu sinterleme için uygun denge diyagramı (b) Reaksiyonlu sinterlemede meydana gelen olayların şematik gösterimi

Şekil 2.8'de sinterlemenin dört safhası görülmektedir. İlk aşamada karıştırılmış tozlar, ikinci aşamada boyun oluşumunun ilk safhası, üçüncü aşamada boyun oluşumu ile birlikte gözenekliliğin azaldığı görülmekte ve son aşamada da sinterlemenin tamamlanması görülmektedir.



Şekil 2.8 Sinterlemenin 4 safhası (http://www.turkcadcam.net, 2007)

2.6 Kompozit malzemelerde ıslatma

Sıvı metalin, takviye elemanı seramik parçacıkları ıslatmasının zor olduğu bilinmektedir. Matris ve seramik arasında oluşan ara yüzey çok önemlidir. Çünkü metal maddesi kompozitlerin deformasyonu süresince yük transferini ve çatlak direncini sağlayan bölgedir. Sıvının bir katı yüzeyinde sıvı katı arasında temas ederek matris ve takviye malzemesi arasındaki etkileşime "ıslatılabilirlik" diyebiliriz. Bu etkileşim kimyasal bağlanma seklinde oluşabilir. Bir elyaf yüzeyinin etkili ıslanması için sıvı reçinenin katı yüzeyinin her tepe ve çukuruna ulaşması sağlanmalıdır. Islanma iki basit denklemle anlaşılabilir. Termodinamikte bir sıvının katı hale geçişi esnasında yapılan iş (W_A) , Düpre denklemi ile şöyle hesaplanır.

$$W_{A} = \gamma_{1} + \gamma_{2} - \gamma_{12} \tag{2.17}$$

$$\gamma_{kb} = \gamma_{ks} + \gamma_{sb} \cos\theta \tag{2.18}$$





2.7 Mikrodalga Sinterleme

Mikrodalga, dalga boyu çok kısa olan elektromagnetik dalgalardır. Elektromagnetik dalgaların sınıflandırılmasında belli bir frekans grubu mikrodalga bandını oluşturmaktadır. Mikrodalgalar, elektromagnetik spektrumda 900–30000 MHz arasındaki bölgeye yayılan iyonize olmayan radyasyonların bir türüdür (Şekil 2.10). Mikrodalgaların boyu 30cm ile 1mm arasında değişmektedir. Mikrodalga fırınlarda kullanılan dalgaların boyu 12,5cm dir. Işık hızında yol alır. Işık ışınları gibi kırılır, yansır ve absorbe edilir (Esin, 1998)

Metalik bir levha benzeri aynadan yansıyan mikrodalgalar, dielektrik ara yüzeyde kırılır ve parabolik yansıtıcı ile odaklanır. Mikrodalga enerji belli bir frekansta, yüzdelik bir dönüşüm verimiyle elektrik enerjisinden elde edilir. Mikrodalgalar; görünür, ultraviyole gibi elektromanyetik enerji şekillerinden daha yüksek dalga boylarına ve daha düşük enerji miktarına sahiptirler.

Mikrodalga enerji ısıtma, kurutma, kavurma, ergitme, oksitli minerallerin karbotermik redüksiyonu gibi işlemlerin uygulanmasında kullanılır. Seramik malzemelerde ise mikrodalga enerjisi sentezleme, kurutma, kalsinasyon ve sinterleme gibi işlemler için kullanılır. Endüstriyel işlemler için mikrodalga ısıtma; işlem zamanını azaltması ve düşük enerji maliyetinden dolayı tercih edilmektedir.



Şekil 2.10 Mikrodalga işlemler için kullanılan Elektromanyetik spektrum ve frekansları (Sutton, 1993).

Seramik endüstrisinde mikrodalga teknolojisinin kullanılma nedeni; hızlı işlem zamanı ve düşük enerji maliyetidir. Genellikle seramiklerin sentezlenmesi, kurulması, kalsinasyonu ve sinterlenmesinde mikrodalga enerjisi kullanılır. Mikrodalga ısıtma geleneksel ısıtmadan farklı ana temellere sahiptir. Geleneksel işlemde seramik malzeme ısıtılmasında dıştan ısıtma kaynağı kullanılır. Oysa mikrodalga işleminde seramik malzemenin iç kısmından mikrodalganın geçip etkileşmesiyle ısınmaya başlar. Buradan da anlaşılacağı gibi içsel ve hacimsel ısınmanın sonucu olarak mikrodalga işlemindeki malzemelerde ısıtmanın akımı ve termal dağılımları Şekil 2.11'de görüldüğü gibi geleneksel ısıtma işleminin tersidir.



Şekil 1.11 Geleneksel ve mikrodalga fırınlarda ısıtma işlemleri (Kutbay,2004)

Mikrodalga ısıtmada numunenin ısınması iç kısımda sağlandığı için geleneksel ısıtmadan farklıdır. Bu yüzden mikrodalga ile ısıtılan numunenin sıcaklık nüvesi daha yüksektir. Ayrıca sıcaklık düzgün olarak dağıldığı için termal gerilmeler numunede azalmaktadır. Mikrodalga ısıtma ile elde edilen termal gradyentler, geleneksel ısıtma ile elde edilen termal gradyentlerin karşıtıdır. Şekil 1.12 malzemenin mikrodalga enerji ile etkileşimini göstermektedir. Mikrodalga enerjinin malzemenin yapısına göre nüfuz etme miktarları görülmektedir. Buna göre an fazla mikrodalga enerjiyi, karıştırılmış malzeme tipleri absorbe etmektedir. En az absorbe edenler iletken malzemelerdir.



Şekil 2.12 Malzemenin mikrodalga ile etkileşimi (Mingos, 1997)

Bir mikrodalga fırın genel olarak şu parçaları içerir;

- Magnetron tüp
- Magnetron termostatı
- Firin termostati
- Dalga tüneli
- Rotatif anten
- Vantilatör(Fan)
- Kontrol paneli
- Metal fırın duvarları
- Fırın Kapağı



Şekil 2.13 Mikrodalga fırın parçaları (Mingos, 1997)

Magnetron elektrik enerjisini mikrodalgalara dönüştürür. Kullanım ömrü 3000 saat ya da 10 yıldır. Magnetron tüp radyo ve televizton tüplerine benzer. Mikrodalga fırın için yüksek gerilimi temin için sekonderinde iki devreli sargı bulunur. Birisi 3,2 voltluk bir çıkış ile ısıtıcı flaman devresi beslenir. Diğeri 2800 voltluk maksimum negatif voltaj, anodu topraklanmış magnetronun katoduna uygulanır.



a) Üstten görünüş
b) Yandan görünüş
Şekil 2.14 Magnetron mikrodalga tüpünün şematik gösterimi (Thostenson, 1998)

Katottan anota bir elektron akışı yaratmak için katotun ısıtılması ve her ikisi arasında bir 3,2 voltluk potansiyel farkı bulunması gerekir. Flemanın ısıtılması ile katota 2800 volt DC gerilim uygulanır. Elektronlar başlangıçta katottan anota doğru güz bir çizgide hareket ederler. Bununla birlikte, anotu çevreleyen ve magnetik bir alan oluşturan daimi mıknatıslanmanın etkisiyle, elektronlar katot-anot arasında yörüngesel bir şekilde hareket ederler. Elektronlar anota ulaştığında yörüngesel yolları elektronları anotun bir parçası olan küçük rezonans boşluklarından geçirir. Elektronların bu geçiş durumları elektron akımının rezonans boşluklarının çok yüksek frekanslarda 2450MHz düzeyinde salınmasını sağlayacak şekilde endüksiyon oluşmasına neden olur. Bu RF enerjisi daha sonra antene transfer edilir (Şekil 2.15).



Şekil 2.15 Hareketli mikrodalga tüpünün şematik görünümü (Thostenson, 1998)

Sonuç olarak; mikrodalga işlemi, çok hızlı ve üniform olarak ısıtmanın yapılması, kalınlık seçimi ile etkili olan uçucu kimyasal maddelerin (bağlayıcılar, yağlayıcılar, nem vs.) ortadan kaldırır. Sinterleme sırasında çatlamanın nedeni olan termal gerilmelerin azalmasını sağlar.



Resim 1.2 Mikrodalga kül fırını

2.8 Sistem seçimi

Faz çizelgeleri malzeme sistemlerinde, değişik sıcaklık, basınç ve bileşimlerinde hangi fazların bulunduğunu gösteren şekillerdir. Şekil 2.16 da Fe-Ni ikili faz diyagramı verilmiştir. Diyagrama göre 1440°C nin altında γ,Fe,Ni katı çözeltisi bulunur. Katı hal dönüşümleri, FeNi₃ intermetalik fazının 517°C de dönüşümünü göstermektedir. Bazı düşük sinterleme sıcaklıklarında örneğin; ötektik sıcaklığı 347°C kullanılabilir. 517°C deki yerel ekzotermik reaksiyonlar sinterlemeye yardımcı olacaktır. Katıl hal sinterlemesi, geçici sıvı faz sinterlemesine dönüşür. Sinterleme tekniği olarak ne kullanılacağına karar verdikten sonra, toz karışımları için hazırlama metotları belirlenmelidir.



Şekil 2.16 Fe-Ni ikili faz diyagramı (Swartzendtuber, 1992)

Şekil 2.17 de Al-Ni ikili faz diyagramı verilmiştir. Genellikle Ni₃Al alaşımının oluşturulması istenir. Bu faz yüksek oksidasyon direnci gösterdiğinden oksidasyon direnci istenen uygulamalarda tercih edilir. Bu fazın oluşumunu sağlamak doğru Ni, Al oranları kullanmak ile sağlanabilir. Şekil 2.17 geçici reaktif sıvı faz sinterleme işlemi ötektik Ni fazının şeklini içerir. Akımsız Ni kaplama metodu karıştırma ve ıslatma problemine yardımcı olmaktadır. Seramik tozlarının Ni kaplanması seramik tozlarının birbirine temasını önler ve sıvı alüminyum ile temas sağlanır.



Şekil 2.17 Al-Ni ikili faz diyagramı (ASTM, 1986)

3. MATERYAL VE METOT

Bu bölümde kullanılan seramik ve metal malzemelerin teknik özellikleri ile deneysel çalışmalarda izlenen metotlar açıklanmıştır.

3.1 Kullanılan Malzemeler

Çalışmada seramik tozları ile metal tozlarının yanı sıra kaplama banyosunda çeşitli kimyasallar kullanılmıştır. Kullanılan malzemeler sırasıyla açıklanmıştır.

3.1.1 Seramik malzemeler

Çalışmalarda seramik malzemelerden WC ve SiC kullanılmıştır. Malzemelerin özellikleri Çizelge 3.1 de verilmiştir. Malzemelerin saflıkları %99 ve üzerindedir.

Malzeme	Molekül Ağırlığı	Yoğunluk (gr/cm ³)	Ergime sıcaklığı (°C)	Kristal yapısı (20°C)	Saflık %	Parçacık boyutu	Temin edilen firma
WC	183,85	15,5	3410	НМК	99,5	10µm	Sigma Ald. Materials
SiC	28,48	2,33	2500	Elmas Kübik	99	-325 mesh	Sigma Ald. Materials

Çizelge 3.1 Seramik malzemelerin teknik özellikleri (Smith, 2001)

Tungsten Karbür (WC) :Bu çalışmada,10 µm tane boyutunda ve % 99,5'lik saflıkta Johnson Matthey Materials Technology firmasından sağlanan tungsten karbür tozu kullanılmıştır

Silisyum Karbür (SiC): % 99 saflıkta ve parçacık boyutu -325mesh olan Silisyum karbür tozu Sigma Aldrich Materials firmasından sağlanmıştır. Parçacık şekli keskin ve köşelidir

3.1.2 Metalik Malzemeler

Çalışmalarda metal malzemeler olarak Fe, Al ve Ni elementleri kullanılmıştır. Malzemelere ait özellikler Çizelge 3.2 de verilmiştir.

Malzeme	Molekül	Yoğunluk	Ergime	Kristal	Saflık	Parçacık	Temin edilen
	Ağırlığı	(gr/cm ³)	sıcaklığı	yapısı(20°C)	%	boyutu	firma
			(°C)				
Fe	55,847	7,8	1536	HMK	97	-325	Sigma
							Ald.
							Materials
Al	26,98	2,7	660	YMK	99	20	Sigma
							Ald.
							Materials
Ni	58,71	8,9	1452	YMK	99	2-3	Alfa Asear

Çizelge 3.2 Metal malzemelerin teknik özellikleri (Smith, 2001)

Nikel (Ni): Alfa Asear firmasından temin edilen Ni tozu %99 saflıkta 2-3 μ m tane boyutuna sahiptir.

Alüminyum (Al): Sigma Aldrich Materials firmasından sağlanan Alüminyum tozu %99 saflıkta ve tane boyutu 20µm dur.

Demir (Fe): %97 saflıkta ve tane boyutu -325Mesh olan demir tozu Sigma Aldrich Materials firmasından sağlanmıştır.

Nikel klorid (NiCl₂.6H₂O): Akımsız Ni kaplama banyosunda kullanılan bir kimyasaldır. Ağırlıkça farklı oranlarda kaplama banyosuna karıştırılmıştır.

3.2 Kullanılan Cihazlar ve Uygulanan Testler

Çalışmamızda gerek üniversitemizde bulunan cihazlar gerekse yeni alımı yapılan mikrodalga kül fırını kullanılmıştır. Bu cihazların özellikleri aşağıda belirtilmiştir.

3.2.1 Hidrolik pres

Hazırlanan toz karışımları soğuk olarak hidrolik preste 20MPa (6000kg) altında preslenmiştir.

3.2.2 Kalıp

Çalışmalarda kullanılmak üzere, fotoğrafta görüldüğü gibi 50x80mm boyutlarında silindirik kalıp yaptırılmıştır. Silindir kalıpta tozların konulacağı kısım 15mm çapında silindir şeklinde boşaltılmıştır. Sinterlenecek tozlar kalıpta 3-5mm yüksekliğinde silindir şekline getirilerek fırına yerleştirilmiştir.

Preslenen numuneler akan Argon atmosfer ortamında 800, 900, 1000, 1100 ve 1200°C'de dakikada 10°C artarak ısıtılıp hedeflenen sıcaklıkta 2 saat bekletilerek sinterlenmiş ve doğal olarak soğumaya bırakılmıştır.

Resim 2.1'de tüp fırın içinde kayıkçık ve üzerindeki numune görülmektedir. Numune silindirik tablet olarak üretilmektedir. Çapı 15mm, yüksekliği ise malzeme yoğunluğuna bağlı olarak 3–5 mm arasında değişmektedir.



Resim 3.1 Tüp fırında 1200°C'de numune görüntüsü

3.2.3 Taramalı elektron mikroskobu

Sinterleme öncesi ve sonrası numunelerin SEM fotoğrafları için LEO 1430 VP ile çekilmiş, EDX analizlerinde RÖNTEC markalı cihaz kullanılmıştır. Bu analizler Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi'nde yapılmıştır.

3.2.4 Sertlik cihazı

Mikroyapı incelemeleri için hazırlanan numuneler üzerinde aynı zamanda sertlik ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Numuneler bakalite alındıktan sonra zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulmuşlardır. Her bir numune üzerinden 10 farklı bölgeden alınan sertlik değerlerinin ortalaması alınmıştır. Sertlik testleri Shimadzu HMV 2L sertlik cihazı ile yapılmıştır.

3.2.5 Basma gerilme test cihazı

Basma gerilme testleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi'nde bulunan Shimadzu-AG/IS 100kN cihazı ile test edilip basma mukavemet eğrileri bilgisayar ortamında eşzamanlı olarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.6 Avometre

Üretilen kompozit numunelerin elektrik dirençleri fluka marka ±0,05 hassasiyet ile ölçümler yapılmıştır.

3.2.7 Yoğunluk Hesabı

	WC	SiC	Al	Fe	Ni	Hesaplanan
	15,5	3,22	2,7	7,87	8,9	teorik
Kompozisyon	(gr/cm ³)	(gr/cm ³)	(gr/cm ³)	(gr/cm ³)	(gr/cm ³)	yoğunluk
						(gr/cm ³)
WC-Ni	0,7*15,5				0,3*8,9	13,52
WC-Al-Ni	0,6*15,5		0,1*2,7		0,3*8,9	12,24
WC-Fe-Ni	0,35*15,5			0,35*7,87	0,3*8,9	10,84
SiC-Fe-Ni		0,2*3,22		0,50*7,87	0,3*8,9	7,24

Çizelge 3.3 Hazırlanan kompozisyonlara ait teorik yoğunluklar

Çalışmada Ni kaplama yapılarak ve kaplama yapılmaksızın üretilen numunelerin yoğunlukları hesaplama ($d = \frac{m}{v}$) yoluyla belirlenmiştir. Burada m kütle (gr), v hacim (cm³), d ise yoğunluk (gr/cm³) tür. Hesaplama da sinterleme öncesi ham yoğunluklar ile sinterleme sonrası yoğunluklar hesaplanmıştır. Ayrıca Çizelge 3.3'de deneysel çalışmaları yapılan kompozitlere ait hesaplanan teorik yoğunluklar verilmiştir.

3.2.8 Metalografik İncelemeler

Üretilen kompozit numunelerde, metalografik incelemeler yapılarak mikroyapı özellikleri hakkında belirlemeler yapılmıştır. Sinterleme öncesi ve sonrası numunelerin SEM fotoğrafları için LEO 1430 VP ile çekilmiş, EDX analizlerinde RÖNTEC markalı cihazda yapılmıştır.

Sinterleme sonrası elde edilen numunelere optik resimleri çekilmeden önce ön hazırlıklar yapılmıştır. Bunlar zımpara ve parlatma işlemleridir. Zımparalama işlemi için Met-kon marka zımparalama cihazı kullanılmıştır.

Parlatma işlerinde sırasıyla 120, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1100 ve 1200 GRID no'lu zımparalar ve elmas macun kullanılmıştır. Sinterleme sonrası elde edilen numunelerin mikro yapı analizi AKÜ Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi Bölümü Laboratuvarında bulunan Olympus marka BX60 Model, optik mikroskopla yapılmıştır.

3.2.9 Sertlik Analizi (Brinell Sertlik Testi)

Brinell sertlik deneyleri, iz yüzey alanının belirlenmesi prensibine dayanır. DIN 50531'de verilen Brinell deneyindeki belirli bir D çapındaki sertleştirilmiş çelik ve sert metal bilye seçilen bir deney yükü F ile parçaya bastırılır. İzin d çapı ölçülerek sertlik değeri aşağıdaki bağıntı yardımıyla hesaplanır (Şekil 2.1) F (N), d ve D (mm)

Brinell Sertliği=
$$(1,102 \cdot F)/A = 0,102 \cdot 2F/(J \cdot D(\sqrt{D^2 - d^2}))$$
 (3.1)



A:Küre takkesi şeklindeki iz yüzeyi alanıdır. F: Uygulanan yük D: Bilya çapı d: İz çapı

Şekil 3.1 Brinell sertlik deneyinin prensibi

Çizelge 3.4 Yüksek sertliğe sahip TM takviye malzemeleri ve parçacık kompozit özellikleri (German, 2007)

Malzeme	Sertlik	Yoğunluk	Elastik	Basma	Kırılma	
	(VHN)	gr/cm ³	modül(GPa)	mukavemeti	tokluğu	
				(MPa)	$(MPa)(m)^{1/2}$	
		Yekpa	are sert faz			
Alümina	1900	3,9	390	5000	4	
Borkarbür	4000	2,5	450	5500	3	
Silisyum karbür	2500	3,2	400	3000	4	
Silisyum Nitrür	1600	3,2	290	3500	5	
Titanyum karbür	2800	4,9	430	2500	2	
Titanyum diborit	2600	4,5	420	3500	7	
Tungusten karbür	2000	15,7	670	3500	3	
Parçacık takviyeli kompozitler						
Alümina-borkarbür	2100	3,4	350	5200	5	
$(Al_2O_3-40B_4C)$						
Sertmetal(WC-6Co)	1600	14,9	630	5500	10	
Sertmetal (WC-2TiC-4Co)	1850	14,9	650	5400	10	
Sertmetal(WC-	1600	12,6	400	4800	10	
20TiC/TaC-10Co)						
Titanyum karbür Sermet	1650	5,5	410	3400	9	
(TiC-10Ni-10Mo)						
Titanyum-Titanyum	270	4,5	160	1600	40	
karbür (Ti—20TiC)						

Yüksek sertliğe sahip TM takviye malzemeleri ve parçacık kompozit özellikleri Çizelge 3.4'de verilmiştir. Seramikler ve Sermetler sert ve sağlam olmakla beraber özellikle sıkıştırılarak şekillendirilmeleri zordur. Özellikle saf seramiklerin sıkıştırılması tam yoğunluğa ulaştırılması çok zordur. Bu nedenle içerdikleri kalıntı gözenekler ve düşük özelliklerle birlikte kullanılır ya da sıcak presleme veya benzeri teknikler kullanılarak yapılan sıkıştırma işlemleri ile tam yoğunluğa ulaştırılırlar. Matris faz kullanılarak daha düşük imalat maliyeti ile sıvı faz sinterlenmesi bir seçenektir.

3.2.10 Basma gerilme testi

Sinterlenen kompozit numuneler, basma gerilme testi deneyine tabi tutulmuştur. Basma dayanımı testinde önce numune ölçüleri bilgisayara veri girişi; çap, yükseklik ve ağırlık olmak üzere her numune için ayrı ayrı girilmiştir. Numuneler çeneler arasına dik konularak numunelerin çapına ait kenarlarına kuvvet uygulanmıştır. Numunelere uygulanan basma testi 0.001mm/sn ilerleme hızında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.2). Basma dayanım testi numune çatlayıncaya kadar ya da kırılıncaya kadar devam ettirilmiştir.



Şekil 3.2 Numune çapına uygulanan kuvvet (Shetty, 1987)

Şekil 3.3 de numuneye uygulanan yük için gerilim dağılımı verilmiştir. Numuneye uygulanan yük üst ve alt noktalarından dağılırsa kırılma merkezdeki A noktasında gerçekleşecektir (Shetty, 1987). Numunenin A noktasındaki basma dayanımı

maksimuma ulaştığında kırılma numuneyi çaptan ikiye bölerek gerçekleşecektir. Buradaki gerilimi 3.2 bağıntısı verir. Bu bağıntıda σ_x maksimum gerilimi, P uygulanan yükü d numune çapı ve t ise kalınlığıdır.



Şekil 3.3 Numuneye uygulanan yük için gerilim dağılımı (Shetty, 1987)

3.3 Yöntem

Tez kapsamında yapılan çalışmalar iki grupta gerçekleştirilmiştir

- 1. Seramik-Metal tozlardan konvansiyonel yolla numune üretimi
- 2. Seramik-Metal tozları Akımsız Kaplama Yöntemi ile Ni kaplandıktan sonra tozlardan toz metalurjisi yöntemi ile kompozit numune üretimi

Tezin ilk aşamasında, seramik-metal kompozit üretimi için gerekli tozlar farklı kompozisyonlar şeklinde hazırlanarak hidrazin hidrat ($N_2H_4.H_2O$) kimyasal nikel kaplama banyosunda kaplanmıştır. Akımsız nikel kaplama, elektrik akım olmaksızın kimyasalların birbiri ile girmiş oldukları reaksiyon sonucu meydana gelmektedir. Literatürde bu metotla çalışan pek çok kimyasal banyo bulunmaktadır. Bu çalışmada saf nikel veren bir metot olan Hidrazin banyosu kullanılmıştır. Ancak çalışma esnasında

araştırmacının sağlık koşullarını sağlamaya dikkat etmesi gerekir. Akımsız Ni kaplama, elektroliz kaplamalara göre birçok üstünlükleri olan bir işlemdir. Akımsız kaplamanın en önemli avantajı kaplanan tozların bütün yüzeylerinin eşit olarak kaplanmasıdır. Elektrolitik kaplamada tam ve homojen bir kaplama elde etmek zordur.

Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmadan geleneksel yolla karıştırılmış seramik metal tozları hidrolik preste 20MPa basınç altında şekillendirilmiştir. Preste şekillendirilmiş ham numuneler argon atmosferi ortamında tüp fırında sinterlenmiştir. Üretilen seramikmetal kompozit numuneler metalografik özellikleri incelenmiş ve mekaniksel testlerden geçirilerek sonuçları verilmiştir.

Ni kaplanmış ve kaplanmadan geleneksel yolla karıştırılmış, seramik metal tozları hidrolik preste şekillendirilmiş ham numuneler argon atmosferi ortamında mikrodalga fırında sinterlenmiştir. Üretilen seramik-metal kompozit numuneler metalografik özellikleri ve mekaniksel test sonuçları verilmiştir.

Şekil 3.4'de Deney akış şeması verilmiştir. Akış şemasına göre önce kaplama banyosu Çizelge 3.2'deki oranlarda hazırlanır ve belirlediğimiz kompozisyona göre seramik veya seramik- metal tozları 90-95°C sıcaklıktaki kaplama banyosuna karıştırılır. Kaplama reaksiyonu sırasında banyo sıcaklığı ve pH değeri 5 dakikalık aralıklarla ölçülerek reaksiyon süresince ±0,5 toleransla 10'da sabit tutulmuştur. Reaksiyon Nikel'in tam çökelmesiyle tamamlanır. Reaksiyonun çökeldiği kaplama banyosunun maviden şeffaf renge dönüşmesinden ve karıştırma etkisinin bitmesiyle anlaşılabilir. Ortalama olarak 1-1,5 saat sürede tamamlanmaktadır. Reaksiyon sonunda kaplanmış tozlar yıkama ve filtreleme işleminden geçirilir. Özellikle yıkama işlemi kaplanmış tozlar üzerinde kalıntı kimyasal kalmayacak şekilde tekrarlanmalıdır. Yıkama ve filtreleme işlemi sonrasında etüv fırınında 105°C sıcaklıkta 24 saat kurutulmuştur. Kurutma işlemi sonrası soğuk sekillendirme islemi preste 20MPa altında yapılmıştır. Ayrıca kaplama yapılmaksızın, belirlenen kompozisyonlarda, tozlar 20dv/dk. hız da dönen karıştırıcıda 24 saat süre ile homojen karışım elde edebilmek için karıştırılmıştır. İki farklı şekilde hazırlanmış tozlar preste şekillendirildikten sonra numunelerin sinterleme öncesi ağırlıkları ve boyutları ölçülmüştür. Numune üretiminde, yağlayıcı ve bağlayıcı kullanılmamıştır. Sinterleme tüp ve mikrodalga fırında yapılmıştır. Tüp fırında sinterleme de 2 saat, Mikrodalga fırında sinterleme de 1 saat sinterleme süresi uygulanmıştır. Mikrodalga sinterleme de sürenin 1 saat seçilmesinin nedeni tüp fırın ile karşılaştırmaya imkân tanımaktır. Sinterleme sonrası fiziksel ve mekaniksel özellikleri test edilmiştir. Bunlarla birlikte mikroyapı özellikleri araştırılmıştır.



Şekil 3.4 Deney Akış Şeması

Daha sonra kaplanmış olan bu tozlar soğuk preslenerek şekillendirilmiş ve argon atmosferi altında sinterlenmiştir. Sinterlemenin, Al elementi bulunan kompozisyonda geçici sıvı faz ve Fe ve Ni elementi bulunan kompozisyonlarda difüzyon yoluyla katı hal sinterlemesi ile gerçekleşeceği öngörülmüştür. Akımsız nikel kaplama yöntemi kullanılarak ve kaplama yapılmaksızın üretilen WC-Ni, WC-Al-Ni, WC-Fe-Ni ve SiC-Fe-Ni sistemlerinden elde edilen kompozit numunelere basma dayanımı, SEM, XRD incelemeleri ile optik mikroskop ve sertlik analizleri yapılmıştır.

Deneylerde kullanılan mikrodalga fırın reaksiyon eğrisi Şekil 3.5'de verilmiştir. Mikrodalga fırında korumalı atmosferde 45 dakika da 1200°C sıcaklığa ulaşmaktadır. Bu sıcaklıkta 60 dakika kaldıktan sonra enerjisini otomatik olarak kapatmakta daha sonra doğal soğumaya geçmektedir. Enerji uygulama süresi 105dk. olmuştur. Konvansiyonel fırında ise bu süre 240 dakikadır. İki fırını enerji harcama açısından incelendiğimizde mikrodalga fırında 135 dakika daha az enerji harcanmıştır.



Şekil 3.5 Mikrodalga fırın reaksiyon eğrisi

Deneylerde kullanılan konvansiyonel fırın reaksiyon eğrisi Şekil 3.6'da verilmiştir. Konvansiyonel fırın korumalı atmosferde 120 dakika da 1200°C'ye ulaşmaktadır. Bu sıcaklıkta 120 dakika kaldıktan sonra enerjisini otomatik olarak kapatmakta, daha sonra doğal soğumaya geçmektedir. Enerji uygulama süresi 240 dk. olmuştur.



Şekil 3.6 Konvansiyonel fırın reaksiyon eğrisi

3.4 Akımsız nikel kaplama

Akımsız nikel kaplama işleminde en önemli noktalardan biri banyo sıcaklığı, diğeri ise pH'ın ayarlanmasıdır. pH'ın ayarlanmasında genellikle sülfürik asit, kostik soda veya amonyak kullanılmaktadır. Kaliteli bir nikel kaplama için bazı parametrelerin dikkatli seçilmesi gerekmektedir. Bu parametreler şöyledir:

- Banyo ısısı (°C)
- pH
- Nikel oranı
- İndirgeme yoğunluğu
- Banyonun yoğunluğu

Çizelge 3.5 Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal kompozisyonu

Bileşik	Yüzde(%)	Ağırlıça(gr/lt)
*Tungsten Karbür (WC)	12,28	42
NiCI ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	21,05	72
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	11,69	40
Saf Su	54,97	189
* Kaplama sonrası ağırlık	98,12	58,88

* Değişebilir
WC-Ni kompozisyonu mol ağırlığı olarak %43WC, %53Ni içermektedir. Ağırlıkça ise %70WC ve %30Ni olması planlanmıştır. Ni oranının kaplama yoluyla gelmesi hedeflenmiştir. Toplam ağırlığın Ni çökelmesi ile birlikte 60gr olması düşünülmüştür. Kaplama sonrası elde edilen toz malzeme ağırlığı 58,88gr' dır ve planlananın %98,12 si elde edilmiştir. Ağırlıkça yüzde toz kaybı miktarı %1,88 olarak gerçekleşmiştir. Eksik miktar kaplama ve yıkama esnasında meydana geldiği düşünülmektedir (Çizelge 3.5).

Akımsız nikel kaplama esnasında kaplama banyosunun sıcaklığı optik pirometre ile 5 dakikalık aralıklarla yapılmıştır. Resim 3.2'de kaplama işlemi yapılan tozların kimyasal reaksiyon sonucu banyo içindeki karıştırma etkisi görülmektedir. Kaplama reaksiyonu süresince kaplama banyosu cam çubuk ile karıştırılmıştır. Reaksiyonun sona erdiğinde, kaplama banyosunun rengi maviden berrak hale dönüşür ve karıştırma etkisi sona erer. Kaplanmış tozlar beherin dip kısmına çökelir. Kaplama esnasında banyo içine parçacıkların banyo içinde karıştırılarak hareket ettirilmesi Ni'in parçacıklar üzerinde çökelmesini sağlar. Banyo içerisinde parçacık olmasa dahi Ni çökelmesi beherin yüzeyinde gerçekleşecektir.



Resim 3.2 Akımsız nikel kaplamada reaksiyon görüntüsü

Bileşik	Yüzde(%)	Ağırlıkça (gr/lt)
*Tungsten Karbür (WC)	12,96	42
*Alüminyum (Al)	1,85	6
NiCI ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	14,81	48
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	12,34	40
Saf Su	58,12	189
*Kaplama sonrası ağırlık	99,92	59,96

Çizelge 3.6 Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal kompozisyonu

* Değişebilir

Çizelge 3.6 da WC-Al tozları akımsız Ni kaplama yapılmıştır. Kompozisyon mol ağırlığı olarak %27WC, %31Al ve %43Ni içermektedir. Ağırlıkça ise %70WC, 42gr ve %10Al 6gr toz kaplama banyosuna karıştırılmış ve kaplama sonunda 12gr Ni (%20) gelmesi planlanmıştır. Toplam ağırlığının 60gr olması hedeflenmiştir. Kaplama sonrası elde edilen toz malzeme ağırlığı 59,92gr'dır. Ağırlıkça yüzde toz kaybı miktarı %0,08 olarak gerçekleşmiştir. Eksik miktarın kaplama ve yıkama esnasında kayba uğradığı düşünülmektedir (Çizelge 3.6).

Çizelge 3.7 Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal kompozisyonu

Bileşik	Yüzde(%)	Ağırlıkça (gr/lt)
*Tungsten Karbür (WC)	6,6	21
*Demir(Fe)	6,6	21
NiCI ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	15	72
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	12,5	40
Saf Su	59,1	189
*Kaplama sonrası ağırlık	98,16	59,902

* Değişebilir

Çizelge 3.7'de kompozisyon olarak WC-Fe tozlarına akımsız kaplama işlemi uygulanmıştır. Kompozisyon mol ağırlığı olarak %14WC, %47Fe ve %39Ni içermektedir. Bu kompozisyonda ağırlıkça %35WC, 21gr ve %35Fe 21gr toz kaplama banyosuna karıştırılmış ve kaplama sonunda %30Ni, 18gr kaplamadan çökelmesi planlanmıştır. Toplam ağırlığın 60gr olması hedeflenmiştir. Kaplama sonrası elde edilen

toz malzeme ağırlığı 59,90 gr'dır. Ağırlıkça yüzde toz kaybı miktarı %0,84 olarak gerçekleşmiştir. Eksik miktarın kaplama ve yıkama esnasında kayba uğradığı düşünülmektedir.

Bileşik	Yüzde(%)	Ağırlıkça (gr/lt)
*Tungsten Karbür (SiC)	3,4	12
*Demir(Fe)	8,7	30
NiCI ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	20,9	72
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	11,6	40
Saf Su	55,1	189
*Kaplama sonrası ağırlık	97,17	59,304

Çizelge 3.8 Akımsız nikel kaplama hidrazin banyosunun kimyasal kompozisyonu

* Değişebilir

Çizelge 3.8'de SiC-Fe tozları akımsız Ni kaplama banyosunda kaplanmıştır. Kompozisyon mol ağırlığı olarak %33SiC, %43Fe ve %24Ni içermektedir. Ağırlıkça %20SiC, 12gr ve %50Fe 30gr toz kaplama banyosuna karıştırılmış ve kaplama sonunda %30Ni, 18gr kaplamadan çökelmesi planlanmıştır. Toplam ağırlık 60gr olması hedeflenmiştir. Kaplama sonrası elde edilen toz malzeme ağırlığı 59,30 gr'dır. Ağırlıkça yüzde toz kaybı miktarı %2,83 olarak gerçekleşmiştir. Eksik miktarın kaplama ve yıkama esnasında kayba uğradığı düşünülmektedir.

Çizelge 3.9 WC-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel fırın verileri

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sint. öncesi Numune Çapı (mm)	Sint. sonrası Numune Çapı (mm)	Sint. öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sint. sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
Akımsız	800 °C	2,395	2,384	15,12	15,06	1,77	1,84	0,58
kaplanmış	900 °C	2,401	2,373	15,12	15,03	1,78	1,84	0,57
	1000°C	2,405	2,380	15,12	15,01	1,79	1,81	0,54
(WC) Ni	1100°C	2,392	2,357	15,12	14,98	1,77	1,75	0,52
	1200°C	2,400	2,363	15,12	14,91	1,78	1,71	0,52
Kaplanmamış	800 °C	2,484	Sinterlenmedi					
	900 °C	2,506	Sinterlenmedi					
WC- Ni	1000°C	2,634	2,578	15,12	15,46	2,25	2,27	0,60
	1100°C	3,077	3,031	15,12	15,75	2,82	2,84	0,62
	1200°C	2,667	2,629	15,12	15,20	2,22	2,16	0,62

Çizelge 3.9'da WC-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel fırında sinterleme öncesi ve sonrası ağırlık değişimi, çap ve yükseklik değişimleri verilmiştir. Sinterleme sonrası numune ağırlıklarının çap ve yüksekliklerinin azaldığı görülmektedir. Bu durum gözeneklerin kapanarak sinterlemenin gerçekleştiğini göstermektedir. Kompozisyona ait basma dayanımı ve sertlik değerleri de bunu desteklemektedir. Akımsız kaplama yapılmaksızın tozlardan üretilen kompozit numunelerde 800-900°C'lerde numuneler sinterlenememiştir. Akımsız kaplama yapılmış tozlarda ise aynı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Akımsız kaplama yapılmış tozlarda ise aynı sıcaklıklarda görülmektedir.

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sint. Öncesi Numune Çapı (mm)	Sint. Sonrası Numune Çapı (mm)	Sint. Öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sint. Sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
Akımsız kaplanmış	500 °C	2,345	2,329	15,12	15,05	1,76	1,77	0,56
	600 °C	2,351	2,336	15,12	15,01	1,77	1,78	0,56
(WC) Ni	700°C	2,355	2,361	15,12	14,99	1,75	1,77	0,53
	800°C	2,343	2,328	15,12	14,97	1,76	1,69	0,51
	900°C	2,362	2,348	15,12	14,88	1,77	1,68	0,50
	500 °C	2,345	2,329	15,12	15,05	1,76	1,77	0,57
Kaplanmamış	600 °C	2,351	2,336	15,12	15,01	1,77	1,78	0,57
	700°C	2,355	2,361	15,12	14,99	1,75	1,77	0,54
WC- Ni	800°C	2,343	2,328	15,12	14,97	1,76	1,69	0,53
	900°C	2,362	2,348	15,12	14,88	1,77	1,68	0,54

Cizelge 3.10 WC-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme verileri

Çizelge 3.10'da mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni kompozisyonun deneysel verileri görülmektedir. Mikrodalga sinterlemede sıcaklıklar ve sinterleme süresi de konvansiyonel fırına göre düşük seçilmiştir. Bunun amacı mikrodalga sinterlemenin avantajlarını ortaya çıkarmaktır. Mikrodalga sinterleme de süre 1 saat seçilmiştir. Süre ve sıcaklıkların düşük tutulmasına rağmen WC-Ni kompozisyonlarına ait her sıcaklıkta sinterleme sağlanmıştır. Sinterleme sonrası ağırlık ve yükseklik ölçülerinde çok küçük oranda değişim olmuştur. Ni kaplanmış numunelerin kaplanmamış numunelere göre oksitlenmesini önlediği anlaşılmaktadır. Numunelerde ağırlıklar tozlar preste şekillendirildikten sonra, sinterleme öncesi ağırlığı tartılmış ve sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası numuneler fırından alındıktan hemen sonra ağırlık değişimi izlenmiştir. Numune boyutlarının belirlenmesinde de sinterleme öncesi ve sonrası

boyutları ölçümlü yapılarak yoğunluk hesaplarında kullanılmıştır. Bu işlemler seçilen kompozisyonlar için ayrı ayrı sinterleme sıcaklıklarının her birinde tekrarlanmıştır.

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sint. öncesi Numune Çapı (mm)	Sinterleme sonrası Numune Çapı (mm)	Sinterleme öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sinterleme sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
	800 °C	4,052	3,940	15,12	16,35	4,48	4,52	0,76
Akımsız	900 °C	4,053	3,956	15,12	16,35	4,65	4,74	0,76
kaplanmış	1000°C	4,003	3,905	15,12	16,22	4,58	4,64	0,73
(WC-Al) Ni	1100°C	4,023	4,007	15,12	16,01	4,37	4,41	0,72
	1200°C	4,001	3,885	15,12	15,95	4,15	4,20	0,72
	1300°C	2,512	2,492	15,12	15,89	2,88	2,94	0,72
	800 °C	4,111	4,106	15,12	17,08	3,54	4,07	0,77
Kaplanmamış	900 °C	4,225	4,223	15,12	16,88	4,01	4,20	0,76
WC-Al- Ni	1000°C	4,002	3,999	15,12	16,75	4,41	4,49	0,76
	1100°C	4,023	3,892	15,12	15,16	3,28	4,38	0,74
	1200°C	4,001	4,001	15,12	16,82	3,82	3,95	0,74
	1300°C	2,576	2,563	15,12	16,79	2,65	2,73	0,73

Çizelge 3.11 WC-Al-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme verileri

Çizelge 3.11'de WC-Al-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme verileri görülmektedir. Kompozisyonda alüminyum çok çabuk oksitlenen bir malzeme olduğundan, ergime sıcaklığının üstünde argon atmosferinde olmasına rağmen çok çabuk oksitlenmektedir. Sinterleme sonrası akımsız kaplama yapılarak üretilen kompozit özelliklerinin daha iyi olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 3.12 WC-Al-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme verileri

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	int. öncesi Numune Çapı (mm)	Sinterleme sonrası Numune Çapı (mm)	Sinterleme öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sinterleme sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
	500 °C	3,970	3,940	15,12	16,12	4,48	4,45	0,76
Akımsız	600 °C	4,001	3,956	15,12	16,15	4,65	4,48	0,76
kaplanmış	700°C	4,003	3,905	15,12	16,22	4,58	4,52	0,73
(WC-Al) Ni	800°C	4,023	3,998	15,12	16,01	4,37	4,39	0,71
	900°C	4,001	3,882	15,12	15,95	4,15	4,20	0,70
	500 °C	4,109	4,106	15,12	17,08	3,54	3,51	0,77
Kaplanmamış	600 °C	4,225	4,223	15,12	16,88	4,01	4,15	0,77
WC-Al- Ni	700°C	4,002	3,993	15,12	16,75	4,41	4,53	0,74
	800°C	4,023	3,992	15,12	15,16	3,28	4,38	0,73
	900°C	4,001	3,880	15,12	16,82	3,82	3,98	0,73

Çizelge 3.12'de mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Al-Ni kompozisyonun deneysel bilgileri verilmiştir. Sinterleme sonrası ağırlık ve yükseklik ölçülerinde çok küçük

oranda değişim gözlenmiştir. Ni kaplanmış numunelerin kaplanmamış numunelere göre oksitlenmesini önlediği anlaşılmaktadır. Akımsız kaplama yapılmış tozlardan üretilen numunelerin mekanik özelliklerinin diğerine göre iyi olduğu tespit edilmiştir. Al oksitlenmesine karşı mikrodalga sinterleme yönteminin uygun olduğu düşünülmektedir.

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sinterleme Öncesi Numune çapı (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Çapı(mm)	Sinterleme Öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
Akımsız	800 °C	2,221	2,189	15,12	15,04	1,90	1,88	0,79
kaplanmış	900 °C	2,245	2,218	15,12	15,01	1,98	1,89	0,79
	1000°C	2,244	2,198	15,12	14,91	1,93	1,89	0,78
(WC-Fe) Ni	1100°C	2,242	2,302	15,12	14,87	1,92	1,90	0,77
	1200°C	2,207	2,163	15,12	14,88	1,84	1,78	0,77
	800 °C	2,200	2,183	15,12	15,05	1,77	1,77	0,81
Kaplanmamış	900 °C	2,193	2,187	15,12	15,06	1,78	1,70	0,81
	1000°C	2,222	2,199	15,12	14,96	1,81	1,79	0,80
WC-Fe- Ni	1100°C	2,222	2,200	15,12	14,96	1,81	1,80	0,80
	1200°C	2,203	2,177	15,12	14,87	1,76	1,74	0,79

Çizelge 3.13 WC-Fe-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme verileri

Çizelge 3.13'de WC-Fe-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel fırında sinterleme öncesi sonrası ağırlık değişimi, çap ve yükseklik değişimleri verilmiştir. Sinterleme sonrası numune ağırlıklarının çap ve yüksekliklerinin azaldığı görülmektedir. Bu durum gözeneklerin azaldığını ve sinterlemenin gerçekleştiğini göstermektedir. Kompozisyona ait basma dayanımı ve sertlik değerleri de bunu desteklemektedir. Akımsız kaplama yapılmış tozlarda ise aynı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Akımsız kaplama yapılmış tozların sinterleme deki avantajı görülmektedir.

Çizelge 3.14 WC-Fe -Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme verileri

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sinterleme Öncesi Numune çapı (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Çapı(mm)	Sinterleme Öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
Akımsız	500 °C	2,190	2,187	15,12	15,03	2,00	1,90	0,78
kaplanmış	600 °C	2,141	2,141	15,12	15,00	1,80	1,77	0,77
	700 °C	2,219	2,239	15,12	15,12	1,87	2,05	0,77
(WC-Fe) Ni	800 °C	2,198	2,211	15,12	15,10	2,06	1,95	0,76
	900 °C	2,196	2,197	15,12	15,16	1,91	1,99	0,76
	500 °C	2,189	2,200	15,12	15,02	1,78	1,66	0,80
Kaplanmamış	600 °C	2,204	2,225	15,12	14,98	1,80	1,71	0,79
	700 °C	2,174	2,198	15,12	15,08	1,73	1,80	0,78
WC-Fe- Ni	800 °C	2,210	2,228	15,12	15,19	1,80	1,90	0,78
	900 °C	2,006	2,034	15,12	15,35	1,71	1,71	0,77

Çizelge 3.14'de mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Fe-Ni kompozisyonun deneysel bilgileri verilmiştir. WC-Fe-Ni kompozisyonlarına ait her sıcaklıkta sinterleme sağlanmıştır. Sinterleme sonrası ağırlık ve yükseklik ölçülerinde çok küçük oranda değişim olmuştur. Ni kaplanmış numunelerin kaplanmamış numunelere göre oksitlenmesini önlediği anlaşılmaktadır. Akımsız kaplama yapılmış tozlardan üretilen numunelerin mekanik özelliklerinin diğerine göre iyi olduğu tespit edilmiştir. Mikrodalga sinterleme daha kısa süre de ve düşük sıcaklıkta sağlandığından enerji tasarrufu açısından önemli olduğu düşünülmektedir.

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sinterleme Öncesi Numune çapı (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Çapı(mm)	Sinterleme Öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
Akımsız	800 °C	2,200	2,192	15,12	15,12	2,77	2,74	0,83
kaplanmış	900 °C	1,982	1,971	15,12	15,12	2,55	2,54	0,82
	1000°C	2,008	1,996	15,12	15,38	2,56	2,64	0,81
(SiC-Fe) Ni	1100°C	2,011	1,994	15,12	15,58	2,71	2,83	0,80
	1200°C	2,032	2,017	15,12	15,68	2,58	2,83	0,80
	800 °C	2,188	2,187	15,12	15,12	2,75	2,75	0,84
Kaplanmamış	900 °C	1,112	1,112	15,12	15,12	1,47	1,46	0,83
	1000°C	2,008	1,991	15,12	15,58	2,56	2,79	0,83
SiC-Fe- Ni	1100°C	2,049	2,030	15,12	15,71	2,56	2,71	0,82
	1200°C	2,042	2,014	15,12	15,65	2,56	2,80	0,81

Çizelge 3.15 SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel sinterleme verileri

Çizelge 3.15'de SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait konvansiyonel fırında sinterleme öncesi ve sonrası ağırlık, numune çapı ve yükseklik değişim değerleri verilmiştir. Çizelgede akımsız kaplanmış ve kaplama yapılmaksızın üretilen numunelerin aynı sıcaklıklardaki deneysel veriler bulunmaktadır. Çizelgeye göre sinterleme sonrası ağırlıklarda 0,001-0,010 gr arasında azalma tesbit edilmiştir. Numune çap ölçülerinde ise 0,02 ila 0,66mm arasında artış olmuştur. Sinterleme sıcaklığı artıkça oksitlenmeye maruz kaldığı düşünülmektedir. Ayrıca, metal tozlarının yüksek sıcaklıklarda ergiyerek seramik tozlarını ıslatmadığı görülmüştür. Mikrodalga sinterleme de sıcaklıklar düşük olduğundan ıslatma problemi ile karşılaşılmamıştır.

Komposizyon	Sıcaklık	Sinterleme Öncesi Ağırlık(gr)	Sinterleme Sonrası Ağırlık(gr)	Sinterleme Öncesi Numune çapı (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Çapı(mm)	Sinterleme Öncesi Numune Yüksekliği (mm)	Sinterleme Sonrası Numune Yüksekliği (mm)	Direnç Ω
Akımsız	500 °C	1,996	1,994	15,12	15,09	2,59	2,42	0,82
kaplanmış	600 °C	1,895	1,922	15,12	15,04	2,49	2,28	0,81
	700 °C	1,809	1,858	15,12	15,18	2,43	2,42	0,81
(SiC-Fe) Ni	800 °C	2,024	2,071	15,12	15,31	2,62	2,66	0,79
	900 °C	1,990	1,989	15,12	15,39	2,56	2,60	0,78
Kaplanmamış	500 °C	2,000	2,035	15,12	15,03	2,52	2,41	0,83
	600 °C	1,881	1,929	15,12	15,08	2,37	2,38	0,82
SiC-Fe- Ni	700 °C	1,945	1,993	15,12	15,23	2,40	2,47	0,82
	800 °C	2,011	2,047	15,12	15,35	2,50	2,58	0,80
	900 °C	2,001	2,019	15,12	15,34	2,56	2,81	0,80

Çizelge 3.16 SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga sinterleme verileri

Çizelge 3.16 da SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait mikrodalga fırında sinterleme öncesi ve sonrası ağırlık, numune çapı ve yükseklik değişim değerleri verilmiştir. Çizelgeye göre sinterleme sonrası ağırlıklarda -0,002- 0,047 gr arasında değişim tespit edilmiştir. Numune çap ölçülerinde ise -0,08 ila 0,27mm arasında değişim olmuştur. Sinterleme sıcaklığı artıkça oksitlenmeye maruz kaldığı düşünülmektedir. Mikrodalga fırında sinterleme sıcaklıklarının düşük olması malzemenin okside olmasını önlediği düşünülmektedir.

3.5 Elektrik direnci

Elektrik akımını bir iletkenin içinde devamlı olarak tutabilmek için, iletkende bir elektrik alanı veya iletkenin uçları arasında bir potansiyel farkın da devamlı olarak olması gerekir. İletken malzemelerde, bunlara uygulanan belli bir elektrik alanı tarafından oluşturulan akım yoğunluğunun büyüklüğü, iletken malzemenin cinsine bağlıdır. İletkenden geçen akım I, iletkenin kesiti S ise iletkenin akım yoğunluğu J = I / S olacaktır. İletkenin kesitinden geçen elektrik alan şiddeti E ise, akım yoğunluğu elektrik alanla doğru orantılıdır. Buna göre,

$$\mathbf{J} = \mathbf{s}. \mathbf{E} \tag{3.3}$$

Buradaki orantı sabiti σ değerine, malzemenin öz iletkenliği adı verilir. Akım yoğunluğu yönü, elektrik alanla yönü ile aynı olan vektörsel bir büyüklüktür, (3.3) bağıntısının vektörsel şekli,

$$\mathbf{J} = \mathbf{E} \,\boldsymbol{\sigma} \tag{3.4}$$

Şekil 3.7 'den, iletkenin iki noktası arasındaki sabit potansiyel farkı V olduğuna göre, iletken boyunca sabit olan elektrik alan şiddeti E = V / l olacaktır.



Şekil 3.7 İletken kesiti

 $V = V_{b} - V_{a} = (\rho . L / S)^{*}I$ (3.5)

Buna göre iletken parcasının elektrik akımına karşı gösterdiği direnç,

$$R=\rho.L/S \tag{3.6}$$

 $\rho = 1 / \sigma$ ya iletkenin özdirenci denilmektedir. Ohm yasasının sözel açıklaması: " Sabit sıcaklıktaki metal bir iletkenin iki noktası arasındaki potansiyel farkının, bu iletkenden geçen I akım şiddetine oranı sabittir. Bu sabite ele alınan iki nokta arsındaki parçanın R elektrik direnci adı verilir."

Üretilen kompozit malzemelerin dirençleri ohmmetre ile oda sıcaklığında ölçülmüştür. ohmmetre yüzde ±0,5 hassasiyete sahiptir. Üretilen malzemenin direnci ölçüldükten sonra numune boyutlarına bağlı olarak özdirençleri 3.6 bağıntısından hesaplanmıştır.

Malzeme	Direnç($\mu\Omega$ -cm)
Alümina (%99Al ₂ O ₃)	>10 ⁸
Sertmetal(WC-%10Co)	16-28
Bakır(Cu)	2
Bakır-Alümina(Cu- 0,3Al ₂ O ₃)	3
Kovar veya F15(Fe-29Ni-17Co)	47-55
Invar(Fe-36Ni)	75-85
Demir(Fe)	10-20
Demir-Kobalt(Fe-50Co)	15
Demir-Nikel(Fe-2Ni)	15-25
Demir-Nikel(Fe-8Ni)	55
Demir-Nikel(Fe-50Ni)	55-65
Demir-Fosfor(Fe-0,45P)	18
Demir-Silisyum(Fe-2,5Si)	46-53
Demir-Silisyum(Fe-6,5Si)	81
Magnezya(MgO)	>10 ⁸
Silisyum Karbür(SiC)	>10 ⁵
Silisyum Nitrür(Si ₃ Ni ₄)	>10 ¹⁶
Paslanmaz 17-4PH(Fe-16Cr-4Ni-4Cu-0,3Nb-0,8Si)	80
Çelik4600(Fe-2Ni-0,5Mo)	25-40
Tungusten-Bakır(W-10Cu)	5
Tungusten-Bakır(W-50Cu)	3
Tungusten ağır alaşım(W-7Ni-3Fe)	17
Zirkonya	>10 ¹³

Çizelge 3.17 TM Malzemelerin elektrik dirençleri (German, 2007)

TM Malzemelerin elektrik dirençleri Çizelge 3.17'de verilmiştir. TM malzemelerinin elektrik özellikleri yüksek iletkenlikten yüksek dirence kadar geniş bir alanı kapsar. Elektrik uygulamaları için metal ürünler, elektrik direnç özelliklerine göre karakterize edilir. Bakır ve gümüş içerisine krom, polimer, tungsten ve kadmiyum oksit gibi değişik fazların dağıtılması ile elde edilen kompozitler elektrik temas malzemesi olarak üretilir. Yapıda bulunan gözenek ve safsızlıklar iletkenliği düşürür. Fakat sinterleme ile ilgili yüksek sıcaklık işlemleri bu safsızlıkları giderir. Pek çok elektronik malzeme TM teknikleri kullanılarak üretilir. Bunlar Baryum Titanat gibi seramikler veya niyobyum ve tantalyum gibi metallerden üretilen piezoelektrik titanatlar ve kapasitörlere dayanan elektriksel olarak aktif seramik cihazları içerir.

3.5.1 Elektrik direncinin sıcaklıkla değişimi

Saf madenlerin direncinin sıcaklıkla değişimi Şekil 3.8'de verilmiştir. Saf madenlerde direncin sıcaklıkla değişimi pozitif bir eğri olarak kabul edildiği halde karbon ve sıvı iletkenler gibi, madensel olmayan iletkenlerin sıcaklıkla değişimi negatif eğilimli bir eğridir. Oda sıcaklığında yalıtkan olan cam gibi malzemeler belirli bir sıcaklığı geçince iletken hale geçerler. Dirençleri sıcaklıkla hızlı değişir. Bu değişime düzensiz olup eğrilerle verilebilir. Elektrik fırınlarında olduğu gibi sıcaklık 200°C'nin üzerinde parabol şeklinde yükselir (Önal, 1967).



Şekil 3.8 İletkenin sıcaklığa bağlı direnç değişimi

4. DENEYSEL SONUÇLAR

Tezin bu bölümünde deneysel çalışmalar ve deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar verilmiştir. Önceki bölümde belirtildiği üzere hazırlanan kompozisyonlar WC-Ni, WC-Al-Ni, WC-Fe-Ni ve SiC-Fe-Ni sistemleri ele alınmış ve yapılan testlerin sonuçları her bir sistem içerisinde ayrı ayrı verilmiştir. Yukarıda belirtilen sistemlerde numune hazırlama yöntemi olarak iki farklı yöntem izlenmiş ve sinterleme de tüp fırın ve mikrodalga fırın kullanılmıştır. Konvansiyonel sinterlemeler tüp fırında argon atmosferi altında 800, 900, 1000, 1100 ve 1200°C sıcaklıklarda 2 saat süresince sinterlenirken mikrodalga fırında argon atmosferi altında 500, 600, 700, 800 ve 900°C sıcaklıklarda bir saat süre ile sinterlenmiştir.

4.1 WC-Ni sistemi

WC-Ni tozları ağırlıkça %70WC+%30Ni kaplama yapılmaksızın geleneksel toz metalürjisi ile üretilmiş numunelerdir. Akımsız Ni kaplama yapılmış tozlar (%70WC)%30Ni bundan sonraki gösterimlerinde parantez içinde gösterilecektir. (%70WC)%30Ni olmak üzere iki farklı yöntemle hazırlanmıştır. WC tozları akımsız Ni kaplamada %30 saf Ni elde edilecek şekilde Nikel Klorür içeren kaplama banyosu hazırlanarak kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplama yapılmamış WC-Ni tozları homojen şekilde karıştırıldıktan sonra 20MPa basınç altında şekillendirilmiştir. Şekillendirme sonrası elde edilen numunelerin deformasyona uğradığı gözlenmiştir. Bu olumsuzluğun giderilmesi için numune tekrar toz haline getirilip tekrar presleme işlemine tabi tutulmuştur. Tozların karıştırılması yöntemi ile hazırlanan numunelerin fırın içerisine yerleştirilmesinde önemli derecede hassasiyet gösterilmiştir.

Resim 4.1'de (WC)Ni tozlarının SEM resmi verilmiştir. WC tozu akımsız Ni kaplama yapıldıktan sonra preslenerek sinterleme öncesi SEM resimleri çekilmiştir. Akımsız Ni kaplama yapılmış tozlar şekillendirme sırasında WC parçacıkları üzerine çökelen Ni, preste sıkıştırıldığından parçacıkların presin yüküne maruz kalan kısımları koyu, kenarları ise açık renktedir. Parçacıkların kenarlarında kalan açık renkli kısım kaplama

kalınlığı hakkında bir fikir vermektedir. Resimde WC parçacıklar tozları Ni kaplanmış olduğundan parçacık boyutu açısından homojen bir yapı görülmektedir (Resim 4.1).



Resim 4.1 Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının SEM görüntüsü

WC tozlarının akımsız Ni kaplama işleminin sonuçları EDX analizi ile belirlenmiştir. EDX analizi noktasal olarak yapılmıştır. EDX analizi ile + işaretinin bulunduğu nokta etrafında bulunan elementler belirlenmiştir. Analiz sonucunda W, Ni, C ve O elementleri tespit edilmiştir.



Resim 4.2 Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının EDX analizi

Ağırlıkça %70WC ile %30Ni tozları homojen bir şekilde karışım elde edebilmek için devir ayarlı karıştırma cihazında 20dv/dk hızla 24 saat karıştırılmıştır. Homojen karıştırılmış tozlar preslendikten sonra SEM ve EDX analizi Resim 4.3 (a,b,c,d) de gösterilmiştir. Noktasal analiz sonucunda küçük taneciklerin WC tozları, büyük taneciklerin ise Ni tozları olduğu görülmektedir.



(a)

(b)



Resim 4.3 WC-Ni tozlarının EDX analiz sonucu

Akımsız kaplama yöntemi ile Ni kaplanan WC tozlarının XRD analiz sonuçları Şekil 4.1'de verilmiştir. Grafikte Ni pikinin bulunması WC'ün Ni ile kaplandığını göstermektedir. XRD sonuçları karşılaştırıldığında her iki durum için elde edilen grafiklerin pikleri şiddet değerleri arasında çok küçük bir fark olmakla birlikte birbiri ile tutarlılık göstermektedir. Seramik tozlarının akımsız Ni kaplanması sayesinde sinterleme sıcaklığı aşağı çekildiği gibi, kolay sinterlenmesi de sağlanmıştır. Bu sayede seramik tozları daha düşük sıcaklıkta işlenebilirlik kazanmıştır.



Şekil 4.1 Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının XRD sonucu

Akımsız kaplama yapılmaksızın 1200°C de tüp fırında sinterlenmiş numuneler XRD analizi ile incelenerek karakterize edilmiştir. Kaplama işlemi uygulanmadan WC seramik tozları içerisine Ni toz olarak ilave edilerek üretilen kompozit numunenin XRD analiz grafiği Şekil 4.2' de verilmiştir. Analiz sonucuna göre WC ve Ni fazlarının bulunduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.2 Tüp fırında 1200°C'de sinterlenen WC-Ni kompozitine ait XRD analiz grafiği

Akımsız Ni kaplama yapılarak 900°C de mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen kompozitin X-ray analizine göre WC ve Ni fazlarının bulunduğu piklerden anlaşılmaktadır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3 Akımsız Ni kaplanmış WC tozları mikrodalga fırında 900°C de sinterlenmesi ile üretilen kompozitin XRD analiz grafiği

Akımsız Ni kaplama yapılmış ve 1200 °C' de sinterlenen WC tozlarından elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.4a'da verilmiştir. Sinterleme işleminde tozların birbirine boyun oluşturarak bağlandığı görülmektedir. Akımsız Ni kaplanarak sinterlenmiş tozlarda gözeneklilik oranının, Ni tozunun karıştırılması ile sinterlenen kompozite göre daha düşük olduğu görülmektedir (Resim 4.4b). Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit taneciklerinin diğerine göre daha homojen bir mikroyapı sergilediği SEM fotoğraflarında görülmektedir (Resim 4.4).



Resim 4.4 WC-Ni sisteminden tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozit numunelerin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplama yapılmış ve 900 °C' de mikrodalga sinterlenen WC tozlarından elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.5' de verilmiştir. Akımsız Ni kaplama yapılarak üretilen kompozitte gözenekliliğin diğerine göre daha az olduğu Resim 4.5 den anlaşılmaktadır. Sinterleme işleminde taneciklerin birbiri ile bağlandığı görülmektedir.





Sekil 4.4 Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozların sonrası yoğunluk grafiği verilmiştir. Sinterleme sonrası yoğunluğun sıcaklığa bağlı olarak değişim gösterdiği görülmektedir. Kompozisyonun teorik yoğunluğu 13,48gr/cm³ olarak hesaplanmıştır Sinterleme öncesi numunelerin yoğunlukları sabit olup, 7,1gr/cm³ tür. Kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte en yüksek yoğunluk 1200°C de 7,9gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Üretilen kompozit malzeme %58 yoğunluktadır. Ölçülen yoğunlukların teorik yoğunluğa yakın olması istenien bir özelliktir. Ancak pratikte gözeneklerin tamamen kapanmasını sağlamak mümkün olmamaktadır. Üretilen kompozitte ise teorik yoğunluğu %90-95'e çıkarılması, kompozitin mekanik özelliklerini olumlu yönde geliştirecektir. Kaplanmamış numunede en yüksek yoğunluk 1200°C de 6,7gr/cm³ olarak gerçekleşmiştir. Yoğunluklar sinterleme sonrası numune ağırlıklarının hacmine bölümünden hesaplanan bulgulardır. Kaplanmamış tozlarda sinterlenebilen en düşük 1000°C 1000°C sıcaklık olmuştur. den düşük sıcaklıklarda sinterleme gerçekleşmemiştir.



Şekil 4.4 Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

Şekil 4.5'de Akımsız Ni kaplanmış WC tozunun sinterleme sonrası yoğunluk grafikleri verilmiştir. Sinterleme sonrası yoğunluğun sıcaklığa bağlı olarak değişim gösterdiği görülmektedir. Ni kaplanmış WC tozlarından elde edilen kompozit malzemenin en yüksek yoğunluk değeri olan 7,445 gr/cm³'e 500°C'de gerçekleşmesine rağmen, kaplanmamış malzemede en yüksek yoğunluk 7,45gr/cm³'e 800°C'de gözlenmiştir. Akımsız Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozit malzemelerde düşük sıcaklıkta dahi yüksek yoğunluk elde edilebileceği görülmüştür. Kaplanmamış tozlarda sinterlenebilen en düşük sıcaklık 500°C olmuştur (Şekil 4.5).



Şekil 4.5 Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

Şekil 4.6'da Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit malzemelerin sinterleme sonrası hacim değişim grafikleri verilmiştir. Hacim hesaplamalarında sinterleme öncesi numune ham ürün iken, alınan ölçüler sinterleme öncesi hacim olarak alınmıştır. Numune ölçüleri hassasiyeti ±%,05 elektronik göstergeli kumpas ile ölçülmüştür. Sinterleme sonrası numune ölçüleri sinterleme sonrası hacim olarak alınmıştır. Sinterleme sonrası numune hacimlerinin sıcaklığa bağlı olarak azaldığı görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit malzemelerde en küçük hacim 1200°C de hesaplanmıştır. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit malzemelerin hacimlerinin belirgin bir şekilde küçüldüğü görülürken, kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunelerin hacimlerinin küçülmesi daha az olmuştur. Toz metalürjisi yöntemi ile kompozit üretiminde ham yoğunluk değerinin yüksek olması, sinterleme sonrası malzeme boyutlarını çok değiştirmeyecektir. Şekillendirme sonrası ham yoğunluk düşük kalırsa, sinterleme sonrası kompozit boyutları diğerine göre daha fazla küçülecektir. Bu ise hacimsel küçülmenin daha fazla olacağını gösterir.



Şekil 4.6 Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı hacim değişim grafiği

Şekil 4.7'de Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlarla üretilen numunelerin sıcaklığa bağlı yüzde ağırlık değişim grafiği verilmiştir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça yüzde ağırlık kaybının arttığı görülmektedir. En fazla yüzde ağırlık kaybı 1200°C de gerçekleşmiştir.



Şekil 4.7 Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Mikrodalga fırında sinterleme sıcaklığı arttıkça yüzde olarak ağırlık kaybının arttığı görülmektedir (Şekil 4.8). Ağırlık değişimleri yüzde olarak verilmiştir ve binde 7-8 gibi oldukça küçük olduğu gözlenmiştir. Akımsız Ni kaplanmış kompozitte en fazla ağırlık kaybı yüzde 0,68 ile 800°C de gerçekleşmiştir.



Şekil 4.8 Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.9'da Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlardan elde edilen kompozitin sinterleme sıcaklıklarındaki maksimum basma mukavemeti değişim grafikleri verilmiştir. Kompozit malzemelerin sinterleme sıcaklığı arttıkça basma mukavemetinin arttığı görülmektedir. En fazla basma mukavemeti 1200°C sıcaklıkta 72,6MPa olarak ölçülmüştür. 1300°C sıcaklıkta ise 65.3MPa'a düşmüştür. Kompozit numunelerde 1300°C de basma dayanımının düşmesinin sebebi olarak WC parçacıkları üzerindeki Ni partikülleri ergiyerek damlacıklar halinde yüzeyde toplanması olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.9 Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Akımsız Ni kaplanmış WC tozları ile mikrodalga fırında sinterlenerek üretilmiş seramik-metal kompozitin sıcaklığa bağlı basma dayanımı 900°C sıcaklıkta 27MPa ölçülürken kaplamaksızın üretilen kompozitte ise 15MPa olarak ölçülmüştür. Ni kaplama yapılarak üretilen seramik-metal kompozitin diğer sinterleme sıcaklıklarında da kaplama yapılmaksızın üretilen numunelere göre daha yüksek mukavemet gösterdiği tespit edilmiştir (Şekil 4.10). Akımsız Ni kaplama parçacıklar arasında bağlanmayı kolaylaştırdığından kaplama yapılmış numuneler daha iyi özellikler sergilemektedir. Kompozit üretiminde kullanılan WC parçacık boyutları da gözeneklerin kapanmasını etkiler. Parçacık boyutu küçüldükçe sıkıştırma sonrası gözeneklilik azalacaktır. Bu durum sinterleme sonrası gözenekliliği daha da azaltacaktır. Gözenekliliğin azalması malzemenin mekanik özelliklerine de yansıyacaktır.



Şekil 4.10 Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 3.11'de Akımsız Ni kaplanmış tozlarla kaplanmamış tozlar ile üretilen seramikmetal kompozit numulerin sinterleme sıcaklıklarına göre ortalama sertlik değerleri verilmiştir. Sertlikler değişik bölgelerden alınan 10 ayrı değerin ortalaması olarak alınmıştır. Çizelgeye göre kaplanmış ve kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numuneler içinde en yüksek sertlik değeri 1200°C'de kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte ortalama 267HB olarak ölçülmüştür. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunenin sertliği ise ortalama 156HB olarak ölçülmüştür. Bu kompozit numunelerde 1200°C uygun sinterleme sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Akımsız Ni kaplamanın gözenekliliğin azaltılmasına katkısı olduğu dolayısı ile akımsız kaplama yapılmış numunelerde sertlik ve dayanım gibi özelliklerin daha iyi olduğu tespit edilmiştir. Akımsız Ni kaplama tekniğinin seramik tozlarına da rahatlıkla uygulanmıştır.



Şekil 4.11 Tüp fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Resim 4.6'da Akımsız Ni kaplama uygulanmış WC tozlarının 900°C'de mikrodalga fırında sinterlenme ile elde edilmiş seramik-metal kompozit numunenin 1kX optik fotoğrafı görülmektedir. Açık renkli bölgelerin WC, daha koyu renkli bölgelerin ise Ni ve koyu siyah renkli bölgelerin ise gözenek olduğu düşünülmektedir.



Resim 4.6 Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının mikrodalga fırında 900°C de sinterlenmesi sonrası üretilen kompozitin optik mikroskop görüntüsü

Şekil 4.12'de 500–900°C de sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozit numunelerin sinterleme sıcaklığına bağlı Brinell sertlik değerleri ölçülmüştür. Kompozit numunelerde 10 ayrı noktadan yapılan sertlik ölçümlerinin ortalaması alınarak, ortalama sertlik değeri elde edilmiştir. Sertlik ölçümlerinde 642N yük kullanılmıştır. Akımsız Ni kaplama yapılmış tozlarla üretilen kompozit numunelerde sıcaklığa bağlı sertlik değeri, sıcaklığın artmasıyla artış göstermektedir. Akımsız Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozit numuneler 900°C'de 432HB ölçülürken, kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numunede ise 215,9HB olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.12 Mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Ni sistemine ait kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının mikrodalga fırında 900°C'de 1 saat süre sinterlenmesi ile üretilen kompozitin EDX analizi Şekil 4.13'de verilmiştir. Noktasal analiz yapılmış olup, analiz sonucunda W, Ni, C ve O elementleri tespit edilmiştir. SEM fotoğrafında gözenekli yapı görülmektedir. Parçacıklar arası boyun oluşumu da görülmektedir.



Şekil 4.13 Akımsız Ni kaplanarak mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenmiş (WC)Ni kompozitinin EDX analizi

4.2 WC-Al-Ni Sistemi

Bu kompozisyona ait çalışmalarda, ilk olarak WC, Al ve Ni tozları ile WC-Al tozlarının Ni kaplanması ile elde edilmiş tozlar, soğuk olarak 20MPa (6000kg) altında preslenerek her kompozisyondan 10'ar adet numune üretilmiştir.

Kompozisyonda ağırlıkça, %60WC ve %10 Al tozlarından hazırlanan karışımına akımsız Ni kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplama sonrası (WC-Al)-Ni tozlarının SEM fotoğrafı görülmektedir(Şekil 4.14). SEM analizinde görüldüğü gibi WC ve Al tozları üzerine Ni partikülleri olmakla beraber "A" noktasının EDX analizinde (Şekil 4.14) Al parçacığının kaplanmadığı gözlemlenmiştir. Noktasal analiz yapılmasına rağmen cihazın gönderdiği ışın demeti 5KX büyütmede küçük bir daire olduğundan, bu daire çevresindeki elementleri de tespit etmesi kaçınılmazdır. EDX analiz sonuçlarına bakıldığında kaplamada kullanılan WC, Al ve Ni elementleri tespit edilmiştir. A noktasının analiz sonucunda Ni pikinin bulunması, kaplamanın gerçekleştiğini göstermektedir.



Şekil 4.14 Akımsız Ni kaplanmış WC ve Al tozlarının SEM görüntüsü ve EDX analizi

Akımsız Ni kaplama yöntemi ile yapılan kaplamaların bir diğer avantajlı yanı da toz yüzeylerinin homojen ve eşit kalınlıkta kaplanmasına olanak tanımasıdır. Bunun nedeni ise kimyasal reaksiyon esnasında ısınan bileşimin kaynama ile karıştırma etkisi yapmasıdır. Bunun dışında kaplama işlemi sonunda tozların boyutlarının homojen olması ve en önemlisi ince boyutlu olması diğer bir avantajı oluşturmaktadır. WC-Al-Ni tozlarının 1000°C'de sinterleme sonrasında üretilen kompozit malzemenin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında, kaplamada kullanılan WC, Al ve Ni elementleri tespit edilmiştir.



Şekil 4.15 Tüp fırında 1000°C'de sinterlenen WC-Al-Ni kompozitinin SEM görüntüsü ve EDX analizi

Kaplama yapılmamış ve 1000 °C' de sinterlenen WC-Al-Ni tozlarından elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM görüntüsü Resim 4.7'de verilmiştir. Sinterleme işleminde tozların birbiri ile bağlandığı görülmektedir.



Resim 4.7 Tüp fırında 1000°C'de sinterlenen WC-Al-Ni kompozitinin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplama yapılmış ve 900 °C'de mikrodalga fırında sinterlenen (WC-Al) tozlarından elde edilen seramik-metal kompozit malzemenin SEM analiz sonuçları Resim 4.8'de verilmiştir. Resim 4.8 a'daki SEM fotoğrafına bakıldığında, mikroyapı genel olarak küçük ve büyük olmak üzere iki tip gözenek içermektedir. Gözenekler homojen bir dağılım göstermemektedir. Gözenekliliğin homojen dağılmaması kompozit dayanımının düşmesine sebep olmuştur.



Resim 4.8 Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında 900 °C'de sinterlenerek üretilen (WC-Al)Ni kompozitinin SEM görüntüsü

Resim 4.9a'daki SEM fotoğrafına bakıldığında mikroyapı, gözenekler içermektedir. Parçacıklar birbirine bağlanarak tane büyümesinin gerçekleştiği görülmektedir. Kaplanmamış tozlardan aynı sıcaklıkta sinterlenerek üretilen kompozite ait SEM fotoğrafı ile karışlaştırıldığında, kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit taneciklerinin farklı boyutlar da olduğu görülmektedir. Ayrıca parçacıklar arasında kaplanmış tozlara göre boyun oluşumunun daha az olduğu görülmektedir. WC tanecikleri daha iri ve keskin köşelere sahiptir. Ni taneciklerinin ise daha küçük boyutta olduğu görülmektedir. Parçacıkların birbirine daha zayıf bağla bağlı olduğu gözlenmiştir. Resim 4.9'da 3kX ve 5kX büyütme resimleri görülmektedir.



Resim 4.9 Mikrodalga fırında 900 °C'de sinterlenmiş WC-Al-Ni kompozit malzemenin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplanmış WC-Al tozlardan tüp fırında 1000°C'de üretilen kompozit numuneler XRD analizi ile incelenerek karakterize edilmiştir. Görüleceği üzere üretilen seramik-metal kompozitte WC+AlNi ve AlNi₃ fazları oluşmaktadır.



Şekil 4.16 Akımsız Ni kaplanmış WC-Al tozlardan tüp fırında 1000°C'de üretilen WC+AlNi₃+AlNi kompozitinin XRD analizi

Akımsız Ni kaplanmış tozların sinterleme öncesi yoğunluğu 4,2 gr/cm³ olarak sabittir. WC-Al-Ni sisteminin teorik yoğunluğu 12,21gr/cm³ hesaplanmıştır. Sinterleme sonrası üretilen kompozit malzemelere ait yoğunluk değişim grafiği verilmiştir (Şekil 4.17). Sinterleme sonrası yoğunluğun sıcaklığa bağlı olarak değişim gösterdiği görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte en yüksek yoğunluk 1200°C de 4,5gr/cm³ olarak elde edilmiştir. Üretilen kompozit %37 yoğunluktadır. Teorik yoğunluğa göre gerçekleşen yoğunluk oldukça düşüktür. Bu durum gözenekliliğin fazla olduğunu ve sertlik değerinin düşük olduğunu gösterir. Bunun sebebi kullanılan kompozisyonda, tozların parçacık boyutunun büyük olmasıdır. Parçacık boyutu büyük toz kullanmamızın sebebi, ekonomik olmasındandır. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunelerin sinterleme sonrası yoğunluk grafikleri de aynı şekil üzerinde gösterilmiştir. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunede, en yüksek yoğunluk 1100°C de 4,9gr/cm³ olarak bulunmuştur.



Şekil 4.17 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

Şekil 4.18'de Akımsız Ni kaplanmış WC-Al tozlarının ve kaplanmamış tozların sinterleme sonrası yoğunluk grafikleri verilmiştir. Sinterleme sonrası, yoğunluğun sıcaklığa bağlı olarak değişim gösterdiği görülmektedir. Kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte, en yüksek yoğunluk 500°C sıcaklıkta 5,84 gr/cm³ hesaplanmıştır. Kaplanmamış tozlarda sinterlenen en düşük sıcaklık 500°C olmuştur. Kaplanmamış numunede en yüksek yoğunluk 700°C de 6.86gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Üretilen kompozit %56 yoğunluktadır Mikrodalga sinterleme yapıldığında, teorik yoğunluğa daha yakın bir değer bulunmuştur. Konvansiyonel fırına göre gözenekliliğin daha azaldığı, SEM ve optik fotoğraflarında görülmektedir. Bu kompozisyonda mikrodalga sinterlemenin avantajı, yoğunluk, basma ve sertlik değerlerinde görülmektedir. Mikrodalga fırında daha düşük sinterleme sıcaklıklarında ve kısa sürede, daha yüksek yoğunluk değerleri tüp fırında sinterlenerek üretilen kompozit malzemelere göre üç kat daha fazladır.



Şekil 4.18 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

WC-Al-Ni sisteminde üretilen kompozitlerin, sinterleme sıcaklığı arttıkça yüzde ağırlık kaybının arttığı görülmektedir. En fazla yüzde ağırlık kaybı 1100 °C de akımsız Ni kaplanmış tozlarda gerçekleşmiştir. Akımsız Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozit numunelerde, kaplanmamış tozlarla üretilen numunelere göre daha fazla yüzde ağırlık kaybı meydana geldiği görülmektedir (Şekil 4.19). WC-Al-Ni sistemine ait kompozitlerin ağırlık değişim grafiği incelendiğinde, ağırlıklarında %0,1 ile %3 arasında küçük bir azalma olduğu görülmektedir.



Şekil 4.19 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.20'de mikrodalga fırında sinterlenmiş WC-Al-Ni sistemine ait kompozitlerin yüzde olarak ağırlık kaybı grafiği verilmiştir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numunede, ağırlık kaybı olurken kaplamamış tozlarla üretilen kompozitte ağırlık artışı olduğu gözlenmiştir. Akımsız Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozitte 900°C'de %3,2 ağırlık kaybı gözlenmiştir. Kaplanmamış tozlarla üretilen kompozitte ise 900°C'de yüzde ağırlık artışı gözlenmiştir. Bu durumun, kaplanmamış tozların oksitlenmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Akımsız Ni kaplama işlemi WC-Al tozlarında, O'e karşı bir bariyer görevi yapmaktadır.



Şekil 4.20 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.21'de WC-Al-Ni kompozisyonundan üretilen kompozitlere ait sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozitte, en yüksek basma dayanımı 1000°C'de 9,86MPa ölçülmüştür. Kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numunelerde ise 1100°C'de 7,02MPa basma mukavemeti elde edilmiştir. Akımsız Ni kaplanarak şekillendirilmiş tozların sinterleme öncesi ham mukavemeti, kaplanmadan preslenmiş tozlara göre daha yüksek olduğu görülmüştür.



Şekil 4.21 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 4.22 de WC-Al-Ni sistemine ait mikrodalga fırında sinterlenmiş kompozit numunelerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği görülmektedir. Sıcaklığa bağlı basma dayanımı grafiğinden anlaşılacağı üzere, en yüksek basma mukavemeti akımsız Ni kaplanarak üretilen kompozit numunede 900°C'de 33,2MPa ölçülmüştür. Tozların karıştırılması yöntemiyle hazırlanıp üretilen kompozit numunelerde ise en yüksek basma mukavemeti 700°C'de 13,2MPa olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.22 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 4.23'de WC-Al-Ni sistemine ait üretilen seramik-metal kompozit numunelerin sinterleme sıcaklıklarına göre ortalama sertlik değerleri verilmiştir. Grafiğe göre, akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numuneler içinde en yüksek sertlik değeri 1100°C'de kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte, ortalama 90,7HB olarak ölçülmüştür. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunenin sertlik değeri ise ortalama 40,2HB olarak bulunmuştur. Akımsız Ni kaplanarak üretilen kompozitlerin sertlik değerleri, sinterleme sıcaklıklarının tamamında, kaplanmamış tozlardan üretilen kompozisyonda bulunan Al elementi çok çabuk oksitlendiğinden, akımsız Ni kaplama oksitlenmeye karşı engel teşkil etmektedir. Kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte sertlik değerinin yüksek oluşu akımsız Ni kaplamanın avantajını göstermektedir.



Şekil 4.23 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen seramik-metal kompozitte sertlik değeri 900°C'de 92,2HB ölçülürken, kaplanmamış tozlarla üretilen seramik-metal kompozitte aynı sıcaklıkta 40,3HB ölçülmüştür (Şekil 4.24).



Şekil 4.24 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Al-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen kompozit numunelerin, optik mikroskop ile mikroyapıları incelenmiştir (Resim 4.10). Akımsız Ni kaplama uygulanmış WC-Al tozlarının 900°C'de sinterlenmesi ile elde edilmiş seramikmetal kompozit malzemenin mikroyapısı görülmektedir (Resim 4.10a). Açık renkli bölgelerin Al, daha koyu gri renkli bölgelerin ise AlNi₃, koyu siyah renkli bölgelerin ise gözenek olduğu düşünülmektedir. 500°C'de sinterlenmiş kompozit malzemeye göre daha az siyah bölge içermesi, gözenekliliğin daha az olduğunu göstermektedir. Resim 4.10b'de Akımsız Ni kaplama uygulanmış WC-Al tozlarının 500°C'de sinterlenmesi ile elde edilmiş seramik-metal kompozit malzeme görülmektedir. Açık renkli bölgelerin Al, daha koyu gri renkli bölgelerin ise WC ve mavimsi olan bölgelerin ise Ni, koyu siyah renkli bölgelerin ise gözenek olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.10 incelendiğinde 900°C'de sinterlenmiş kompozit malzemeye göre, 500°C'de sinterlenmiş kompozit malzemenin daha fazla siyah bölge içermesi gözenekliliğin daha fazla olduğunu göstermektedir.


a) (WC-Al)Ni 900°C b) (WC-Al)Ni 500°C Resim 4.10 Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında, farklı sıcaklıklarda

Resim 4.10 Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga firinda, farklı sıcaklıklarda sinterlenerek üretilen (WC-Al)Ni kompozitinin optik mikroskop görüntüsü

4.3 WC-Fe-Ni sistemi

Bu kompozisyona ait çalışmalarda, ilk olarak WC, Fe ve Ni tozları ile WC-Fe tozlarının Ni kaplanması ile elde edilmiş tozlar, soğuk olarak 20MPa (6000kg) altında preslenerek her kompozisyondan 10'ar adet numune üretilmiştir.

Kompozisyonda ağırlıkça, %35WC ve %35 Fe tozlarından hazırlanan karışımına akımsız Ni kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplama sonrası numunenin SEM fotoğrafi Resim 4.11'de görülmektedir. Akımsız Ni kaplama işlemi sonrasında, WC-Fe tozlarında kaplamanın gerçekleşip gerçekleşmediği SEM analizi ile incelenmiştir. SEM analizinde, WC-Fe tozları üzerinde Ni partikülleri olduğu gözlenmiştir. Resimde görülen koyu renkli bölgeler, akımsız Ni kaplanmış tozların preste sıkıştırılmasından kaynaklanmaktadır. Resim 4.11b'de parçacıkların kenar kısımlarında, daha açık renkli ince bir tabaka bulunduğu görülmektedir. Bu ince tabaka, kaplama kalınlığı hakkında bilgi vermektedir.



Resim 4.11 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının SEM görüntüsü

Şekil 4.25'de Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarından, noktasal EDX analizi yapılmıştır. Analiz '+' işaretinin bulunduğu noktadan alınmıştır. Analiz sonucuna göre '+'işaretinin bulunduğu noktada Ni kaplanmış Fe parçacığının bulunduğu söylenebilir. EDX analizinde görülen daha küçük parçacıkların ise Ni kaplanmış WC parçacıkları olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.25 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozunun EDX analiz grafiği

Şekil 4.26'da %35WC-%35Fe-%30Ni toz karışımına ait XRD analiz sonucu verilmiştir. Grafikte WC, Fe ve Ni tozlarına ait piklerin olduğu görülmektedir.



Şekil 4.26 WC-Fe-Ni tozlarının XRD analiz grafiği

WC-Fe-Ni sisteminde malzeme kompozisyonu ağırlıkça %35WC, %35Fe ve %30Ni olacak şekilde toz karışımları ve %30Ni kaplama yapılmış %35WC, %35Fe tozlarından kompozitler üretilmiştir. Akımsız Ni kaplama yapılmış (WC-Fe) tozlarından 800°C' de tüp fırında sinterlenerek elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.12 de verilmiştir. SEM fotoğrafında gözenekli bir yapı görülmektedir. Parçacıklar birbiri ile bütünleşerek tane büyümesi oluşmuş, tane sınırları fotoğrafıan görülebilmektedir. Ayrıca mikro yapıda gözeneklerde bulunmaktadır. Sinterleme sıcaklığının (800°C) düşük olması sebebiyle, sinterlemenin tam gerçekleşmediği görülmektedir.



Resim 4.12 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının tüp fırında 800°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

Kaplama yapılmadan 800 °C' de sinterlenen WC-Fe-Ni tozlarından elde edilen seramikmetal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.13'de verilmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde tanelerin homojen olmadığı ve boyutlarının farklı olduğu görülmektedir. Sinterleme sıcaklığının düşük olduğu bu fotoğraflarda taneciklerin birbirine zayıf bağlandığı ve sinterlemenin tamamlanmadığı görülmektedir.



Resim 4.13 WC-Fe-Ni tozlarının tüp fırında 800°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplanmış tozların 1200 °C'de sinterlenmesi ile üretilen kompozit numunenin SEM analiz sonucu Resim 4.14'de verilmiştir. SEM fotoğraflarında taneler arası boyun oluştuğu taneciklerin birbirine daha sıkı bağlandığı görülmektedir (Şekil 4.14). Akımsız Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozit numune 1200°C'de en yüksek mukavemet olan 55,2MPa olarak ölçülmüştür. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunede ise aynı sıcaklıkta basma dayanımı 45,4MPa olarak gerçekleşmiştir.



Resim 4.14 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplama yapılarak 900°C'de mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.15 de verilmiştir. Fotoğrafta görüldüğü üzere taneciklerin bağ oluşturduğu görülmektedir. Gözenekli bir mikroyapı görülmektedir.



Resim 4.15 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplanarak 1200°C' de sinterlenerek üretilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.16'da verilmiştir. SEM fotoğrafları

incelendiğinde tanelerin boyutlarının 800°C'de sinterlenmiş kompozit numuneye göre daha büyük boyutta olduğu görülmektedir. Fotoğraflarda taneciklerin birbirine daha güçlü bağlandığı ve sinterlemenin düşük sıcaklığa göre daha iyi sağlandığı görülmektedir.



Resim 4.16 WC-Fe-Ni tozları tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

Kaplanmamış tozlardan 900°C'de mikrodalga sinterlenerek üretilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonucu Resim 4.17'de verilmiştir. SEM fotoğrafına bakıldığında mikrodalga sinterleme uygulanan kompozitin gözenekliliğinin azaldığı görülmektedir.



Resim 4.17 WC-Fe-Ni tozları mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

(WC-Fe)Ni kompozitinin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında kaplamada kullanılan WC, Fe, O ve Ni elementleri tespit edilmiştir. Fotoğrafta tanecikler arası boyun oluşmuş ancak son aşamaya gelmediği gözlenmektedir. Bu numune için EDX sonuçları Şekil 4.27'de verilmiştir.



Şekil 4.27 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozları tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin EDX analizi

WC-Fe-Ni kompozitinin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında W, C, Fe O ve Ni elementleri tespit edilmiştir. Bu numune için EDX sonuçları Şekil 4.28'de verilmiştir.



Şekil 4.28 WC-Fe-Ni tozları tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin EDX analizi

Akımsız Ni kaplanmış (WC-Fe) tozlardan üretilen kompozit malzemelerin yoğunluk değişim grafiği Şekil 4.29'da verilmiştir. Tüp fırında sinterlenen numunelerin yoğunluklarının sıcaklığa bağlı olarak artığı görülmektedir. Hesaplanan teorik yoğunluk 10.83gr/cm³ olarak bulunmuştur. Kaplamaksızın üretilen kompozit numunede ise en yüksek yoğunluk 1200°C'de 6,92gr/cm³ elde edilmiştir. Yoğunluk artışı ile kompozitin basma mukavemetinin de artığı görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış (WC-Fe) tozlarından üretilen kompozit malzemelerin sinterleme öncesi 6,82gr/cm³ olan yoğunluk sinterleme sonrası 7,38 gr/cm³ olarak bulunmuştur. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit malzeme, %68 yoğunlukta sinterlenmiştir. Katı hal sinterlemesi gerçekleştiğinde elde edilen kompozit yoğunluğu torik yoğunluğun altında kalmıştır.



Şekil 4.29 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

Akımsız Ni kaplanmış (WC-Fe) tozlarına ait sinterleme öncesi yoğunlukları 6,42gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.30'da sinterleme sonrası yoğunluk-sıcaklık değişim grafiği verilmiştir. Sinterleme sonrası sıcaklıkla orantılı olarak yoğunlukların arttığı gözlenmiştir. Akımsız kaplama yapılmaksızın hazırlanan tozların sinterleme öncesi yoğunlukları 7.25gr/cm³ olarak sabittir. Kaplama yapılmaksızın üretilen ve mikrodalga fırında sinterlenen kompozit malzemelerin yoğunluğu 900°Cde 7,85gr/cm³

hesaplanmıştır. Bu kompozit malzeme ise %72 yoğunlukta sinterlenmiştir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numunelerin yoğunluğu ise 900°C de 7,54gr/cm³ hesaplanmıştır. Bu kompozisyonda da Akımısız Ni kaplanarak üretilen kompozit numunelerin yoğunluk değerleri kaplama yapılmaksızın üretilen numunelere göre daha yüksektir. Mikrodalga fırında sinterlenmiş kompozit malzemeler daha kısa sürede ve düşük sıcaklıkta sinterlenmesine rağmen konvansiyonel tüp fırında sinterlenmiş numunelere göre daha yüksek yoğunlukta sinterlenmiştir.



Şekil 4.30 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

WC-Fe-Ni kompozisyonuna ait yüzde ağırlık kaybı grafiği Şekil 4.31'de verilmiştir. Yüzde ağırlık kaybı sıcaklıkla artmıştır. Kaplanmış tozlarla üretilen kompozit numunelerdeki ağırlık kaybı kaplanmış tozlarla üretilen numunelere göre her sıcaklıkta daha yüksek olduğu görülmektedir. Yüzde ağırlık kaybındaki artış sinterlemenin daha iyi gerçekleştiğini göstermektedir.



Şekil 4.31 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.32'de yüzde ağırlık değişimi grafiği akımsız kaplanmış ve kaplanmamış numuneler için verilmiştir. Kaplanmış ve kaplanmamış numunelerde de yüzde ağırlık artışı meydana gelmiştir.



Şekil 4.32 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.33'de Basma mukavemeti - sıcaklık grafiği verilmiştir. Kaplanmış numunede en yüksek basma dayanımı 1200°C'de 55,2MPa olarak ölçülmüştür. Kaplanmamış numunede ise en yüksek basma dayanımı aynı sıcaklıkta 45,4MPa olarak ölçülmüştür. Kaplamadan üretilen kompozit numunemin kaplanarak üretilen numuneye göre daha düşük gözlenmiştir.



Şekil 4.33 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 4.34'de Sıcaklığa bağlı olarak basma mukavemetinin değişim grafiği verilmiştir. Basma mukavemetinin sıcaklıkla arttığı gözlenmiştir. Özellikle 800°C ve 900°C'lerde mukavemet hızlı bir artış göstermiştir. Kompozite ait en yüksek basma dayanımı 900°C'de 36,2MPa olduğu görülmektedir. Grafikte kaplanmış kompozit numunenin kaplanmamış numuneye göre daha yüksek olduğu görülmektedir (Şekil 4.34).



Şekil 4.34 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 4.35'de Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozları ile WC-Fe-Ni tozlarının karışımı ile üretilen seramik-metal kompozit numulerin sinterleme sıcaklıklarına göre ortalama sertlik değerleri verilmiştir. Çizelgeye göre kaplanmış ve kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numuneler içinde en yüksek sertlik değeri 1200°C'de kaplanmış tozlardan üretilen kompozitte ortalama 251HB olarak ölçülmüştür. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunenin ise ortalama değeri 150HB olarak bulunmuştur.



Şekil 4.35 Tüp fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Şekil 4.36'da Mikrodalga sinterlenmiş WC-Fe-Ni kompozit numunelerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numunlerin sertlik değerleri kaplanmamış tozlarla üretilmiş numunelere göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numunelerde en yüksek sertlik değerine 900°C'de 237,2HB sertlik değeri bulunmuştur. Kaplanmamış numunede ise 900°C'de 84HB sertlik değeri bulunmuştur.



Şekil 4.36 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Akımsız Ni kaplanmış(WC-Fe) tozlarının 1200°C'de tüp fırında sinterlenmesi ile üretilen kompozite ait XRD sonucu Şekil 4.37'de verilmiştir. Grafiğe göre, tüp fırında sinterleme sonucunda WC+FeNi kompoziti oluştuğu görülmektedir. WC-Fe-Ni tozların karışımı ile aynı sıcaklıkta sinterlenerek elde edilen numunenin XRD analiz grafiği de benzer pikler vermiştir. Bu numunede de WC+FeNi kompoziti oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.37).



Şekil 4.37 Akımsız kaplanmış WC-Fe tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin XRD analiz grafiği

WC-Fe-Ni kompozisyonundan 1200°C'de tüp fırında sinterlenerek üretilen kompozite ait XRD sonucu Şekil 4.38'de verilmiştir. Akımsız Ni kaplama yapılarak üretilen numunenin XRD sonuçları ile karşılaştırıldığında, pik şiddetlerinde çok küçük farklılıklar bulunduğu ve WC+FeNi fazlarının oluştuğu görülmektedir.



Şekil 4.38 WC-Fe-Ni tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin XRD analiz grafiği

Resim 4.18'de Akımsız Ni kaplanmış (WC-Fe) tozları ve WC-Fe-Ni tozlarının karıştırılması sonrası 1200°C'de tüp fırında sinterlenmiş numunelerin resimleri görülmektedir. Resim 4.18 incelendiğinde, akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunelerin sinterlendiği görülmektedir. Sinterleme sonrası, metal tozlarının seramik tozlarını ıslatma problemi ve numunenin şişmesi gibi bir durumla karşılaşılmamıştır.



Resim 4.18 Tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen WC-Fe-Ni kompozitlerin resmi

Şekil 4.39'da Akımsız Ni kaplanmış (%35WC -%35Fe) tozlarının XRD analiz grafiği verilmiştir. Grafikte WC ve Fe tozlarına ait piklerin yanında Ni piklerinin de olduğu görülmektedir. Bu sonuç kaplamanın gerçekleştiğini göstermektedir.



Şekil 4.39 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozunun XRD analiz grafiği

Şekil 4.40'da %35WC-%35Fe-%30Ni toz karışımına ait XRD analiz sonucu verilmiştir. Grafikte WC, Fe ve Ni tozlarına ait piklerin olduğu görülmektedir.



Şekil 4.40 WC-Fe- Ni tozunun XRD analiz grafiği

Şekil 4.41'de 900°C'de akımsız Ni kaplanarak mikrodalga fırında sinterlenmiş (%35WC-%35Fe)-%30Ni kompozitinin XRD analiz sonucu görülmektedir. Grafikte WC piklerinin yanında FeNi fazına ait pik de görülmektedir.



Şekil 4.41 Akımsız Ni kaplanmış tozlardan mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenmiş (WC-Fe)Ni kompozitinin XRD analiz grafiği

Şekil 4.42'de %35WC-%35Fe-%30Ni tozlarının karıştılması ve mikrodalga fırında 500°C'de sinterlenme sonrası üretilen kompozite ait XRD analiz sonucu görülmektedir. WC piklerinin yanı sıra FeNi ve Fe₃Ni fazına ait piklerin de bulunduğu gözlenmektedir.



Şekil 4.42 Mikrodalga fırında 500°C'de sinterlenmiş WC-Fe-Ni kompozitinin XRD analiz grafiği

Resim 4.19'de Akımsız Ni kaplama uygulanmış WC-Fe tozlarının, 900°C'de mikrodalga sinterlenmesi ile elde edilmiş seramik-metal kompozit numunenin 1kX optik fotoğrafı görülmektedir. Açık renkli bölgelerin Ni, gri renkli bölgelerin Fe ve koyu gri olan bölgelerin WC, siyah renkli bölgelerin ise gözenek olduğu düşünülmektedir. 500°C'de mikrodalga fırında sinterlenmiş kompozit numunenin, Resim 4.20'de görülen numunenin optik resmine göre daha az siyah bölge içermesi, sinterlemenin daha iyi olduğunu ve gözenekliliğin azaldığını göstermektedir (Resim 4.19).



Resim 4.19 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarından mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop görüntüsü

Resim 4.20'de Akımsız Ni kaplama uygulanmış WC-Fe tozlarının 500°C'de mikrodalga fırında sinterlenme ile elde edilmiş seramik-metal kompozit numunenin 1kX optik fotoğrafı görülmektedir. Açık renkli bölgelerin Ni, gri renkli bölgelerin Fe ve koyu gri olan bölgelerin ise WC, siyah renkli bölgelerin ise boşluk olduğu düşünülmektedir. 500°C'de mikrodalga fırında sinterlenmiş kompozit numunenin Resim 4.19'daki (WC-Fe)Ni kompozitine göre daha fazla siyah bölge içermesi, gözenekliliğin fazla olduğunu göstermektedir. Sinterleme sıcaklığının düşük olması sinterlemenin iyi gerçekleşmediğini göstermektedir.



Resim 4.20 Akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarından mikrodalga fırında 500°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop görüntüsü

4.4 SiC-Fe-Ni Sistemi

Akımsız Ni kaplama sonrası, SiC-Fe tozların SEM fotoğrafı Resim 4.21'de verilmiştir. Akımsız Ni kaplama işlemi sonrasında, SiC-Fe tozlarında kaplamanın gerçekleşip gerçekleşmediği SEM analizi ile incelenmiştir. SEM fotoğrafında görüldüğü üzere, SiC-Fe parçacıkları üzerinde Ni partikülleri olduğu ve tamamen Ni ile kaplanmadığı görülmektedir. SEM fotoğrafından SiC parçacıkların üzerinde daha az Ni partikülü olduğu görülmektedir. Fe parçacıklarının daha fazla kaplanmasının sebebi olarak metaller üzerine kaplamanın daha kolay gerçekleştiği düşünülmektedir.



Resim 4.21 Akımsız yöntem ile Ni kaplanan SiC-Fe tozlarının SEM görüntüsü

Şekilde 4.43'de Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarının SEM görüntüsü ve EDX analizi verilmiştir. SEM fotoğrafında Fe tozların tam olarak Ni kaplandığı, SiC tozlarının ise çok azının Ni ile kaplandığı görülmektedir. EDX analizine göre Si, Fe, C, O ve Ni elementlerinin bulunduğu görülmektedir. Ni pikinin bulunması, SiC ve Fe tozlarının Ni kaplandığını göstermektedir.



Şekil 4.43 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarının EDX analizi

Şekil 4.44'de SiC-Fe-Ni tozlarının XRD analiz sonucu verilmiştir. Grafikte SiC, Fe ve Ni tozlarına ait piklerin olduğu görülmektedir.



Şekil 4.44 SiC-Fe-Ni tozlarının XRD analiz grafiği

Şekil 4.45'de Akımsız Ni kaplanan SiC-Fe tozlarının XRD analiz sonucu verilmiştir. Grafikte SiC ve Fe tozlarına ait piklerin yanında, Ni piklerinin de olduğu görülmektedir. Ni piklerinin olması SiC ve Fe tozlarının Ni kaplandığının göstermektedir.



Şekil 4.45 Akımsız Ni kaplanmış (SiC-Fe) tozlarının XRD analiz grafiği

Akımsız Ni kaplanmış (SiC-Fe) ve 1200 °C' de tüp fırında sinterlenmiş tozlardan elde edilen seramik-metal kompozit numunin SEM analiz sonucu Resim 4.22'de verilmiştir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numune, daha homojen bir mikro yapıya sahiptir. Ancak sıcaklığın artışı ile ekzotermik reaksiyon sonucunda, Ni taneciklerinin ergidiği ve küçük kürecikler halinde kompozit numunenin yüzey bölgesinde toplandığı gözlenmiştir.



Resim 4.22 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin SEM görüntüsü

SiC-Fe tozlarının akımsız Ni kaplandıktan sonra, 600°C'de mikrodalga fırında sinterlenmesi ile üretilen seramik-metal kompozit malzemenin, SEM analiz sonucu Resim 4.23'de verilmiştir. Kompozite ait SEM fotoğrafında, gözenekli mikroyapı olduğu görülmektedir. SiC taneciklerinin tam olarak Ni ile kaplanmadığı fakat Fe taneciklerinin Ni ile kaplandığı görülmektedir. Buna bağlı olarak tanecikler arasında boyun oluşmadığı ve mikro dalga sinterlemenin iyi gerçekleşmediği gözlenmektedir. Basma dayanımının düşük olması mikrodalga sinterlemenin iyi gerçekleşmediğinin göstergesidir.



Resim 4.23 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından mikrodalga fırında 600°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin SEM görüntüsü

Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarının, 1200°C'de tüp fırında sinterlenmiş kompozit malzemenin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında Si, C, Fe, O ve Ni elementleri tespit edilmiştir. Ni pikinin bulunması, kaplamanın gerçekleştiğini göstermektedir. Bu numunenin EDX sonuçları Şekil 4.46'da verilmiştir.



Şekil 4.46 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin EDX analizi

SiC-Fe-Ni tozlarının karıştırılması sonrası 1200°C'de tüp fırında sinterlenerek elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin, SEM analiz sonucu Resim 4.24'de verilmiştir. Resimde taneler arasında boyun oluşumunun gerçekleştiği gözlemlenmekle birlikte, homojen olmayan gözenekli bir mikroyapı da görülmektedir. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozitin 1200°C'deki SEM fotoğrafında, Ni tozlarının ergidiği gözlenmektedir. SiC-Fe-Ni kompozisyona ait sinterleme sıcaklığı daha da arttırılırsa ıslatma problemi ile karşılaşılmaktadır



Resim 4.24 SiC-Fe-Ni tozlarının tüp fırında 1200°C'de sintelenerek üretilen kompozitinin SEM görüntüsü

SiC-Fe-Ni tozlarının karıştırılması sonrası 900 °C'de mikrodalga fırında sinterlenerek elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin SEM analiz sonuçları Resim 4.25'de verilmiştir. SEM resimlerinde, SiC tanecikleri keskin köşeli iri tanecikler olarak görülmektedir. Fe-Ni tanecikleri ise SiC taneciklerini birbirine bağlayan matris yapıyı oluşturmaktadır. Akımsız Ni kaplama yapmanın, sinterlemeyi kolaylaştırdığı ve kompozit malzemenin basma mukavemetini arttırdığı gözlenmiştir.



Resim 4.25 Mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenmiş SiC-Fe-Ni kompozitinin SEM görüntüsü

SiC-Fe-Ni tozlarının karıştırılması sonrası 1000 °C'de tüp fırında sinterlenerek elde edilen seramik-metal kompozit numunesinin, SEM analiz sonucu Resim 4.26'da verilmiştir. SiC-Fe-Ni parçacıkları arası bağ oluştuğu ve parçacık boyutlarının bölgelere göre değiştiği görülmektedir. Üretilen kompozit malzeme homojen olmayan bir mikroyapı içermektedir (Resim 4.26). Bu durum, üretilen kompozit malzemenin düşük mekanik özellikler sergilemesine sebep olmaktadır.



Resim 4.26 Tüp fırında 1000°C'de sinterlenen SiC-Fe-Ni kompozitinin SEM görüntüsü

Şekil 4.47'de SiC-Fe-Ni kompozisyonuna ait kompozit malzemelerin, yoğunluk değişim grafiği verilmiştir. Kompozisyona ait teorik yoğunluk 7,07gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Akımsız Ni kaplama yapılarak üretilen kompozit numunenin yoğunluk artışı 800°C'de 4,4 gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Sıcaklik artışına bağlı olarak, yoğunlukta bir azalma görülmektedir. Kaplama yapılmaksızın tozların karıştırılması ile

üretilen SiC-Fe-Ni kompozitinin yoğunluk değişim grafiğine göre, yoğunluk 800°C'de 4,43gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. (SiC-Fe)Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı olarak yoğunlukta bir azalma gözlenmiştir. Konvansiyonel tüp fırında sinterlenerek üretilen numuneler, kompozisyonda %62 yoğunlukta kompozit bu sinterlenmiştir. Konvansiyonel fırında sinterlenmiş numunelerde, metal tozlarının SiC tozlarını özellikle yüksek sıcaklıklarda ıslatmadığı görülmüştür. Fe-Ni faz diyagramına göre, 1137°C'nin üzerindeki sıcaklıkta Fe-Ni tozları eridiği için, SiC tozlarını ıslatma problemi oluşturur. Fe-Ni alaşımı, kompozit numunenin yüzeyinde damlacık oluşturmaktadır (Resim 4.27). Literatürde yapılmış çalışmalar bakıldığın,da SiC ıslatma problemime karşı Cu tozlarının kullanıldığı görülmüştür (Rado ve ark., 2000)



Şekil 4.47 Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

Şekil 4.48'de Mikrodalga sinterlenmiş malzemelerin, yoğunluk-sıcaklık değişim grafiği verilmiştir. Kaplanmamış kompozit numunede sinterleme sonrası en yüksek yoğunluk 900°C'de 4,6gr/cm³ hesaplanmıştır. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen numune

yoğunlukları, kaplanmamış tozlardan üretilen numune yoğunluklarına göre daha yüksektir. Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarının 900°C'de sinterlenmesi ile üretilen numunede en yüksek yoğunluk 4,9gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Mikrodalga fırında üretilen kompozit numuneler, bu kompozisyonda %69 yoğunlukta sinterlenmiştir. Mikrodalga sinterleme ile ıslatma problemi ortadan kaldırılmış aynı zamanda tüp fırına göre düşük sıcaklıkta ve kısa sinterleme süresinde, daha yüksek yoğunlukta sinterleme gerçekleşmiştir.. Bu kompozisyonda da mikrodalga sinterlemenin avantajı yoğunluk, basma dayanımı ve sertlik değerlerinde görülmektedir.



Şekil 4.48 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı yoğunluk değişim grafiği

SiC-Fe-Ni kompozitinin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği Şekil 4.49'da verilmiştir. Sıcaklık artıkça, yüzde ağırlık kaybı artmaktadır. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numunede 1100°C'de en yüksek yüzde ağırlık kaybı yüzde -0,99 olarak hesaplanmıştır. Kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunede ise 1200°C'de ağırlık kaybı yüzde -0,44 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.49 Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.50'de SiC-Fe-Ni kompozitinin yüzde ağırlık kaybı grafiği kaplanmış ve kaplanmamış numuneler için verilmiştir. Kaplanmış numunede yüzde ağırlık kaybı, sıcaklıkla doğru orantılı olarak artmaktadır. Kaplanmamış numunede ise yüzde ağırlık kaybı, kaplanmış numuneye göre daha düşük oranda meydana gelmiştir.



Şekil 4.50 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı ağırlık değişim grafiği

Şekil 4.51'de SiC-Fe-Ni sistemine ait kompozitlerin basma mukavemeti-sıcaklık grafiği verilmiştir. Akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit numunelerde en yüksek basma mukavemeti, 1200°C'de gözlenmiştir. Kaplanmış tozlarla üretilmiş kompozit numunenin maksimum basma dayanımı, 18,8MPa ve kaplanmamış tozlarla üretilen numunede ise basma dayanımı 13,84MPa ölçülmüştür. Kaplamanın basma dayanımındaki avantajı bu kompozisyonda da görülmektedir.



Şekil 4.51 Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemeti değişim grafiği

Şekil 4.52'de Mikrodalga sinterlenmiş SiC-Fe-Ni sistemine ait kompozitlerin, sıcaklığa bağlı basma mukavemetinin değişimi görülmektedir. Kaplanmış tozlarla üretilen kompozit malzemenin basma dayanımı 14,48MPa ölçülmüştür. Kaplanmamış tozlarla üretilen numunede ise 4,8MPa olarak ölçülmüştür. Kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numunlerin basma dayanımının kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numuneye göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.52 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı basma mukavemetinin değişimi

Şekil 4.53'de SiC-Fe-Ni kompozisyonunda akımsız Ni kaplanmış ve kaplanmamış tozlardan sinterlenerek üretilen kompozit numunelerin sertlik değerleri görülmektedir. Akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen numunelerin sertlik değerlerinin, kaplanmamış tozlarla üretilen kompozit numunelere göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir. En yüksek sertlik değeri, kaplanmış tozlarla üretilen kompozit numunede 1200°C'de 350,6HB olarak elde edilmiştir. Geleneksel yolla üretilmiş kompozit numunede ise sertlik değeri 275,3HB olarak elde edilmiştir.



Şekil 4.53 Tüp fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Şekil 4.54'de Akımsız Ni kaplanan SiC-Fe tozları ile SiC-Fe-Ni tozlarının karışımından üretilen seramik-metal kompozit numunelerin, sinterleme sıcaklıklarına göre ortalama sertlik-sıcaklık değişim grafiği verilmiştir. Grafikte Ni kaplanmış tozlarla üretilen kompozit numuneler içinde en yüksek sertlik değeri 700°C'de ortalama 235HB ölçülürken, kaplanmamış tozlardan üretilen kompozit malzemenin ise 700°C'de ortalama 149HB olarak ölçülmüştür. SiC-Fe tozlarının Ni kaplanması sertlik değerlerinde de belirgin bir artış sağlamıştır.



Şekil 4.54 Mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozitlerin sıcaklığa bağlı sertlik değişim grafiği

Şekil 4.55'de Akımsız Ni kaplanmış (%20 SiC -%50Fe)%30Ni kompozisyonundan 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozite ait XRD sonucu verilmiştir. Grafiğe göre sinterleme sonucunda, FeNi kompoziti oluştuğu görülmektedir. Kaplama yapılmaksızın tozların karışımı ile aynı sıcaklıkta sinterlenerek elde edilen kompozit numunenin XRD analiz grafiği de birbirine benzemektedir. Bu numunede de FeNi kompoziti oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.55).



Şekil 4.55 Akımsız Ni kaplanmış (SiC-Fe) tozlarının tüp fırında 1200°C'de elde edilen kompozitin XRD analiz grafiği

Şekil 4.56 da Akımsız kaplanmış tozların 900°C'de mikrodalga fırında sinterleme sonrası üretilen kompozitin XRD analiz sonucu verilmiştir. Şekilde SiC pikleri oluştuğu görülmektedir. Fe ve Ni tozlarının oluşturduğu piklerin, sinterleme sonrası FeNi₃ fazına ait piklere dönüştüğü gözlenmektedir. Mikrodalga fırında sinterleme sonrası SiC+FeNi₃ kompoziti üretilmiştir.



Şekil 4.56 Mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin XRD analiz grafiği

Şekil 4.57'de Akımsız Ni kaplama yapılmış ağırlıkça %20SiC-%50Fe kompozisyonundan, 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozite ait XRD analiz sonucu

verilmiştir. Grafiğe göre, sinterleme sonucunda SiC+FeNi kompozitinin oluştuğu görülmektedir.



Şekil 4.57 Tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin XRD analiz grafiği Resim 4.27'de Akımsız Ni kaplama yapılmış SiC-Fe tozlarının 1200°C ve 1300°C de tüp fırında sinterlenmesi ile üretilen numunelerin fotoğrafı görülmektedir. Seramikmetal kompozit üretiminde, sıkça rastlanan bir problem olarak ortaya çıkan ıslatma problemi bu numunede görülmektedir. Metal elementlerin kendi arasında bileşik oluşturarak, seramik tozları arasında bağlayıcı rol oynaması beklenir. Zaman zaman da Resim 4.27'de görüldüğü gibi metal eriyiğin yüzeyde toplanmasıyla sinterleme gerçekleştirilemez.



a)1200°C Kaplanmış

b)1300°C Kaplanmış

Resim 4.27 Akımsız Ni kaplanarak tüp fırında sinterlenen (SiC-Fe)Ni kompozitinin fotoğrafı

Akımsız Ni kaplanmış tozların 1200°C'de sinterlenmesi ile üretilen malzemenin EDX analiz sonuçları Şekil 4.58'de verilmiştir. Analiz sonuçları bakıldığında, kaplamada kullanılan Si, C, Fe ve Ni elementleri bulunduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.58 SiC-Fe-Ni tozlarından tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen kompozitin EDX analizi

Fe-Ni eriyiği için EDX sonuçları Şekil 4.59'da verilmiştir. Yüzeyde toplanan Fe-Ni metal eriyiğin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında C, Fe O ve Ni elementleri tespit edilmiştir. Si elementine metal eriyik bölgede rastlanmamıştır. SEM fotoğrafında yüzey gözenekliğinin olmamasının sebebi Fe ve Ni tozlarının erimesi ve intermetalik oluşturmalarıdır.



Şekil 4.59 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından tüp fırında 1200°Cde sinterlenmiş numunede metal eriyik bölgesinin EDX analizi

Resim 4.28'de Akımsız Ni kaplanmış (SiC-Fe)Ni ve kaplanmamış SiC-Fe-Ni tozlarının 1200°C sinterlenmiş resimleri görülmektedir. Resim 4.28-a'da Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozit numune görülmektedir. Numunenin üst köşesinde, görülen bir eriyik kısım metal tozlarının, seramik tozlarını ıslatmamasından kaynaklanmaktadır. Islatma problemini gidermek için Co veya Cu kullanılabilir. Resim 4.28-b'de ise aynı kompozisyona ait kaplama yapılmaksızın SiC-Fe-Ni tozlarının karışımı yapılarak sinterlenme sonrası resmi verilmiştir. Bu kompozisyonda numune boyutunda artış olduğundan sinterleme iyi gerçekleşmemiştir. Numunenin mukavemetinin de düşük olduğu gözlenmiştir.



Resim 4.28 Tüp fırında 1200°C'de sinterlenerek üretilen SiC-Fe-Ni kompozit numunelerin resmi

Resim 4.29'da Akımsız Ni kaplama uygulanmış SiC-Fe tozlarının 900°C'de sinterlenmesi ile elde edilmiş seramik-metal kompozit malzemenin mikroyapı resmi görülmektedir. Açık renkli bölgelerin Ni, gri renkli bölgelerin SiC tanecikleri, koyu gri renkli bölgelerin ise Fe, siyah renkli bölgelerin ise gözenek olduğu düşünülmektedir. SiC taneciklerinin Ni ile tam kaplanmadığı, Fe taneciklerinin ise daha iyi kaplandığı SEM fotoğrafından da gözlenmektedir.



Resim 4.29 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından mikrodalga fırında 900°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop görüntüsü

Resim 4.30'da Akımsız Ni kaplama uygulanmış SiC-Fe tozlarının 600°C'de sinterlenmesi ile elde edilmiş seramik-metal kompozit malzemenin mikroyapısı görülmektedir. Açık renkli bölgelerin Ni, gri renkli bölgelerin ise SiC tanecikleri, koyu gri renkli bölgelerin ise Fe, siyah renkli bölgelerin ise gözenek olduğu düşünülmektedir (Resim 4.30).



Resim 4.30 Akımsız Ni kaplanmış SiC-Fe tozlarından mikrodalga fırında 600°C'de sinterlenmiş kompozitin optik mikroskop görüntüsü

4.5 Aşınma testi

Ürettiğimiz kompozit malzemelerden bazılarına ASTM G99'a uygun olarak tasarlanan bilye-disk cihazında aşınma testi uygulanmıştır. Aşınma testinde, 8mm çapında AISI 52100 çelik bilye kullanılmıştır. Deney 5N yük altında, 0,3m/s kayma hızında, 500m yol boyunca Ni kaplanmış WC tozlarının 1200°C'de tüp fırında sinterlenmiş kompozite uygulanmıştır. Aşınma hacmi 1,92mm³ olarak hesaplanmıştır. Deney, kaplanmamış WC-Ni tozlarının homojen karışımından üretilen kompozit numuneye de uygulanmış ve aşınma hacmi 3,33mm³ olarak hesaplanmıştır.



Resim 4.31 (WC)Ni kompozitinin aşınma testinde kullanılan bilyenin aşınma fotoğrafı

Aşınma testi, akımsız Ni kaplanmış WC-Fe tozlarının 1200°C'de tüp fırında sinterlenmesi ile elde edilen kompozite uygulanarak, aşınma hacmi 9,63mm³ olarak hesaplanmıştır. WC-Fe-Ni tozlarının homojen karışımından üretilen kompozitte ise aşınma hacmi12,43mm³ olarak hesaplanmıştır. Aşınma testi sonuçlarına göre Akımsız Ni kaplama yapılmış numunelerin, kaplama yapılmadan üretilen kompozit numunelere göre aşınma açısından daha dirençli oldukları aşınma testi yapılan her iki kompozisyonda da tespit edilmiştir.


Resim 4.32 (WC-Fe)Ni kompozitinin aşınma testinde kullanılan bilyenin aşınma fotoğrafı

5. GENEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Çalışmanın bu bölümünde yapılmış olan deneysel çalışmalar ve bu deneysel çalışmalardan elde edilen bulgular, literatürdeki benzer çalışmalarla kıyaslanmıştır. Çalışmada üretilen kompozit malzemelerin, yine literatürden referans alınarak endüstrinin değişik uygulama alanlarına uygunluğu tartışılmıştır. Bu tartışma yapılırken üretilmiş olan kompozitlerin mekanik özellikleri, mikro yapıları ve fiziksel özellikleri göz önünde bulundurulmuştur.

Deneysel çalışmada kullanılan kompozisyonlar tezin 4. bölümünde belirtildiği üzere WC-Ni, WC-Al-Ni, WC-Fe-Ni, ve SiC-Fe-Ni olarak ele alınmıştır. Üretim teknikleri kullanılan metotlar ve diğer detaylar yine adı geçen bölümde verilmiştir.

Yukarıda belirtilen tüm kompozisyonlar iki farklı şekilde sinterlemeye hazır hale getirilmişlerdir. Kompozisyonlar akımsız Ni kaplanarak ve kaplama yapılmadan, doğrudan tozların karıştırılması ile hazırlanmıştır. Çalışmada akımsız Ni kaplamada, kaplama banyosu olarak hidrazin hidrat banyosu; elde edilen Nikel'in saf olması nedeniyle tercih edilmiştir.

Literatüre bakıldığında birçok kaplama banyosu olduğu görülmektedir. Örneğin; Sharma ve arkadaşları çalışmalarında Ni kaplama banyosunda sodyum hipofosfat kullanarak WC'ü, Ni ile kaplamışlar ancak kaplama sonrası banyodan gelen fosforun etkisi ile Ni₃P bileşiğinin WC tozları üzerinde tabaka oluşturduğunu görmüşlerdir (Sharma et all. 1998).

Chan ve arkadaşlarının çalışmalarında Fe tozlarının akımsız Ni kaplaması göze çarpmaktadır. Çalışmalarında Nikel klorür yerine Nikel sülfat (NiSO₄.6H₂O) kullanmışlar ve kaplama banyosu olarak sodyum hipofosfatı seçmişlerdir. Kaplama sonrası banyodan gelen fosfor 1100°C sinterleme sıcaklığında demir ve nikel ile bileşik oluşturarak (Fe,Ni)₃P yeni bir faz elde etmişlerdir.

Literatürde karşılaştığımız bu çalışmaların sonuçlarına bakıldığında, kaplama banyosu seçiminin sinterleme sonrası elde edilecek kompozitler üzerinde önemli bir etkisinin olduğu anlaşılmaktadır. Bu ve benzeri birçok çalışma hidrazin hidrat banyosunu tercih etmemizde etkili olmuştur

Yaptığımız çalışmada kullanılan akımsız Ni kaplama banyosunun kimyasal oranları Çizelge 3.5 de verilmiştir. Çizelgede görüldüğü üzere kaplamada Nikel klorür (NiCI₂.6H₂O) kullanılmış ve bu kimyasal banyodan sonra yaklaşık 4gr NiCI₂.6H₂O'den 1 gr saf Ni elde edilmiştir.

Kaplama tekniklerinden elektroliz yoluyla Ni kaplama endüstride sık kullanılan bir teknik olup saf Ni çökelmesi gerçekleşebilmektedir. Surender ve arkadaşlarının elektroliz yoluyla yapmış oldukları nikel kaplama tekniği ile WC toz tanecikleri üzerinde 0,2A/cm² akım kullanarak saf Ni çökelmesi sağlamışlardır. Teorik olarak hesaplama sonrası %99 Ni çökelmesi elde etmişlerdir (Surender et all. 2004). Akımsız Ni kaplama banyosu, basit ve kontrollu olup endüstride de rahatlıkla uygulanabilen masrafsız bir yöntemdir. Elektroliz yoluyla kaplama ise büyük yatırımlar ve düzenekler gerektiren maliyeti yüksek bir yöntemdir.

Kaplama yapıldıktan sonraki aşamada toz metalürjisinde en önemli aşama olan sinterleme gelmektedir. Çalışmada sinterleme, iki ayrı fırın kullanılarak yapılmıştır. Bölüm 3'te detayları verildiği üzere tüp fırın ve mikrodalga fırın tercih edilmiştir. Sinterleme sıcaklığı literatür göz önünde bulundurularak tüp fırında 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, ve 1200°C sıcaklıklar, mikrodalga fırında ise 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, ve 900°C sıcaklıklar tercih edilmiştir. Sinterleme esnasında argon atmosferi kullanılmış olup oksidasyon oluşmasına engel olunmuştur. Numune tüp fırında belirlenen sinterleme sıcaklığında iki saat tutulurken, mikrodalga fırında bir saat tutulması uygun görülmüştür. Sinterlemede mikrodalga fırın tercih edilmesinin sebebi kompozit üretiminin kısa sürede ve düşük enerji kullanılarak gerçekleşmesidir. Bu bize zaman tasarrufu sağlamıştır; tüp fırında 1200°C'ye 2 saatte ulaşırken mikrodalga fırında

mikrodalga sinterleme tekniğini yukarıdaki sebeplerden dolayı tercih etmektedirler (Luo ve ark., 2008).

Sinterleme sonrasında elde edilen numunelere uygulanan testlerin sonuçları Bölüm 4'te ayrıntılı bir şekilde verilmiştir. Yapılan analizler sonrasında deneysel çalışmalardan elde edilen bulgulardan en çok göze çarpan değerler Çizelge 5.1 ve Çizelge 5.2 de verilmiştir. Bu değerler her bir kompozisyonun kendi sistemi içerisinde irdelenmiştir.

Kaplama yapılmaksızın tüp fırında sinterleme					
Kompozisyonlar	Özdirenç Ω.mm ² /m 10^3	Basma dayanımı (MPa)	Sertlik (HB)	Yoğunluk (gr/cm ³)	
WC-Ni	35,44	25,85	156	6,71	
WC-Al-Ni	37,65	7,02	40,3	4,92	
WC-Fe-Ni	38,24	45,4	150	6,92	
SiC-Fe-Ni	39,18	13,84	275,3	4,43	
Kaplanmış tozların tüp fırında sinterleme					
Kompozisyonlar	Özdirenç Ω .mm ² /m 10 ³	Basma dayanımı (MPa)	Sertlik (HB)	Yoğunluk (gr/cm ³)	
(WC)Ni	28,44	72,55	267	7,92	
(WC-Al)Ni	32,65	9,86	92,2	4,51	
(WC-Fe)Ni	30,24	55,2	251	7,38	
(SiC-Fe)Ni	32,18	18,8	350,6	4,44	

Çizelge 5.1 Tüp fırında sinterleme sonuçları

Çizelge 5.2 Mikrodalga fırında sinterleme sonuçları

Kaplama yapılmaksızın mikrodalga fırında sinterlenen malzemeler						
Kompzisyonlar	Özdirenç	Basma	Mikrosertlik (HB)	Yoğunluk (gr/cm ³)		
	Ω .mm ² /m 10 ³	dayanımı (MPa)				
WC-Ni	33,44	15,4	215,9	7,45		
WC-Al-Ni	33,65	13,2	40,2	6,86		
WC-Fe-Ni	34,24	26,5	84	7,85		
SiC-Fe-Ni	36,18	4,8	149	4,62		
Kaplama yapılmış mikrodalga fırında sinterlenen malzemeler						
Kompzisyonlar	Özdirenç	Basma dayanımı	Mikrosertlik (HB)	Yoğunluk (gr/cm ³)		
	Ω .mm ² /m 10 ³	(MPa)				
(WC)Ni	24,57	27,0	432	7,44		
(WC-Al)Ni	26,65	33,2	90,7	5,84		
(WC-Fe)Ni	28,24	36,46	237,2	7,54		
(SiC-Fe)Ni	32,18	14,48	235	4,78		

Çizelge 5.1 ve 5.2 de basma dayanımı, sertlik, yoğunluk değerlerinin yanı sıra üretilen kompozit numunelerin ortalama özdirenç değerleri de hesaplanarak verilmiştir. Kompozit üretiminde kullandığımız metal malzemeler ile seramik toz malzemelerin karıştırılıp sinterlenmesi sonrasında oluşan kompozitlerin direnç özelliği sergilemesi beklenmiştir. Üretilen malzemelerin yüksek sıcaklık fırınlarında kullanılacağı düşünüldüğünde 200°C sıcaklığa kadar direnç doğrusal değişmektedir. Bu sıcaklıktan itibaren direnç değişimi parabol şeklinde yükselmektedir (Önal, 1967).

5.1 WC-Ni sistemi

Çizelge 5.1 de görüldüğü gibi bu sistemde akımsız Ni kaplama yoluyla üretilen kompozitlerin iyi özellikler sergilediği görülmektedir. Tüp fırında sinterleme sonrası en yüksek basma dayanımı 1200°C'de 72,55MPa ölçülmüş yoğunluk ise 7.91 gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Sinterleme sonrası %58 yoğunluk elde edilmiştir. Buna karşılık Laptev ve arkadaşları (2003) çalışmalarında WC-%24Ni-C tozlarını sıcak izostatik şekillendirerek 1000-1300°C de sinterlemişlerdir. 1000°C de sinterledikleri numunede 8.5gr/cm³ yoğunluk elde etmişlerdir. Yüksek yoğunluk elde etmelerinin sebebi sinterleme öncesi kullandıkları sıcak izostatik preslemede 200MPa kullanmalarıdır. Diğer bir faktör ise kullandıkları WC parçacık boyutunun 1µm olmasıdır. Laptev ve ark. aynı zamanda kompozit malzemenin elektrik direnç değişimini araştırmışlardır. En yüksek direnç değerlerini sıcak izostatik preslenmiş numunelerde gözlemişlerdir. Sinterlenmiş numunelerde ise sinterleme sıcaklığı arttıkça direnç değerinin azaldığını belirtmişlerdir. 1150–1350°C derecelerde sinterlenen numunelerin direnç değerlerini 0,0033-0,0025Ω-m olarak ölçmüşlerdir. Yaptığımız çalışmada akımsız Ni kaplanarak üretilen kompozit numunede $0,0001059\Omega$ -m değeri hesaplanmıştır. Akımsız Ni kaplanarak sinterlenmiş numuneler Ni tozları karıştırılarak sinterlenen numunelere göre iyi sinterlendiğinden elektrik direnç değerlerinde azalma görülmüştür

Mikrodalga fırında 900°C'de üretilmiş olan Ni₄WC kompozitte basma dayanımı 27MPa, sertlik değeri 432HB olarak ölçülmüştür. Aynı sıcaklıkta tüp fırında ise basma dayanımı 29MPa, sertlik değeri 160HB olarak ölçülmüştür. Mikrodalga sinterlemede 900°C'de bekleme süresi tüp fırındaki bekleme süresinin yarısıdır. Buradan da anlaşılacağı üzere mikrodalga sinterlemenin tüp fırında sinterlemeye göre daha avantajlı olduğu görülmektedir.

Farklı iki teknikle hazırlanmış numuneler 1200°C'de tüp fırında sinterlendikten sonra uygulanan aşınma testi sonucu Ni kaplanmış WC tozlarından üretilmiş kompozitte aşınma hacmi 1,92mm³ hesaplanarak bulunmuştur. WC-Ni tozlarının karışımından üretilen kompozitte ise aşınma hacmi 3,33mm³ olarak hesaplanmıştır. Akımsız Ni kaplanarak üretilmiş kompozitin taramalı elektron mikroskobunda çekilmiş fotoğrafı incelendiğinde taneler arası boyun oluşarak birbirine bağlandığı görülmektedir (Resim 4.5a). Bu sebepten dolayı kaplanmış kompozitin aşınma direnci yüksek çıkmıştır. Chen ve arkadaşları yaptıkları çalışmada seramik ve metal tozlarının sinterleme sonrası tanelerin sıkı bağ oluşturduğunu belirmişlerdir (Chen, 2003). Ni kaplanmış numunelerden üretilen kompozitte aşınmanın kaplanmamış tozlarla üretilen kompozite göre daha az olması Chen'in görüşünü kanıtlamaktadır.

5.2 WC-Al-Ni Sistemi

WC-Al-Ni sisteminde mekaniksel özelliklere bakıldığında akımsız kaplanmış kompozit numunede 900°C'de 33,2MPa basma dayanımı elde edilmiştir. Aynı kompozisyona ait aynı sıcaklıktaki tüp fırın sinterlemede ise elde edilen en yüksek basma dayanımı 9,14MPa olmuştur. Bu kompozisyonda mikrodalga sinterleme süresi diğerinin yarısı olmasına karşın basma dayanımı yaklaşık üç kat artmıştır. Burada da mikrodalga sinterlemenin avantajı açık olarak görülmektedir. Yoğunluk değerleri karşılaştırıldığında mikrodalga sinterlemede 6.86gr/cm³ iken, tüp fırın sinterlemede 3.97gr/cm³ dir.

Mikrodalga fırında 900 °C'de sinterlenen kaplanmış tozlardan üretilmiş kompozit numunenin sertlik değeri 90,7HB iken, kaplanmamış kompozit numunenin sertlik değeri 40,3HB dir (Şekil 4.23ve 24). Akımsız Ni kaplama yöntemi kullanılarak üretilen kompozit numunelerde sertlik değerinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Ahmadian ve ark. (2004) ürettikleri WC-Ni₃Al-B kompozitinin mekanik özelliklerini araştırmışlardır. WC-%40Ni₃Al-B kompozitinin sertlik değerini 154HB olarak ölçmüşlerdir. Sonuçlar karşılaştırıldığında Ahmadian ve ark. elde ettikleri sertlik değerinin yüksek olması sebebinin, kompozisyonlarında kullandıkları bor elementi olduğu düşünülmektedir.

900°C'de üretilmiş kompozitlerin XRD grafiği incelendiğinde WC, AlNi ve AlNi₃ fazlarının oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 4.16). Böylelikle çalışmanın başında hedeflenen WC- Ni₃Al kompozitinin üretimi sağlanmıştır.

5.3 WC-Fe-Ni sistemi

WC-Fe-Ni kompozitinin tüp fırın sinterleme sonrası yoğunluk 900°C'de 6,63gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Mikrodalga sinterlemede ise 900°C'de 7,82gr/cm³ olarak hesaplanmıştır.

Mekanik özelliklere bakıldığında, kaplanmış tozlarla mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen kompozit malzemenin basma dayanımı 900°C'de 36,2MPa ölçülürken aynı sıcaklıkta tüp fırın sinterlemede 47,8MPa ölçülmüştür. Farklı iki fırında yapılan sinterleme sonrası (900°C) basma dayanımının tüp fırındaki değerinin mikrodalga fırınına göre biraz yüksek olduğu görülmektedir. WC-Fe-Ni sisteminde sıvı faz oluşmadığı için katı hal sinterlemesi gerçekleşmiştir. Basma dayanımları yaklaşık değer vermiştir. Mikrodalga sinterleme süre bakımından bir avantaj sağlamıştır.

Aynı numune için sertlik değerlerine bakıldığında mikrodalga kompozit numunelerin sertlik değeri 900°C'de 237,2HB olarak ölçülürken tüp fırın sinterlemede 235,4HB olarak ölçülmüştür. Aralarında çok fazla bir fark olmadığı görülmektedir. Chakthin ve ark. Fe tozu ile 20-32µm boyutunda %5WC ilave edilerek oluşturulan kompozisyonu 1200°C de sinterleyerek üretikleri kompozitin mekanik özelliklerini araştırmışlar, sertlik değerini 21HB olarak ölçmüşlerdir. Aynı Fe tozu ile <20µm boyutunda %5WC ilave edilerek oluşturulan kompozisyonu 1200°C de sinterleyerek, sertlik değerini 33HB olarak ölçmüşlerdir(Chakthin ve ark, 2000). Çalışmamızda sinterleme sıcaklığı düşük olmasına karşın sertlik değeri yüksek kompozit üretilmiştir. Bunun sebebi, kompozisyonda kullanılan WC oranının Chakthin ve arkadaşlarının kullandıkları WC oranına göre ağırlıkça daha fazla olması ve WC tozların tane boyutunun küçük olmasıdır.

Akımsız Ni kaplanmış WC–Fe kompozisyonundan 1200°C de sinterlenerek üretilen kompozite ait XRD sonucuna göre FeNi kompoziti oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.37). WC-Fe-Ni tozların karışımı ile aynı sıcaklıkta sinterlenen numunenin XRD analiz sonucunda FeNi kompoziti oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.38).

WC-Fe tozları Ni kaplama işleminden sonra elde edilen tozun XRD analiz sonucuna göre Ni pikinin bulunması WC-Fe tozlarının Ni ile kaplandığını göstermektedir. WC-Fe-Ni tozlarının karışımından 500°C'de mikrodalga fırında sinterlenen seramik-metal kompozitinin XRD sonucuna gore WC, FeNi ve Fe₃Ni fazına ait pikleri elde dilmiştir (Şekil 4.42).

Aynı kompozisyona ait 900°C'de tüp ve mikrodalga fırında sinterlenmiş kompozitlere ait SEM fotoğrafları incelendiğinde mikrodalga fırında sinterlemenin daha iyi olduğu Resim 5.1'de görülmektedir.



a)Tüp fırın





Resim 5.1 WC-Fe-Ni kompozitinin SEM fotoğrafı 900°C

5.4 SiC-Fe-Ni sistemi

Bu sistemde 900°C'de mikrodalga ve tüp fırında üretilen kompozitlerin basma dayanımları 14,48MPa ve 13,2MPa olarak ölçülmüştür (Şekil 4.51, Şekil 4.52). Akımsız Ni kaplanarak 900°C'de tüp fırında sinterlenen kompozit numunenin sertlik değeri 181HB, mikrodalga fırında sinterlenen numunenin sertlik değeri 228HB olarak

ölçülmüştür. Akımsız Ni kaplanmış tozlarla mikrodalga sinterlenerek üretilen kompozit numunelerin yoğunluğu 900°C'de 4,61gr/cm³, tüp fırında sinterlenerek üretilen kompozit numunelerde yoğunluğu 900°C'de 4,31gr/cm³ olarak hesaplanmıştır. Mikrodalga fırında sinterleme sonrası elde edilen kompozit malzemelerin diğer sistemlerde olduğu gibi bu sistemde de avantajlı olduğu gözlenmiştir.

Yapılan deneysel çalışmada (%35SiC-%35Fe)%30Ni kaplama yapılarak üretilmeye çalışılan kompozitte, metal alaşımın seramik tozlarını ıslatmadığı gözlenmiştir (Resim 4.27). Bu nedenle sinterleme tam gerçekleşmemiştir. Kaplama yapılmaksızın konvansiyonel yolla elde edilen karışım %35SiC-%35Fe-%30Ni tozlarının aynı sinterleme parametrelerinde ele alınmış, sinterlemesi yapılmaya çalışılmıştır. Burada da numunenin sinterlenemediği tespit edilmiş numune ölçülerinde büyüme ve mukavemetinin düşük olduğu gözlenmiştir (Resim 4.28). SiC-Fe-Ni kompozisyonunda 1200 ve 1300°C sıcaklıkta matris fazın seramik malzemeyi ıslatma problemi ile karşılaşılmıştır. SiC malzemenin ıslatma problemine karşı Rado ve arkadaşlarının (2000) Cu tozları kullandıkları ve başarılı oldukları literatürden anlaşılmaktadır. Kompozisyona Cu tozlarının ilave edilmesi veya kompozisyonun mikrodalga fırında daha düşük sıcaklıklarda sinterlenemesi ile bu sorunun giderilebileceği düşünülmektedir.

Chan ve Lin FeC tozunu akımsız Ni kaplamışlar ve 1000-1200°C sıcaklıklarda sinterlemişlerdir. Ürettikleri kompozitin 1200°C de diğer sıcaklıklara göre daha iyi özellikler sergilediğini belirtmişlerdir (Chan ve Lin, 1997).

Kretz ve arkadaşları (2004) çalışmasında ağırlıkça %5 oranında SiC tozlarını akımsız Ni kaplayarak aşınmaya karşı dayanımını arttığını belirtmişlerdir (Kretz ve ark., 2004). Kılıç yaptığı çalışmada sabit kayma hızında ve değişik yükler altında yapılan deneylerde matrise göre SiC ile takviyelendirilmiş kompozitin aşınma direncinin attığını belirtmiştir.(Kılıç, 2007). Yaptığımız çalışmada akımsız Ni kaplanmış tozlardan üretilen kompozitlerin, tozların karıştırılarak sinterlenmesi ile üretilen kompozitlere göre yüksek aşınma direnci göstermişlerdir.

Akımsız Ni kaplanmış tozlarla mikrodalga fırında sinterlenerek üretilen seramik-metal kompozitinin 900°C'de XRD sonucuna gore SiC piklerinin yanı sıra Fe₃Ni fazına ait pik bulunduğu gözlenmiştir (Şekil 3.56).

Bu çalışmanın sonucunda özetle şunlar söylenebilir;

1. Numune hazırlama yönteminde Akımsız Ni kaplama yapılarak üretilen kompozitler, geleneksek toz metalurjisi yöntemi ile üretilen kompozitlere göre daha iyi özellikler sergilemiştir. Ni kaplanmış tozlarda parçacıkların birbirine bağlanması daha iyi olmaktadır.

2. Akımsız Ni kaplama yöntemi ile hazırlanan numunelerin sinterleme öncesi ham mukavemetinin yüksek olduğu gözlenmiştir. Kaplama yöntemi sinterleme öncesi numune hazırlamada da bir avantaj sağlamıştır.

3. Akımsız Ni kaplama banyosunda kullanılan Hidrazin Hidrat saf Ni vermiştir.

4. Mikrodalga fırında sinterleme ile istenilen sonuca daha kısa sürede daha az enerji kullanılarak ulaşıldığı bu nedenle mikrodalga fırında sinterleme yönteminin geleneksel sinterleme yöntemine göre daha avantajlı olduğu tespit edilmiştir.

5. WC-Ni sisteminde; en yüksek yoğunluk tüp fırın için %58, mikrodalga fırın için %55 olarak tespit edilmiştir.

WC- Al-Ni sisteminde; en yüksek yoğunluk tüp fırın için %37, mikrodalga fırın için %56 olarak tespit edilmiştir.

WC-Fe-Ni sisteminde; en yüksek yoğunluk tüp fırın için %69, mikrodalga fırın için %72 olarak tespit edilmiştir.

SiC-Fe-Ni sisteminde; en yüksek yoğunluk tüp fırın için %64, mikrodalga fırın için %69 olarak tespit edilmiştir.

6. WC-Ni sisteminde; en iyi sinterleme, tüp fırın için 1200°C, mikrodalga fırın için 900°C de gerçekleşmiştir.

WC-Ni-Al sisteminde; en iyi sinterleme, tüp ve mikrodalga fırın için 900°C de gerçekleşmiştir.

WC-Fe-Ni sisteminde; en iyi sinterleme, tüp fırın için 1200°C, mikrodalga fırın için 900°C de gerçekleşmiştir.

SiC-Fe-Ni sisteminde; en iyi sinterleme, tüp fırın için 1200°C, mikrodalga fırın için 900°C de gerçekleşmiştir.

7. WC-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek basma dayanımı tüp fırında 1200°C'de 72,55MPa, mikrodalga fırında 900°C'de 27MPa olarak elde edilmiştir.
WC-Al-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek basma dayanımı tüp fırında 900°C'de 9,86MPa, mikrodalga fırında 900°C'de 33,2MPa olarak elde edilmiştir.
WC-Fe-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek basma dayanımı tüp fırında 1200°C'de 55,2MPa, mikrodalga fırında 900°C'de 36,46MPa olarak elde edilmiştir.
SiC-Fe-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek basma dayanımı tüp fırında 1200°C'de 18,8MPa, mikrodalga fırında 900°C'de 14,48MPa olarak elde edilmiştir.

8. WC-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek sertlik değeri tüp fırında 1200°C'de 267HB, mikrodalga fırında 900°C'de 432HB olarak ölçülmüştür.

WC-Al-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek sertlik değeri tüp fırında 900°C'de 92,2HB, mikrodalga fırında 900°C'de 90,7HB olarak ölçülmüştür.

WC-Fe-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek sertlik değeri tüp fırında 1200°C'de 251HB, mikrodalga fırında 900°C'de 237,2HB olarak ölçülmüştür.

SiC-Fe-Ni sisteminde sinterleme sonrası; en yüksek sertlik değeri tüp fırında 1200°C'de 350HB, mikrodalga fırında 900°C'de 235HB olarak ölçülmüştür.

5.5 Öneriler

- Üretilen kompozitler üzerinde ileri çalışmalar yapıldığında endüstride direnç çubukları olarak kullanılabileceği düşünülmektedir.
- Toprak sanayinde vakum ağızlıklarında kullanılan çizici kalemler ülkemize Rusya ve Almanya'dan ithal edilmektedir. Bu çizici kalemlerin özellikleri araştırılmış sertlik değerleri bu çalışmada ürettiğimiz (WC)Ni kompozitinin değerlerine yakın olduğu gözlemlenmiştir. Üretilmiş olan kompozitin mekaniksel özellikleri ileride yapılacak çalışmalarda geliştirilerek toprak

sanayinde kullanımı sağlanarak ülke ekonomisine katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

- Akımsız Ni kaplanmış WC tozlarının sinterleme sonrası elde edilen Ni₄WC kompoziti torna kalemlerinde kesici uç olarak kullanılabileceği düşünülmektedir.
- Çalışmada üretilen kompozitler, ileriki çalışmalarda difüzyon ile birleştirilmede kullanılabilir.
- Toz metalürjisi tekniği ile kompozit üretiminde sinterleme fırını olarak mikrodalga sinterleme fırını sonuçlarda belirtilen avantajları nedeniyle araştırmacılara tavsiye edilir.

6. KAYNAKLAR

Ahmadian, M., Wexler, D., Chandra, T., Calka, A., 2004, 'Abrasive wear of WC-FeAl-B and WC-Ni₃Al-B composite', Refractory metals & Hard Meterials ELSEVIER,

Ahn J.G., Kim D.J., Lee J.R., Chung H.S., Kim C.O. and Hai H.T., 2006, "Improving the Adhesion of Electroless-Nickel Coating Layer on Diamond Powder", Mineral and Materials Processing Division, Korean Institute of Geosciences and Mineral Resource, 30 Gajoeng-Dong, Yuseong-Gu, Daejeon 305-350, South Korea.

Agrawal, D., et al. 'Microwave Sintering of Metals', 'Materials World,' Vol. 7 no. 11 pp. 672-73 November 1999.

Alirezaei, Sh., Monirvagehefi, S.M., Salehi M., Saatchi, A., 2004, 'Effect Alümina content on surface morphology and hardness of Ni-P-Al₂O₃(α) electroless composite coatings', Surface&coatings technology, ELSEVIER

Avner, S. H., 1974, "Introduction to Phsical Metallurgy", Book Comp., pp.472-477. New York,

Bargel H., J. Schulze A., Malzeme Bilgisi Cilt-1, TÜGAM Matbaası, Gebze, 1987

Baojun Z., Xuanhui Q., Ying T., Pingan X., Mingli Q., Powder Injection Moulding Of WC-8%Co Hard Metals, Rare Metal Materials And Engineering, Volume: 31, Issue: 4, 2002, 307-310.

Baskaran I., Kumar R. S., Narayanan T.S.N. S. and A. Stephen, 2005, "Formation of Electroless Ni–B Coatings Using Low Temperature Bath and Evaluation of Their Characteristic Properties", Materials Science Centre, Department of Nuclear Physics, University of Madras, Chennai-600 025, India.

Bengtsson B., Johannesson T., Lindau L., Sintering Of Milled WC Powder In The Presence Of Cobalt, Planseeberichte Feur Pulvermetallurgie, Volume: 21, Issue: 2, 1973, 110-120.

Bernd C. C., Materials Production For Thermal Sprey Processes: A Lesson From Thermal Spray Technology, Ph. D., 1991.

Bozzini B., Martini C., Cavallotti P. L. and Lanzoni E., 2000, "Relationships Among Crystallographic Structure, Mechanical Properties and Tribological Behaviour of Electroles Ni–P(9%)/B₄C films", INFM—Department of Material Science, University of Lecce Arnesano, I-73100 Lecce, Italy.

Chan, T,Y. And Lin, S. T., 1997, 'Enhanced Sintering of an Fe-Ni-P Coated Composite Powder Prepared by Electroless Nickel Plating' Journal of Materials Engineering and Performance, V6, p 628-632

Chakthin, S., Poolthong, N., Thavarungkul, N., Tongsri R., 'Iron-Carbide Composites Prepared by P/M' 2000, Surface&coatings technology, Elsevier,

Chen, Y., Cao, M., Xu, Q., and Zhu, J., 2003."Electroless Nickel Plating on Silicon Carbide Nanoparticles", Surface and Coatings Technology, pp. 90- 94.

Chen, Z.Z., Tokaji, K., 2004, 'Effects of particle size on fatigue crack initiation and small crack growth in SiC particulate- reinforced aluminium alloy composites'' Department of Mechanics Engineering, Gifu University, 58: 2314-2321

Colin C., Durant L., Favrot N., Besson J., Barbier G., Delannay F., Processing Of Functional-Gradient WC-Co Cerment By Powder Metallurgy, International Journal Of Refractory Metals And Hard Material, Volume: 12, Issue: 3, 1993-1994, 145-152.

Culp, N.J., Huffman, D.D. VE Henry, R.J., 1997, "Tools Metarials, Metals Handbook", Desk Edition, ASM, Ohio.

Di Giampaolo, A., R., Ordonez, J., G., Gugliemacci J., M., and Lira, J., 1997, "Electroless Nickel- Boron Coatings on Metal Carbides", Surface and Coatings Technology, pp.127-131.

Döring J. -E., Vaßen R., Linke J. and Stöver D., 2002, "Properties of Plasma Sprayed Boron Carbide Protective Coatings for the First Wall in Fusion Experiments", Institute for Materials and Processes in Energy Systems, Forschungszentrum Jülich GmbH, Euratom Association, 52425, Jülich, Germany.

Du, Y., and Clavagvera N., 'Journal of alloy and Compounds', 237,1996,20-32

Ebrahimian-Hosseinabadi M, Azari-Dorcheh K. and Moonir Vaghefi S.M., 2005, "Wear Behavior of Elektroliz Ni–P–B₄C Composite Coatings", Iranian Surface Research and Engineering Centre, Coatings Division, Isfahan Science and Technology Town, Isfahan 8415668111, Iran.

Erol, A., 2000, "The electroless nickel plating of silicon carbide and aluminium powder mixtures", Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Dergisi, 2 (1) s.135-142

Erol, A., 1999, 'The advantages of Electroless nicel plating in the preparation of ceramic-metal composites' PHD Thesis, University of Bradford,

Esin, A., 1998, 'Production of Ceramic Based Parts by Microwave Sintering' MSc Thesis, University of İstanbul Technical

German, R., M., 1996, "Sintering Theory and Practice", John Wiley & Sons, Inc, pp. 3-20, New York.

Goesmann F., Schmid-Fetzer R., Stability Of W As Eelectrical Contact On 6H-SiC: Phase Relations And Interface Reactions In The Ternary System W-Si-C, Materials Science And Engnering B, Volume: 34, Issues: 2-3, November 1995, 224-231.

Guoa Z., Xiong J., Yang M., Jiang C., WC-TiC-Ni Cemented Carbide With Enhanced Properties, Journal Of Alloys And Compounds, 465, November 2008, 157-162.

Guojian, J., Wenlan, LI., and Zhuang, H., 2003, 'Synthesis of Tungusten carbide and nickel composites by the field-activated combustion method' Meterials and Science Engineering, ELSEVIER

Gutierrez J. A., Fredel M. C., Wendhausen P. P., Klein A. N., Preparation Of Hard Metal (WC-10Co) Components By Powder Injection Moulding, Key Engineering Materials, Volume: 189-191, 2001, 579-585.

Hamdy A. S., . Shoeib M. A, Hady H. and Salam O. F. A., 2007, "Corrosion Behavior of e-Electroless Ni–P Alloy Coatings Containing Tungsten or Nano-Scattered Alumina Composite in 3.5% NaCl Solution", Department of Materials Science and Engineering, College of Engineering, Boise State University, Boise, ID, USA.

Hamid Z. A., Badry S.A. E. and Aal A. A., 2006, "Electroless Deposition and Characterization of Ni–P–WC Composite Alloys", Central Metallurgical R & Development Institute, P.O. 87 Helwan, Cairo, Egypt. Hanyaloglu, S.C., Kotroczo. V., and McColm, I.J., 1993, "Preparation of AlN-Ni₃Al Composites by Reactive Arc Melting", Proceedings of 3rd Euro-Ceramics, Madrid, P.D. and J.F. Fernandez, Vol:1, pp. 907.

Herber, P., Schubert, W. D., Lux, B., 2005, Hardmetals with 'rounded' WC grains', Refractory metals & Hard Meterials Elsevier

Hosseinabadi M. E., Dorcheh K. A. and Vaghefi S.M. M., 2005, "Wear Behavior of Electroless Ni–P–B₄C Composite Coatings", Iranian Surface Research and Engineering Centre, Coatings Division, Isfahan Science and Technology Town, Isfahan 8415668111, Iran.

Jiaqiang G., Lei L., Yating W., Bin S. and Wenbin Hu, 2005, "Electroless Ni–P–SiC Composite Coatings with Superfine Particles", State Key Lab of MMCs, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai, 200030, P.R. China.

J.W. Paggett, A.D. Krawitz, E.F. Drake, M.A.M. Bourke, V. Livescu, B. Claussen and D.W. Brown., 2005, 'In situ loading response of WC–Ni Origins of toughness', ELSEVIER

Kılıç, E. F., 2007, 'Aluminyum Alasımlı Sic Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Asınma Davranıslarının İncelenmesi'

Kim, T.W., 2007" Determination of densification behavior of Al- SiC metal matrix composites during consolidation processes", School of Mechanical Engineering, Hanyang University, 133-791.

Knauss, H., Terheiden, B., Fath, P., 2006, 'Large-area metallisation wrap through solar cells using electroless plating' Solar Energy Metarials & Solar Cells, ELSEVIER,

Kretz, F., Gacsi, Z., Kovacs, J., VE Pieczonka, T., 2004,"The Electroless Deposition of Nickel on SiC Particles for Aluminum Matrix Composites", Surface and Coatings Technology, pp. 575- 579

Koç V., Toz Metalurjisi Tekniği İle Üretilen Bir Paslanmaz Çelikte Katkı Elemanlarının Aşınma Direncine Etkileri, T. C., Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Anabilimdalı-Doktora Tezi, 2006.

Kosolapova, T. Y., 1971, "Carbides Properties, Production, and Applications", Plenum Pres, New York- London.

Kutbay, I., Kuşkonmaz, N., 2004, 'Mikrodalga Isıtmanın Seramik Üretiminde Kullanımı' Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul

Laptev, A.V., Tolochin, A.I., and Ochkas, L.F., 2003 'Hard Alloy WC – 24%Ni Obtained In The Solid Phase From Ultrafine Wc, Nio, And C Powders. I. Density And Structure Of Specimens', Powder Metallurgy and Metal Ceramics, Vol. 42, Nos. 11-12,

Li L. and An M., 2007, "Electroless Nickel–Phosphorus Plating on SiC_p/Al Composite from Acid Bath with Nickel Activation", School of Chemical and Environmental Engineering, Harbin University of Science and Technology, Harbin 150001, China.

Lisovskiy A.F., 'On The Imbibition Of Metal Melts By Sintered Carbides' Powder Metallurgy – International, Volume: 19, Issue: 5, 1987, 18-21.

Luo, S.D., Yi, J.H., Gua, Y. L., Peng, Y. D., Li, L. Y. and Ran J.M., 2008, 'Microwave sintering W–Cu composites: Analyses of densification and microstructural homogenization', Journal of Alloys and Compounds

Lubin G., 1982, "Handbook of Composites", Van Nostrad Reinhold Co,

Lonyuk B., Apachtei I. and Duszczyk J., 2007, "Effect of High-Phosphorus Elektroliz Nickel Coating on Fatigue Life of Al–Cu–Mg–Fe–Ni Alloy", Department of Materials Science and Engineering, Delft University of Technology, Mekelweg 2, Delft, 2628 CD, The Netherlands.

Makarov, V.F., Pruso, V. Yu. and Lebedeva I. O., 2005, 'Electroless Deposition of Nickel Coatings with High Phosphorus Content' Russian Journal of Applied Chemistry, Vol. 78, No. 1, 2005, pp. 82-84.

Małecki, A., and Micek-Ilnicka, A., 2000,"Electroless Nickel Plating From Acid Bath", Surface and Coatings Technology, pp. 72-77.

Mercier S., Giovannetti I., Josso P., Bacos M.P., 2006 "Analysis of The Co-Deposition of CrAlYTa Particles with Nickel by an Electrolytic-Elektroliz Route: The Influence of Solution and Hydrodynamic Parameters" Surface and Coatings Technology 201 120-128.

Mingos, D.M., and Colins, M.J., 1997, 'Applications of Microwave Dielectric HeatingEffects to Synhetic Problems in Chemistry' pp. 3-53, American Chemical Society, Washington

Monir S. M., Saatchi A. and Ebrahimian-Hoseinabadi M., 2003, "Deposition and Properties of Elektroliz Ni–P–B₄C Composite Ccoatings", Department of Materials Science, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran.

Narayanan T.S.N. S., Baskaran I., Krishnaveni K. and Parthiban S., 2004, "Deposition of Electroless Ni–P Graded Coatings and Evaluation of Their Corrosion Resistance", National Metallurgical Laboratory, Madras Centre CSIR Complex, Taramani, Chennai-600 113, India.

Navakovic, J., Vassilliou, P., Samara, Kl., Argyropoulos, Th., 2006 'Electroless NiP-TiO₂ composite coatings: Their production and proporties' Surface&coatings technology, Elsevier,

Ögel, B., Kaya, G., 1999 "Alüminyum-SiC Kompozitlerin Konvensiyonel Sıcak Presleme Yöntemi ile Üretimi" Uluslar arası Katılımlı 2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı, Ankara

Önal, H., 1967, 'Elektroniğe Giriş II', Arı Kitabevi Matbaası, İkinci baskı, İstanbul

Öveçoğlu, M., L., 1997, "Toz Metalurjisi: Tarihsel Gelişim, Üretim Aşamaları ve Yeni Eğilimler", 9. Uluslararası Metalurji Ve Malzeme Kongresi, s 449- 475, İstanbul.

Palaniappa M. and Seshadri S.K., 2007, "Structural and Phase Transformation Behaviour of Elektroliz Ni–P and Ni–W–P Deposits", Department of Metallurgical and Materials Engineering, Indian Institute of Technology Madras, Chennai 600036, India. Rado, C., Drevet, B., and Eustathopoulos, 2000, 'The Role Of Compound Formation In Reactive Wetting: THE Cu/Sic SYSTEM', Acta Metallurgica Inc., Elsevier Science Ltd.

Rieck, G., D., 1967, "Tungsten and its Compounds", Pergamon Pres Oxford. Saidi A.,.Barati M, 2002, 'Production (W,Ti)C reinforced Ni-Ti matrix composites' ,Journal of Meterials processing technology, ELSEVIER

Sarret M., Müller C. and Amell A., 2005, "Electroless NiP Micro- and Nano-Composite Coatings", ELECTRODEP, Dpt. Química Física, University of Barcelona, Martí i Franquès, 1, 08028-Barcelona, Spain.

Sarıtaş, S., 1995, "Powder Metallurgy Processed Materials, Metallurgy and Materials", Gazi Üniversitesi Müh. Mim. Fak., pp. 437-445, Ankara. Sarıtaş, S., 1996, "Powder I. Ulusal Toz Metalurjisi konferansı Bildiri kitabı", Gazi Üniversitesi İletişim Fak. Matbaası, Ankara.

Sarıtaş, S., Vd..2007'Toz Metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri' shf 233-295, Ankara

Schey, J.A., 1987, Introduction to Manufacturing Processes, Second Edition, McGraw-Hill Book Comp., New York, pp.472-477.

Sharma, D., K., Rosenfield, A., R., and Duckword, W H., 1987, "Mixed-mode fracture in biaxial stres state: application of the diametral-compresing (Brezillian disc) test", Eng. Frac. Mech., pp 825- 840

Shetty, A., K., Suresh, M., R., Bhojraj, H., Narayanamurthy, ve H., Sahu, R., P., 1998, "Electroless Nickel Plating on Magnesium Alloy", Metal Finishing, Mar, pp 10-18.

Singh, D.D.H., Ghosh, R., 2005, 'Electroless nickel-phosphorus coating to protect steel reinforcement bars from chloride induced corrosion', Surface and Coatings Technology, ELSEVIER

Subramanian R., Schneibel J. H., İntermetallic Bonded WC-Based Cerments By Pressureless Melt İnfiltration, İntermetallics, Volume: 5, İssue: 5, 1997, 401-408.

Surender, M., Balasubramaniam, R., Basu, B., 2004, 'Electrochemical behavior of electrodeposited Ni-WC composite coatings', Surface&coatings technology, ELSEVIER

Sun S., Liu J., Yan C. and Wang F., 2008, "A Novel Process for Elektroliz Nickel Plating on Anodized Magnesium Alloy", State Key Laboratory for Corrosion and Protection, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 62 Wencui Road, Shenyang 110016, China.

Smith, W.F., 2001, 'Malzeme Bilimi ve Mühendisliği', 1.Basım, İstanbul

Song Y.W., Shan D.Y., and Han E.H., 2007, "High Corrosion Resistance of Electroless Composite Plating Coatings on AZ91D Magnesium Alloys", Environmental Corrosion Center, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China.

Swartzendtuber L.J., Itkin V.P. and Alcock C.B, 1992, 'ASM Handbook'

Taya M., Arsenault R.J., 1998, "Metal Matrix Composites-Thermal and Mechanical Behavior", Pergamon Press,

Toth, L., E., 1971,"Transition Metal Carbides and Nitrides", Academic Press, New York and London.

Thostenson, E.T., and Chou T., 'Microwave prosessing : Fundamentals and Applications' Composites Part A Vol. 30 pp. 1055-1071, 1998

Uygur E. M., 1986 'Toz metalurjisi Seminer Notları' 32-40 İstanbul

Ünal, R., 1995, "Gaz Atomizasyonu ile Metal Tozu Üretim Değişkenlerinin Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

Unal R., Sarpün, H.İ., Yalım, H.A., Erol, A., 2005, 'The mean grain size determination of boron carbide(B_4C)- alüminyum (Al) and Boron carbide (B_4C)-nickel composites by ultrasonic velocity technique', Meterials Characterization, ELSEVIER,

Van acker, K., Vanhoyweghen, D., Persoons R., J. Ngrunderbeek., 2004, 'Influence of tungusten carbide particle size and distribution on the wear resistance of laser clad WC/Ni coatings' ELSEVIER,

Velez, M., Quinones, H., Di Giampaolo, A., R., Lira, J., VE Grigorescu, I., C., 1999," Electroless Ni±B Coated WC and VC Powders as Precursors for Liquid Phase Sintering", International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, pp. 99- 102

Vishnyakov, LP., Muruz VP, Pisarenko VA and Samelyuk AV., 2003, 'silikon veya bor karbür fiberleri ile kuvvetlendirilmiş zirkonyum matrisli kompozitler' Elsevier Science B.V

Weisbrook C. M. and Krawitz., A. D. 1999, 'Thermal residual stress distribution in WC-Ni composites' Technical innovations and applications, Elsevier

Wu Y.T., Lei L., Shen B. and Hu W.B., 2005, "Investigation in Electroless Ni–P– C_g(graphite)–SiC Composite Coating", State Key Lab. of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, People's Republic of China.

Wu, P., Du, H., M., Chen, X., L., Li, Z., Q., Bai, H., L., ve Jiang, E., Y., 2004,"Influence of WC Particle Behavior on the Wear Resistance Properties of Ni- WC Composite Coatings", Wear.

Yılmaz, F., Akbulut, H., 1994, "Seramik Partiküllerle Takviye Edilmiş Alüminyum-Bakır Alaşımlarının İncelenmesi" TÜBİTAK Makine Malzeme ve İmalat Sistemleri Araştırma Grubu

Zhu X., Dong H. and Lu K., 2007, "Coating Different Thickness Nickel–Boron Nanolayers Onto Boron Carbide Particles", Department of Material Science and Engineering, Virginia Polytechnic Institute and State University, 213 Holden Hall, Blacksburg, VA 24061, United States.

Zhengui Y., Stiglich J. J., Sudarshan T. S., Metal Powder Rep., Volume: 53, 1998, 32-36.

İnternet Kaynakları

Erişim Tarihi

http://web.inonu.edu.tr/~deren/sinterleme.html 21.03.2008

http://www.turkcadcam.net/rapor/otoinsa/sinterleme.htmlhttp://www.turkcadcam.net/ra por/otoinsa/sinterleme.html 17.12.2007

	ÖZGEÇMİŞ	
Adı Soyadı	AHMET YÖNETKEN	
Doğum Yeri	TURGUTLU	
Doğum Tarihi	07/11/1968	
Medeni Hali	EVLİ	
Yabancı Dili	İNGİLİZCE	
	Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)	
Lise	TURGUTLU ENDÜSTRİ MESLEK LİSESİ 1985	
Lisans	G.Ü. TEKNİK EĞİTİM FAKÜLTESİ 1990	
Yüksek Lisans	G.Ü. FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ 1999	
	Çalıştığı Kurumlar ve Yıl aralığı	
1999-HALEN	AFYONKARAHİSAR KOCATEPE ÜNİV.	
1998–1999	GAZİ ÜNİVERSİTESİ	
1995–1998	AFYONKARAHİSAR KOCATEPE ÜNİV.	
1994-1995	DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ	
1990-1994	PİRAZİZ ENDÜSTRİ MESLEK LİSESİ M.E.B.	
	Yayınları (SCI ve diğer)	

Ulusal Hakemli Dergilerde Yayınlanan Makaleler

ELMAS Ç., YÖNETKEN A. 'Bulanık Denetimli Bir Seramik Fırını' Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi Ocak 2000, ANKARA

YÖNETKEN A., YAZICIOĞLU H., ÇİMEN H. 'Bir Çekme Deney Cihazının Bilgisayarla kontrolü' Otomasyon Dergisi Ağustos 2002 sayı 122 İSTANBUL

Bildiriler

EROL, A., YONETKEN, A., TALAS Ş., 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated WC-Fe Powders', 5rd Powder Metallurgy Conference organised by TOBB University, Ankara / Türkiye 2008

EROL, A., YONETKEN, A., TALAS Ş., and ÇAKMAKAYA, M., 'Diffussion Bonding Of Copper And Stainless Steel To Composite Produced From Ni Coated WC'5rd Powder Metallurgy Conference organised by TOBB University, Ankara / Türkiye 2008 EROL A., AKIN D., YONETKEN A., 'Analysis Of Composite Material Production Using Boron Mineral Powders Plated With Nickel Through Chemical Method And Its Properties', 5rd Powder Metallurgy Conference organised by TOBB University, Ankara / Türkiye 2008

EROL A., YONETKEN A, 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated B₄C Powders' VII. Uluslararası Katılımlı seramik Kongresi 26-28 Kasım 2008 Afyon Kocatepe Üniv. 2008

EROL, A., YONETKEN, A., TALAS Ş., 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated SiC Powders' Meterial Science and Engineering', 1-4/9/2008, Nürnberg/Almanya 2008

EROL, A., YONETKEN, CAKMAKKAYA M. 'An Investigation on the Diffusion Bonding Ability of WC-Ni Ceramic-Metal Composites' Meterial Science and Engineering', 1-4/9/2008, Nürnberg/Almanya 2008

Diğer konular

Projeler

YÖNETKEN A., 'Bilgisayar Kontrollü Üç Nokta Eğilme Kırılma Deney Cihazının tasarımı imalatı ve Geliştirilmesi' isimli projede yardımcı personel, Maliyeti:5 Milyar TL

YÖNETKEN A., 'DPT tarafından desteklenen 'Endüstriyel Otomasyon Alt yapı projesi' isimli projede yardımcı personel, Maliyeti:980 000\$

YÖNETKEN A., 'TÜBİTAK tarafından 106T744 nolu proje ile desteklenen 'Elektrik akımsız Ni Kaplamanın Avantajları', Araştırmacı, Maliyeti:140.000 YTL, 2008

EKLER

Tez çalışmasından yapılarak sunulan bildiriler

EROL, A., YONETKEN, A., TALAS Ş., 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated WC-Fe Powders', 5rd Powder Metallurgy Conference organised by TOBB University, Ankara / Türkiye 2008

EROL, A., TALAS Ş., YONETKEN, A., and ÇAKMAKAYA, M., 'Diffussion Bonding Of Copper And Stainless Steel To Composite Produced From Ni Coated WC'5rd Powder Metallurgy Conference organised by TOBB University, Ankara / Türkiye 2008

EROL, A., YONETKEN, CAKMAKKAYA M. 'An Investigation on the Diffusion Bonding Ability of WC-Ni Ceramic-Metal Composites' Meterial Science and Engineering', 1-4/9/2008, Nürnberg/Almanya 2008

EROL A., YONETKEN A, 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated WC-Al Powders' V. International Advanced Technologies Symposium 13-15 Mayıs 2009 Karabük Üniv. 2009 Karabük/Türkiye(Kabul edildi)

EROL A., YONETKEN A, ÇEVİK, S., 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated SiC-Fe Powders' V. International Advanced Technologies Symposium 13-15 Mayıs 2009 Karabük Üniv. 2009 Karabük/Türkiye(Kabul edildi)

EROL A., YONETKEN A, 'Microwave Sintering Of Electroless Ni Plated WC Powders', Fifth International Materials Symposium (MATERIAiS 2009) 5th to the 8th of April 2009, Lisbon, Portugal, (Kabul edildi)