

**AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE DEMİR
ALÜMİNATLARIN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

İsmail GÜNGÖREN

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL

METAL EĞİTİMİ ANA BİLİM DALI

**AFYONKARAHİSAR
2008**

ONAY SAYFASI

Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL danışmanlığında,

İsmail GÜNGÖREN tarafından hazırlanan

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE DEMİR ALÜMİNATLARIN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

başlıklı bu çalışma lisans üstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri

uyarınca

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

tarihinde aşağıdaki jüri tarafından

.....Anabilim Dalında

..... tezi olarak oy birliği / oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Unvanı, Adı, SOYADI

İmza

Başkan

Üye

Üye

Üye

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

...../...../..... tarih ve

..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Doç. Dr. Zehra BOZKURT

Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	iii
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	vii
SİMGELERVE KISALTMALAR DİZİNİ.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xi
1.GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER.....	3
2.1.Toz Metalürjisi	3
2.1.1.Toz Metalürjisine Genel Bir Bakış	3
2.1.2.Toz Metalürjisi	8
2.1.3. Toz Metalürjisinin Geleneksel ve Yeni Uygulama Alanları	11
2.1.4. Türkiye'nin T/M Endüstrisindeki Yeri.....	12
2.1.5. Toz Metalürjisinin Endüstrideki Önemi ve Getirdiği Avantajlar	14
2.1.6. Toz Metalürjisinin Diğer Üretim Yöntemlerine Göre Faydaları.....	15
2.2. Demir Alüminitler	16
2.2.1. Demir Alüminitlerin Tarihsel Gelişimi	16
2.2.2. Demir Alüminitlerde Faz Kararlılığı	19
2.2.3. Fe ₃ Al (DO ₃) Alaşımları	19
2.2.4. FeAl (B ₂) Alaşımları.....	21
2.2.5. FeAl ve Fe ₃ Al Alaşımlarında Çevresel Etkiler.....	23
2.3. Titanyumun Temel Özellikleri	28
2.4. Sinterleme Tanımı Ve Mekanizmaları	33
2.4.1. Sinterleme	33
2.4.2. Katı Hal Sinterlemesi.....	34
2.4.3. Sıvı Faz Sinterlemesi	36
2.4.4. Sinterlemeyi Etkileyen Parametreler	38

2.5. Mikrodalga Sinterleme Ve Kullanım Alanları	40
2.5.1. Mikrodalga nedir?.....	40
2.5.2. Mikrodalga Fırınlar	41
2.5.3. Mikrodalga Sinterlemenin Uygulama Alanları	42
2.5.3.1. Metalürji Alanındaki Kullanım İmkânları	42
2.5.3.2. Kimya Alanındaki Kullanım İmkânları	42
2.5.4. Normal Fırınları İle Mikrodalga Fırınlar Arasındaki Farklılık	43
2.5.5. Endüstriyel, Bilimsel ve Tıbbi (I.S.M.) Kullanım Frekansları	44
2.5.6. Mikrodalga Sistemlerin Endüstrideki Yeri ve Önemi	45
3. MATERYAL METOT	46
3.1. Alaşım Tozlarının Belirlenmesi.....	46
3.2. Numunelerin Hazırlanması	46
3.3. Deneysel Çalışmaların Analizi	47
3.4.Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar ve Yapılan İşlemler	48
3.4.1. Şekillendirme (Presleme).....	48
3.4.2. Şekillendirilmiş (Preslenmiş) Tozların Sinterlenmesi	49
3.4.3. SEM ve XRD Analizi	50
3.4.4. Basma Test Cihazı	50
3.4.5. Mikrosertlik Cihazı	50
4. BULGULAR	51
4.1. Fe ₂ TiAl İntermetalığının Fiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi	51
4.2. Mikro Yapı ve SEM Analizi.....	53
4.3. XRD Analizi	63
4.4. Basma Testi	64
4.5. Sertlik Testi.....	65
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	66
5.1.Sonuçlar	66
5.2. Öneriler	69
6. KAYNAKLAR.....	70
7. ÖZGEÇMİŞ.....	73

ÖZET

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE DEMİR ALÜMİNATLARIN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fe, Ti, Al tozları elementel toz karıştırma yöntemini kullanarak, değişik oranlarda karıştırılarak hazırlandı. Karışım tozları çelik kalıp içerisinde döküldükten sonra 400 MPa basınç kullanılarak preslenmiştir. Presleme sonrası 12 adet Fe₂TiAl numunesi elde edilmiştir. Hazırlanan numuneler Fe₂TiAl 2.45 Ghz frekansta 500 °C de 30 Dk, 60 Dk, 90 Dk 600 °C de 30 Dk, 60 Dk, 90 Dk, 700 °C de 30 Dk, 60 Dk, 90 Dk, 800 °C de 30 Dk, 60 Dk, 90 Dk argon gazı altında mikrodalga fırın içerisinde sinterlenmiştir. Numuneler sinterleme işlemi öncesinde ve sonrasında ağırlığı ve ebatları ölçülmüştür. Elde edilen numunelerin basma mukavemeti instron çekme-basma cihazında basma deneyi ile belirlenmiştir. Numuneler ayrıca XRD ve metalografik analize tabi tutularak SEM, optik mikroskop fotoğrafları çekilmiştir.

Fe₂TiAl intermetalığının metalografik 500 °C de sinterlenen numunelerde en iyi basma dayanıma (6.031N/mm²) sahip oldukları, 500 °C de sinterlenen numunelerin ise en iyi sertlik değerlerine (134.14 HV) sahip oldukları görülmüştür. 800 °C de sinterlemenin gerçekleşmediği gözlenmiştir. SEM ve XRD sonuçlarına göre ise matris fazını Al' nin oluşturduğu görülmekte, Fe-Ti tozları sinterlenmiş bir biçimde homojen bir dağılım göstermektedir. XRD sonucunda FeTi, AlTi, Ti₃Al, Fe₃Al, FeAl fazlarına rastlanmıştır.

Anahtar Kelimeler

2008, 84 Sayfa Toz metalürjisi, Sinterleme, SEM, XRD, Fe₂TiAl Alaşımı, Mikrodalga Fırın

ABSTRACT

PRODUCEIN IRON ALMINATE AND CARATERISTIC PROPERTIONS BY USING POWDER METALLURGY METHOD

Afyon Kocatepe University,
Institute for the Natural and Applied Sciences

Fe,Ti,Al powders were produced by elementel powder mixing method in steel die compressed with single-acting pressing at 400 MPa. As a result 12 Fe₂TiAl test semples were determined. Test samples, Fe₂TiAl were sintered in a 2.45 Ghz at 500 °C for ½ h, 1 h, 1,5 h 600 °C for ½ h, 1 h, 1.5 h, 700 °C for ½ h, 1 h, 1.5 h, 800 °C for ½ h, 1 h, 1.5 h in argon protected microdalga furnace. To change in the densities of products before and after sintering, bending strength, microhandness, are determined by the conducted experiments in the instron draw device. Microstructure examinations, SEM – XRD and optical microscope is done and photographed.

As a result, in metallographic studies in Fe₂TiAl test samples (6.031N/mm²) which were sintered at 500 °C showed the highest strength at in (134.14 HV) Fe₂TiAl test samples which were sintered at 500 °C has maximum endurance strength. Also the Fe₂TiAl test samples which were sintered 800 °C were burned so we couldn't get any result. Matrix phase Al were observer by SEM and XRD results and sintered Ti- Fe powders were developed as homogeneous around Al matrix phase. FeTi, AlTi, Ti₃Al, Fe₃Al, FeAlalloys were observed in some region of Fe₂TiAl.

KEYWORDS:

2008, 84 Page Powder Metallurgy, Sintering, SEM, XRD, Fe₂TiAl Alloys, Microdalga Furnace

TEŞEKKÜR

Hazırlamış olduğum tez çalışmasının başlangıcından bu güne kadar beni yönlendiren ve yardımını hiç esirgemeyen değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL'a, Deneysel çalışmaların yapılmasında benimle değerli bilgilerini paylaşan Öğrt. Gör. Mehmet ÇAKMAKKAYA hocama da, bu çalışmadaki emekleri için teşekkür ederim. Ayrıca deneyin yapımı aşamasında atölyede çalışma imkânı sunan Metal Eğitimi Bölüm Başkanlığına, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü hocalarına ve çalışanlarına, bu güne kadar yetişmemde büyük emekleri olan aileme ve bana emeği geçen herkese teşekkürü bir borç bilirim.

İsmail GÜNGÖREN
AFYONKARAHİSAR, Ekim 2008

SİMGELER VE KISATMALAR DİZİNİ

1. SİMGELER

α	Alfa
β	Beta
Fe	Demir
Ti	Titanyum
Al	Alüminyum
Ni	Nikel
V	Vanadyum
Ta	Tantalyum
Na	Sodyum
Ca	Kalsiyumun
Mg	Magnezyum

2. KISALTMALAR

T/M	Toz metalürjisi
PIM	Toz enjeksiyon kalıplama
MIM	Metal enjeksiyon kalıplama
SLS	Lazer sinterleme sistemi
HIP	Sıcak izostatik sıkıştırma
CIP	Soğuk izostatik sıkıştırma
MMK	Metal matris kompozit
HMK	Hacim merkezli kübik
YMK	Yüzey merkezli kübik
HSP	Hegzagonal sıkı paket
ITU	Uluslararası haberleşme birliği
ISM	Endüstriyel, Bilimsel, Tıbbi
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
XRD	X ışınları difraksiyonu

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Toz metalürjisi proseslerinin şematik gösterimi.	5
Şekil 2.2. Demir tozlarının kullanım alanları.	7
Şekil 2.3. Hansen Veanderko'nun önerdiği demir-alüminyum faz diyagramı	16
Şekil 2.4. Yenilenmiş demir-alüminyum faz diyagramı.	17
Şekil 2.5. Demir-Alüminyum için önerilen faz diyagramı	18
Şekil 2.6. Demir-Alüminyum faz diyagramı	18
Şekil 2.7. Demir-alüminyum faz diyagramı.	20
Şekil 2.8. Fe ₃ Al alaşımlarının DO ₃ kristal yapısı.	21
Şekil 2.9. İkili ve karbonlu alaşımlarda mikro sertlik profili ve kalınlık yönelimi	25
Şekil 2.10. Borlu ve borsuz FeAl alaşımlarında, alüminyum konsantrasyonu ve uzama	25
Şekil 2.11. Çeşitli ortamlarda b ilaveli FeAl alaşımlarının alüminyum konsantrasyonu ile uzamanın değişimi.	26
Şekil 2.12. Ti alaşımlarının Al ve V içeriğine göre faz dönüşümleri	30
Şekil 2.13. Yavaş soğuma sonrası oluşmuş tipik Widmanstätten yapı	30
Şekil 2.14. Kaba taneli dönüşmüş β fazından oluşan iğnemsiz α yapı	31
Şekil 2.15. Şematik olarak sinterleme sistemi	33
Şekil 2.16. Sinterleme prosesi haritası ve kilit proses parametrelerinin alt bölümleri ...	33
Şekil 2.17. Nikel tozunun sinterlenmesi sırasında boyun oluşumunun ilk safhaları	35
Şekil 2.18. Katı hal sinterlenmesi aşamaları	36
Şekil 2.19 Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları	37
Şekil 3.1. Deneysel çalışmalar akım şeması	47
Şekil 3.2 Hidrolik pres	48
Şekil 3.3. a) Şekillendirme (Presleme) kalıbı	48
Şekil 3.4. Mikrodalga fırın	49
Şekil 4.1. a) 500 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	54
Şekil 4.1. b) 500 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	54

Şekil 4.2. a) 500 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	55
Şekil 4.2. b) 500 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	55
Şekil 4.3. a) 500 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	56
Şekil 4.3. b) 500 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	56
Şekil 4.4. a) 600 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	57
Şekil 4.4. b) 600 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	57
Şekil 4.5. a) 600 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	58
Şekil 4.5. b) 600 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	58
Şekil 4.6. a) 600 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	59
Şekil 4.6. b) 600 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	59
Şekil 4.7. a) 700 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	60
Şekil 4.7. b) 700 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	60
Şekil 4.8. a) 700 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	61
Şekil 4.8. b) 700 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	61
Şekil 4.9. a) 700 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapısı	62
Şekil 4.9. b) 700 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe ₂ TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi	62
Şekil 4.10. a) %60 Fe+%25.5 Ti+%14.5 Al intermetalığının XRD analizi	63
Şekil 4.10. b) %60 Fe+%25.5 Ti+%14.5 Al intermetalığının XRD analizi	63

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1. Titanyumun element olarak mekanik özellikleri tablosu	29
Çizelge 2.2. Ti alaşımlarında bazı özelliklerinin mikro yapı dönüşümü.....	31
Çizelge 2.3. α , α/β , β alaşımlarının bazı özellikleri	32
Çizelge 2.4. Klasik Sinterleme Aşamaları.....	34
Çizelge 2.5. Sinterleme prosesini etkileyen faktörler ve etkileri.....	39
Çizelge 3.1 Fe ₂ TiAl alaşımını oluşturan tozların kimyasal özellikleri.....	46
Çizelge 3.2. Fe ₂ TiAl alaşımının sinterleme parametreleri	49
Çizelge 4.1. a) Fe ₂ TiAl intermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikler	51
Çizelge 4.1. b) Fe ₂ TiAl intermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikleri	52
Çizelge 4.1. c) Fe ₂ TiAl intermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikleri	52
Çizelge 4.2. Fe ₂ TiAl intermetalığının basma deneyi test sonuçları	64
Çizelge 4.3. Fe ₂ TiAl intermetalığının sertlik testi sonuçları	65

1.GİRİŞ

Günümüzün vazgeçilmez bir parçası olan toz metalürjisi (T/M) ürünleri hayatımızın birçok yerinde karşımıza çıkmaktadır. Yaşantımızda karşımıza çıkan bu materyallerin kullanım süresini artırmak, maliyetini düşürmek, mukavemetlerini artırmak için birçok çalışma yapılmaktadır. Hatta büyük ekonomisi olan ülkeler son yıllarda yatırımını bu sektöre yöneltmişlerdir. Fe, Al ve Ti gibi pahalı alaşım sistemlerinin malzeme kaybı olmaksızın imal edilebilmesi ve standartlara uygun kimyasal kompozisyona sahip tozlardan “Toz Metalürjisi Yöntemi” kullanılarak yapılan imalatla, maliyetin düşürülmesi hedeflenmiştir. Bu nedenle, bu alandaki çoğu bilimsel araştırma toz metalürjisi yöntemin Ti esaslı imalatında kullanılabilirliği üzerine yoğunlaşmaktadır.

Toz metalürjisi (T/M), katı durumda endüstriyel parça imal etmek için ince toz tanelerinin üretimi ve bu toz tanelerinin birleştirilmesi olarak tanımlanabilir. Uzun zamandır T/M teknolojisi, demir, bakır ve nikel esaslı malzemelerin sıklıkla kullanıldığı bir sektör iken, bugün Titanyum (Ti), Tantalum (Ta), Vanadyum (V) gibi değişik metal tozların üretilebildiği ve bu tozlardan da endüstriyel parça üretilebilir bir sektör haline gelmiştir. Titanyum döküm-ingot metalürjisinde oluşan malzeme hataları (gözenek) işleme zorlukları ve alaşımlandırma limitleri uzay-uçak, deniz altı ve biyo malzeme gibi modern malzeme teknolojisindeki özel uygulamalarda bazen yetersiz kalmaktadır. Hemen hemen hiç ikincil operasyona ihtiyaç olmadan parça imal etme imkânını veren ileri toz metal teknolojileri, T/M tekniğinin endüstriyel kullanım yelpazesini genişletmiştir. Araştırmalar neticesinde konvansiyonel T/M tekniği ile imal edilen yapısal parçalarda oluşan istenmeyen gözenekler mümkün olduğu kadar ortadan kaldırılması için toz enjeksiyon kalıplama (PIM), metal enjeksiyon kalıplama (MIM), lazer sinterleme sistemi (SLS), sıcak-soğuk izo statik sıkıştırma (CIP-HIP) ve metal matris kompozit (MMK) gibi ileri toz metal teknolojilerinin kullanılması önerilmektedir. Bu sayede, havacılık sanayinde Ti gibi pahalı tozlardan malzeme israfı olmadan yapısal parça imalatının gerçekleştirilmesi, uygun mekanik ve fiziksel özelliklere (gözenekli veya yoğun yapı) sahip yapılar imal edilebilmesi için, Ti toz metalürjisini vazgeçilmez hale getirmiştir (Froes vb 1985).

Bu çalışmada; Fe₂TiAl intermetalığının, bildik yöntemlerin dışına çıkılarak toz metalürjisinde uygulanan sinterleme tekniklerinden yeni bir metot olan mikrodalga sinterleme tekniğini kullanımı ile üretim gerçekleştirilmiştir. Tabii ki amaç üretilen intermetalığın kısa sürede az enerji kullanılarak istenilen özelliklerde olmasıdır. Dolayısıyla yapılan deneysel çalışmalar literatürde bildik yöntemlerle üretilen Fe₂TiAl intermetalığı ile kıyaslanarak kullanılan bu tekniğin avantajlarını araştırmacılara sunmak olmuştur.

Yapılan deneysel çalışmalar sonuçlanarak Fe₂TiAl intermetalığının 600 ve 700 °C de mikrodalga sinterleme yapılabildiği gözlenirken 800 °C sinterlemenin gerçekleşmediği tespit edilmiştir. Ayrıca mekaniksel özellikler incelendiğinde de yine bu sıcaklıklarda elde edilen alaşımların mukavemetli ve sert olduğu dikkat çekmiştir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1.Toz Metalürjisi

2.1.1. Toz Metalürjisine Genel Bir Bakış

Geleneksel Toz Metalürjisi (T/M) proseslerini farklı şekillerde modifiye ederek yüksek performanslı ürün elde etmek mümkündür. Bu modifikasyonlardan başlıcası ve en çok kullanılanı ise başlangıç tozlarının uygun seçilmesi veya sinterleme esnasında uygun sinterleme şartlarının oluşturulmasıdır. T/M ürünü demir esaslı parçalarda kullanılan temel toz bileşenleri genellikle bakır, nikel, alüminyum, molibden ve karbondur. Bu tozların farklı farklı veya aynı anda değişik oranlarda kullanılması mikro yapısal ve mekanik özellikleri değiştirir.

Toz metalürjisi prosesleri kullanılarak üretilen tüm yapısal parçalarda %100 teorik yoğunluklara erişilmek istenir. İstenilen bu değerlere ulaşmak başlangıç toz özelliklerine, kullanılan proses parametrelerine ve en çok da kullanılan sinterleme koşullarına bağlıdır. Tüm koşullar ne kadar ideal olursa olsun uygun seçilmeyen sinterleme parametreleri düşük teorik yoğunluklu parçalar sunar. Yüksek teorik yoğunluklu parçaların elde edilmesinde en çok kullanılan sinterleme tekniği sıvı faz sinterleme tekniğidir. Bu teknikte yüksek teorik yoğunluklu ve buna bağlı olarak üstün mühendislik özelliklere ulaşan parçalar elde edilebilir. Başlangıç tozları içerisine katılan düşük miktardaki ilaveler, sinterleme esnasında yapı içerisinde sıvı faz oluşturarak sinterleme mekanizmasını hızlandırır. Oluşan sıvı faz yapıyı daha sıkı hale getirerek yoğunluk değerlerinin artmasına sebep olur. Yapı içerisinde oluşan sıvı faz sadece yoğunluk değerlerini arttırmaz aynı zamanda da sıvı fazın karakteristiğine bağlı olarak parçanın mühendislik özellikleri farklılık gösterir (Madan 1990, Madan 1991).

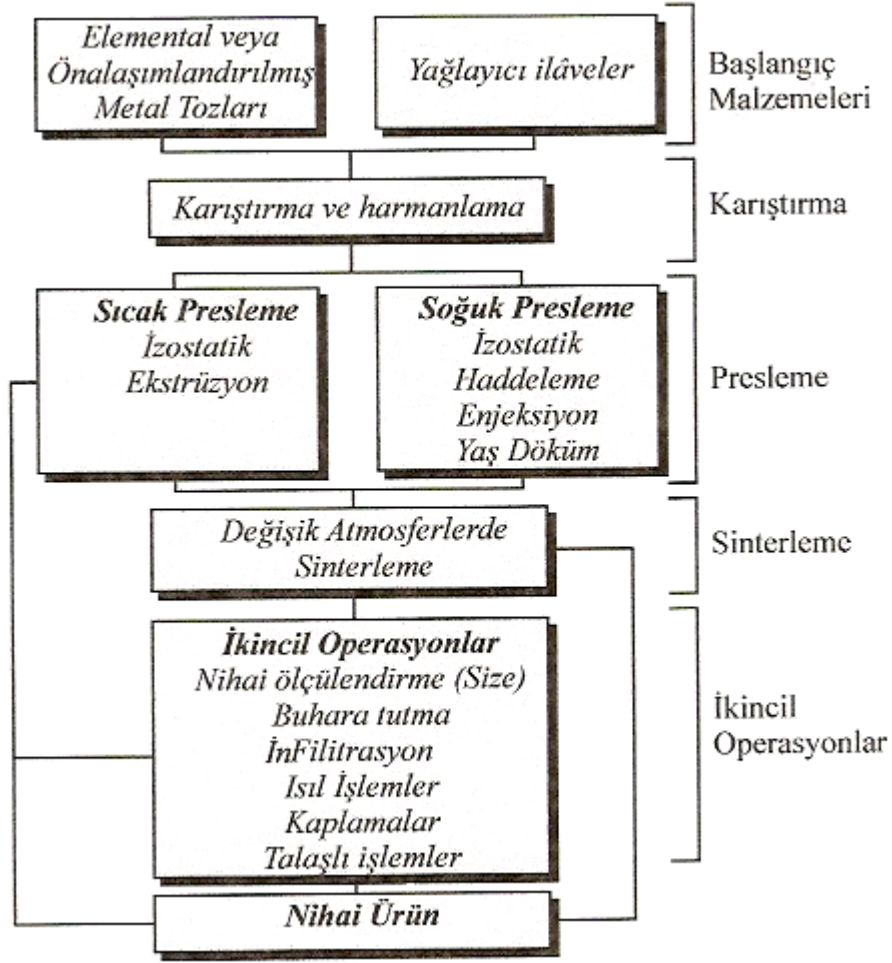
Toz metalürjisi T/M üretim süreçleri, genel anlamda düşünüldüğünde, oldukça geniş bir alanı kapsamaktadır. Sırasıyla bu süreçler:

- Toz hazırlama,
- Presleme ve/veya kalıplama,
- Ön sinterleme,

- Sinterleme,
- İkincil operasyonlar (ısıtım işlem, mekanik işlem)

gibi sinterleme sonrası işlemlerdir. Şekil 2.1' de toz metalürjisi prosesleri basamaklar halinde görülmektedir (Bradbury 1986).

Bu süreçlerdeki her bir aşama, ilişkin alt yöntem ve mekanizmalarla ayrılmaktadır. Toz hazırlama aşamasında atomizasyon, kimyasal, elektrokimyasal ve mekanik yöntemlerle üretilen elemen tel veya ön alaşımlandırılmış metal tozları, istenilen alaşım biçimine göre homojen bir karışım oluşturacak şekilde değişik karıştırıcılarda karıştırılır. Son yıllarda geliştirilen ve sonuç özellikleri bakımından avantaj sağlayan “mekanik alaşımlandırma” da toz hazırlama aşamasında değerlendirilir. Yüksek devirli öğütücülerde gerçekleştirilen mekanik alaşımlama sonucunda farklı elemen tel metallerin tek bir toz tanesinin, kompozit bir yapı oluşturacak şekilde, dağılımı sağlanır. Başlangıç tozlarının, tane boyutu, şekli, yapısı, kimyasal bileşim, akıcılık, preslenebilirlik ve görünür yoğunluk gibi özellikleri sonuç özellikler üzerinde direkt etkilidir. İstenilen nitelikte homojen olarak karıştırılmış tozların, istenen ürünün şeklini alacak şekilde, preslenmesi gerekir. Bu işlem için, tek yönlü preslerde soğuk veya sıcak presleme, soğuk veya sıcak izostatik presleme, enjeksiyonla kalıplama, haddeleme, ekstrüzyon gibi şekil verme yöntemleri kullanılır. Şekil verme amacıyla uygulanan basma gerilmeleri tozlar aracılığıyla ve basma yönünde iletildiği için şekillendirme yönteminin seçimi ve kalıp tasarımı çok önemlidir. Amaç, bu gerilmelerin, tüm ürün içinde homojen olarak yayılması ve farklı kesitlerde gerilim farklarının oluşmasına izin vermemektir. Aynı şekilde, preslenen numunelerin sinter fırınına taşınımı ve sinterleme aşamasında şekillerini koruyabilmeleri için yeterli miktarda presleme sonrası, dayanıma sahip olmalarında istenir. İstenilen presleme sonrası dayanımın sağlanması için presleme basıncının yeterli olması ve başlangıç toz karışımına organik veya metalik stearatlar, paratin, polivinil alkol gibi bağlayıcıların eklenmesi gerekir. Presleme kalıplarından presleme sonrası ürünün çıkarılması aşamasında ürün şeklinin bozulmaması da çok önemlidir. Özellikle rijit kalıplarda ortaya çıkan bu problem toz karışımına toz halde grafit gibi yağlayıcıların ilavesi veya kalıp yüzeylerin uygun yağlayıcılarla yağlanması şeklinde giderilir (Gülsoy 1999).



Şekil 2.1. Toz metalürjisi proseslerinin şematik gösterimi (Gülsoy 1999).

Presleme yöntemleri içerisinde en iyi sonuç özellikleri sağlayan soğuk ve sıcak izostatik presleme yöntemi olmakla birlikte, bu yöntemlerin ilk yatırım maliyeti yüksek ve işlem süresi uzun olduğu için uygulaması sınırlıdır. Preslenen numuneler yeterli derecede ham dayanıma sahip değilse bir sonraki aşama olan ön sinterlemeyle dayanımlarının artırılması gerekir. Yeterli derecede dayanıma sahip preslenmiş ve ön sinterlenmiş numunelerin istenilen yoğunluğa ve mukavemete ulaşabilmeleri için sinterlenmeleri gerekir. Yoğunluktaki gerçek artış ve mikro yapısal gelişim bu aşamada gelişir ve ürünün sonuç özellikleri üzerinde bu aşamanın çok büyük etkisi vardır.

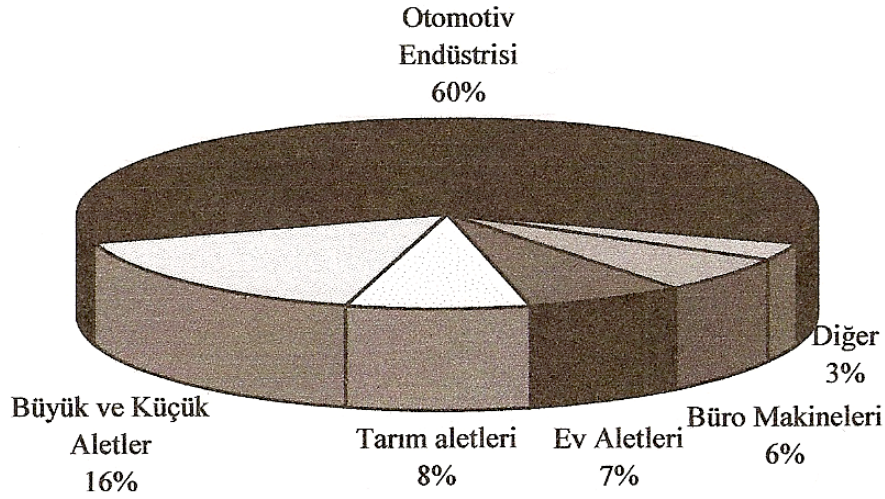
Sinterlenmiş üründen beklenen özellikler sinterleme sonrasında gerçekleştirilen ikincil operasyonlarla arttırılabilir. Sinterleme esnasında meydana gelen distorsiyonlar neticesinde mamul ürünün ölçüleri toleranslar dâhilinde olmayabilir. Bu bakımdan sinterlenmiş mamul üzerine uygulanan ikincil operasyonla nihai ölçüler elde edilebilir. Bu işlem genellikle değişik türdeki preslerde gerçekleştirilir. “ Sizing” denilen bu işlemin hem nihai ölçülerin elde edilmesinde hem de ürünün mukavemet kazanmasında rolü büyüktür. İkincil operasyonlardan bir diğeri ise buhara tutma işlemidir. Bu işlemde sinterlenmiş ürün belli sıcaklık aralığında su buharına tutularak yüzeyden belli bir mesafe derinlikte oksit tabakaları oluşturulur. Oluşan bu oksit tabakaları aşınma başta olmak üzere birçok mekanik özellikleri iyileştirir. Bir diğeri ikincil operasyon türü ise infiltrasyon işlemidir. Bu işlem daha ziyade kendinden yağlamalı yatak sistemlerinde kullanılmaktadır. İkincil operasyonların en önemlileri ise ısıl işlem uygulamalarıdır. Bu uygulamalarda çeliklere uygulanan tipik ısıl işlemler farklı tarzlarda uygulanabilir. Pek azda olsa sinterlenmiş ürünler üzerine değişik kaplamalar ve talaşlı işlemler uygulanabilir. Tüm bu ikincil operasyonlar demir esaslı toz metalürjisi ürünleri üzerine geniş miktarlarda tatbik edilmektedir (Gülsoy 1999).

Hacmin küçük olduğu ve fiyatın ikinci derecede önemli olduğu nükleer ve havacılık endüstrisinde, mühendislik parçalarının üretiminde üstün özellikli parçalar üretmek için modern işlemler ve süper saflıkta tozlar gerekmektedir. Herhangi bir üretim yönteminde üretim ekonomikliğı hayati önem taşır. T/M yöntemleri diğeri rakip yöntemlerden sadece fiyat ve teknik yönden avantajlı olduğu zaman düşünülebilir. Toz metalürjisi endüstrisi dünyanın önemli gelişmiş ülkelerinde kullanılmakta ve mamulleri endüstrinin geniş alanlarında yaygınlaşarak kullanılmaktadır. Toz metalürjisi teknikleri endüstrinin her alanına girmiş durumdadır.

T/M ürünü demir esaslı ürünler endüstrinin birçok dalında geniş hacimlerde kullanılmaktadır. Bilhassa diğeri T/M ürünlerine göre daha üstün özellikler sahip olması kullanımını yaygınlaştırmaktadır. Otomotiv parçaları, el aletleri, çiftlik aletleri, büro malzemeleri ve havacılık alanında (fonksiyonel olmayan parçalar), askeri alanlarda demir esaslı T/M parçaları vazgeçilmez malzemelerdendir.

Günümüzde toz metalürjisi ile üretilen ürünler çok değişik alanlarda kullanılmaktadır. En çok kullanıldığı alan % 60'la otomotiv endüstrisidir. Bunu % 16 ile büyük ve küçük el aletleri, %8 ile tarım aletleri, % 7 ile madeni eşyalar ve % 6 ile büro makineleri takip etmektedir. Bu verilere göre kullanım alanları ve yüzde hacimleri şekil 2.2'de grafik halinde karşılaştırılmıştır. Demir tozlarının diğer tozlarla birlikte kullanılması (nikel, alüminyum, fosfor, bakır, polimerler) bu parçaları daha da stratejik duruma getirmektedir.

Otomotiv endüstrisinde kullanılan şaft millerinin bazı aksamı dahi ileri T/M prosesleri kullanılarak demir esaslı toz karışımlarından üretilebilmektedir. T/M endüstrisi içerisinde demir esaslı parçalar diğer T/M parçalarına göre, kullanım hacmi açısından değerlendirildiğinde demir esaslı parçaların üstünlüğü görülmektedir. Şekil 2.2' de kıyaslanmış olarak grafik halinde bu karşılaştırma görülmektedir (Gülsoy 1999).



Şekil 2.2. Demir tozlarının kullanım alanları (Gülsoy 1999).

2.1.2.Toz Metalürjisi

Toz metalürjisinin amacı metal, seramik ve metal esaslı alaşım tozların ergitmeden, basınç ve sıcaklık yardımıyla, dayanıklı cisimler haline getirmektir. Sinterleme denilen bu işlem, ergitmenin yerini tutmakta ve kullanılan metal tozunun ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir. Eğer değişik metal tozlarından oluşan bir toz karışımı kullanılıyorsa, sinterleme işlemi bu tozlardan en yüksek ergime sıcaklığına sahip olan tozun ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta yapılır. Geleneksel toz metalürjisi üretim süreçlerini üç aşamada özetleyebiliriz. Bunlar:

- a) Tozların hazırlanması ve karıştırılması,
- b) Tozların ön şekillendirilmesi
- c) Ön şekillendirilmiş numunelerin sinterlenmesidir.

Metal tozlarının üretim yöntemleri ile ürünün mikro yapısı, şekli ve boyutu arasında bir ilişki vardır. Metal tozlarının üretim yöntemlerini atomizasyon, kimyasal, elektroliz ve mekanik yöntemler olarak özetleyebiliriz. Atomizasyon yöntemi ile küresel şekilli tozlar üretilir. Bunların yüzeyleri düz ve muntazam (karbonil demir, çinko, kurşun gibi) olabileceği gibi, pütürlü de olabilir (alüminyum, demir gibi). Kimyasal yöntemle ise karmaşık şekilli tozlar üretilir. Bu toz partiküllerinin sünger şeklinde bir yapıları vardır. Bu tozlara elektron mikroskopunda bakıldığında, kaktüs şeklinde bir görünümü andırırlar. Elektroliz yöntemi ile dendiritik şekilli tozlar üretilir. Mekanik yöntemle ise lamel şeklinde tozlar üretilir. Lamel şeklindeki tozların kenarları düzensiz ve dantelli olup, genişlik ve uzunlukları genellikle kalınlıklarından daha büyüktür. İstenilen bileşimi oluşturacak olan toz karışım bileşimi yukarıdaki bilgiler ışığında seçilerek, belirli oranlarda karıştırılır. Karıştırmanın amacı tüm toz kütlesi içerisinde homojen bir yapının oluşmasını sağlamaktır. Karıştırma işlemi V tipi ya da ekstrantrik karıştırıcılarda ya da atritörlerde yapılabildiği gibi, ön alaşımlandırma ve mikro yapısal homojenleştirme isteniyorsa yüksek hızlı top değirmenleri kullanılarak da yapılabilir. Karıştırılan tozlar, üretilmesi istenilen parçanın şeklini verecek şekilde ön şekillendirilir. Ön şekillendirme işlemi oda sıcaklığında tek yönlü ya da çift yönlü mekanik ya da hidrolik preslerde yapılabileceği gibi soğuk ya da sıcak izostatik preslerde de gerçekleştirilebilir.

Ön şekillendirme işleminin diğer amaçları ise şunlardır:

- Sinterleme sonrası oluşacak boyutsal değişimi düşünerek, üretilecek ürün boyutuna en yakın boyuta ulaşmak.
- İstenilen düzeyde ve türdeki gözeneği elde etmek.
- Taşıma işlemleri için gerekli olan yeterli dayanımı elde etmek.

Ön şekillendirme sırasında metal tozlarında iki temel işlem gerçekleşir:

1-Parçacıkların hacimsel hareketi, 2- Parçacıkların deformasyonu ve kırılması.

Parçacıkların hacimsel hareketi ve yeniden düzenlenmesi metal tozlarının daha iyi bir şekilde paketlenmesine neden olacaktır. Ön şekil verilmiş metal tozlarının yoğunluğu yaş yoğunluk olarak adlandırılır. Yaş yoğunluk değeri; artan şekillendirme basıncı, azalan şekillendirme basınç hızı, artan tane boyutu, azalan sertlik ve partikül dayanımı ile artmaktadır. Ön şekil verilmiş malzeme içerisinde bir yoğunluk farklılığı oluşmaktadır. Bu yoğunluk farklılığı ön şekil verilmiş malzeme içerisindeki gerilim değişiminden, kalıp çeperleri ile metal tozları arasındaki sürtünme sonucu oluşur. Böyle bir gerilme dağılımı hem tane hareketine, hem de tanelerin deformasyonuna etki eder. Gerçek yoğunluk dağılımı kesitin sertliğinin ölçülmesi ile belirlenebilir. Ayrıca yaş yoğunluk dağılımı, ön şekil verilmiş malzemenin yüksekliği ile çapı arasındaki orana da bağlıdır. Eğer yükseklik / çap oranı azalır, yoğunluk değişimi en aza indirgenir. Bu oran 0,5'den daha küçük ise çok iyi bir yoğunluk dağılımı elde edilir. Eğer yükseklik / çap oranı 0.8 ile 1.7 arasında ise çok geniş bir aralıkta yoğunluk değişimi gözlemlenir. Özellikle ön şekillendirilmiş numunenin, alt kısmında çok düşük bir yoğunluk gözlemlenir. Az yoğun olan bölgeler sinterlemenin daha fazla etkisinde kalmaktadır ve bu bölgelerde daha fazla sinterleme çekmesi oluşur. Ayrıca toz karışımında, az miktarda bulunan bileşende benzer etkiyi gösterir. İki yönlü metal kalıpta presleme işlemi tek yönlü metal kalıpta presleme işlemine göre daha homojen bir yaş yoğunluk dağılımı verir. İzostatik presleme işleminde bu tür problemler gözlemlenmez. Uygulanan basınç çok homojen bir dağılım gösterdiği için yoğunluk dağılımı ve mekanik özellikler izotropiktir.

Sinterleme öncesi toz karışımının ön şekillendirilmesi gözenek sayısını azaltırken, partiküldeki dislokasyon sayısını artırır. Dislokasyon yoğunluğunun artması sinterlemenin ilk anlarındaki sinterleme hızını artırır. Dislokasyonlar numune içindeki boşluklarla karşılıklı etkileşime girerek kütle taşınımını arttırmaktadır. Gözeneklerden dışarı doğru yayılan boşlukların dislokasyonların etrafında toplanması durumunda, dislokasyon tırmanması gerçekleşir. Schatt dislokasyon tırmanmasının yoğunlaşma hızını arttırdığını belirtmiştir. Boşluklar dislokasyonlarda yok olmakta ve dislokasyonlar toplu olarak yeni bir kayma düzlemine doğru kaymaktadırlar (Hirschhorn 1969, German 1986, Bakan 1999).

Boyutsal değişimi ve sinter sonrası parça şeklini daha kolay tahmin edebilmek için sinterleme çekmesinin uniform olması arzu edilir. Sinterleme sırasında oluşan çekme yaş yoğunluk ile ters orantılı olarak değişir. Yani yaş yoğunluk arttıkça sinterleme sırasında oluşan çekme azalır. Bu nedenle yaş numunedeki yoğunluk gradyanı uniform olmayan çekmeye neden olmaktadır. Kalıp duvarı ile olan sürtünmeden dolayı oluşan yoğunluk gradyanı, sinterleme sonrası boyutsal gradyana dönüşmektedir. Bu istenmeyen durumların önlenmesi için tane boyutu büyük olan tozlar kullanılarak, yüksek basınç altında ön şekillendirme yapılır, yağlayıcı kullanılarak kalıp çeperleri ile olan sürtünme azaltılır. Ayrıca düşük bir sıcaklıkta ve kısa bir sinterleme süresinde sinterleme işlemi gerçekleştirilebilir. Fakat bu özelliklerin bazıları dayanım ve kalıp aşınması bakımından sakıncalı olabilir.

Toz metalürjisi üretim süreçlerindeki son aşama sinterlemedir. Ön şekil verilmiş metal tozları, mutlak ergime sıcaklığının yarısının üzerindeki bir sıcaklıklara ısıtıldıklarında aralarında sıkı bir bağ oluştururlar. Bu olay sinterleme olarak adlandırılır. Seçilen sinterleme sıcaklığı ve atmosferi sinterleme süreçlerini ve ürünün özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Sinterlenecek malzemeye bağlı olarak sinterleme atmosferlerinin şu özelliklere sahip olmaları gerekir.

- Oksitlenme, indirgenme, karbürizasyon, dekarbürizasyon, nitrasyon ve parçalanma (empürtelerin giderilmesini içeren) gibi kimyasal reaksiyonların oluşmasına olanak vermeyecek ya da kontrol edebilecek bir özelliğe sahip olmalıdır.

- Ana bileşenin ya da alaşım elementinin istenmeyen buharlaşmasını önleyecek bir özelliğe sahip olmalıdır.
- Sinterleme sırasında buharlaşması gereken katkıların (yağlayıcılar ya da enjeksiyonla kalıplamada kullanılan plastikleştiriciler gibi) ve bunların ürünlerinin sistemden uzaklaşmasını sağlamalıdır.
- Fırın içerisindeki ısı iletimini konveksiyonla (Yükselen sıcak hava) sağlamalıdır. Konveksiyonla ısı iletimi vakum sinterlemesinde mümkün değildir.

2.1.3. Toz Metalürjisinin Geleneksel Ve Yeni Uygulama Alanları

İmalat endüstrisinde kullanılan toz metalürjisi parçaları büyük ölçüde demir, çelik ve alaşımları, bakır ve bakır esaslı alaşımlar (pirinç, tunç ve nikel, gümüş), alüminyum, paslanmaz çelik, nikel, kalay esaslı tozlardan elde edilen alaşımlardır. Kalay kendiliğinden yağlamalı tunç yatakların imalatında ilave olarak kullanılmaktadır. Yine ilave bir element olarak kullanılan nikel ise, düşük alaşımlı nikel-çelik ve paslanmaz çelik parçalarda kullanılmaktadır. Dünya çapında üretilen tüm metalik tozlardan imal edilen sinter parçaların pazar paylarında en büyük kısmı % 86 ile demir-çelik esaslı sinter parçalar almaktadır. Demir esaslı ürünlerden sonra ikinci sırada %11 Pazar payı toplamı ile bakır ve bakır esaslı sinter parçalar, üçüncü sırada %1,4 ile paslanmaz çelik parçalar yer almakta ve bunları sırasıyla %0,6 ile kalay ve %0,5 ile alüminyum takip etmektedir.

Demir ve bakır esaslı tozlar toz metalürjisi uygulamalarının büyük bir kısmını teşkil etmesine rağmen tamamını oluşturmamaktadır. Metal esaslı tozların ve sinter parçaların veya başka bir deyişle toz metalürjisinin önemli uygulama alanları; uzay-havacılık, otomotiv, tarım ve gıda sektörü, ordu donatım, elektrik / elektronik ve manyetik, kimya mühendisliği, aşınma / sert metal/kaplama, tıp ve diş hekimliği, makine, beyaz eşya, işyeri, metalürji mühendisliği gibi alanlar olarak sıralanabilir.

Yukarıda belirtilen endüstriyel ve geleneksel uygulamaların yanı sıra, son 20 yıldan beri laboratuarda veya pilot ölçekli uygulamalar ve bu uygulamalar için geliştirilen yüksek performans malzemeleri de vardır. Her geçen gün bilimsel literatüre artan sayıda giren bu malzemeleri üretim tekniklerine ve kullandıkları yerlere göre sınıflandırmak mümkündür. Esasında toz metalürjisi çok disiplinli bir teknoloji olduğundan kaçınılmaz olarak bu sınıflandırmada malzeme ve üretim yöntemi birlikte değerlendirilir. Son

yıllardaki bilimsel çalışmaların ışığında, sağladığı malzeme ve uygulama çeşitliliği açısından bu yöntemlerin içerisinde en önemlileri olarak: **a)** Mekanik alaşımlama ile **b)** Gaz fazından nano ölçekli toz üretme yöntemini belirtmek mümkündür. Daha önce belirtildiği gibi, mekanik alaşımlama bir katı hal üretim ve sentezleme yöntemi olduğundan bu yöntemi kullanarak amorf tozlar, sentezlenmiş malzemeler ve dispersiyonla sertleştirilmiş toz bünyelerini geliştirir. Bu özelliklerinden ötürü mekanik alaşımlama süreçlerinin örneğin W esaslı ordu donatım malzemelerinin geleneksel üretim yöntemlerinden farklı olarak imalinden kesici takım uçlar için WC sentezlemesi, nadir toprak elementi katkılı kalıcı mıknatıs malzemesi üretmek ya da Ni esaslı süper alaşımların mikro yapılarını sabitlemeye kadar sınırsız sayıda laboratuvar veya üretim uygulaması bulunmuştur (Roll 1984, German 1996).

2.1.4. Türkiye'nin T/M Endüstrisindeki Yeri

Toz Metalürjisi ürünü malzemeler, özellikle nano kristalin boyutta olan tozlardan üretilenler, yüksek yoğunlukları ve kontrol edilebilir tane boyutlarıyla son dönemde klasik - metal üretme yöntemlerine ciddi alternatifler yaratmakta, özellikle Uzay Havacılık, Otomotiv, Tarım ve Gıda Sektörü, Ordu donatım, Elekletronik ve Manyetik, Kimya Mühendisliği Kaplama, Tıp ve Diş Hekimliği, Makine-Beyaz eşya ve Metalürji Mühendisliği gibi alanlarda uygulamaları artmaktadır. Elektrik sektöründeki bir uygulaması, elektrik devrelerini açıp kapayan ve akım taşıyan metal esaslı elektrik kontak malzemeleridir.

Dünya çapında üretilen tüm metalik tozlardan mamul sinter parçalarının pazar paylarında en büyük kısmı %86 ile demir-çelik esaslı sinter parçaları almaktadır. % 11 pazar payıyla bakır ve bakır esaslı sinter parçalar, %14 pazar payı ile de paslanmaz çelikler gelmektedir. Ayrıca T/M teknolojisi, üretimi son derece pahalı yüksek alaşımlı çelik üretiminde de bir dizi avantaj sağlamaktadır, bunlar; homojen ve ince taneli içyapı, üstün bileşenme özelliği ve geliştirilmiş kesme performansı gibi yüksek hız çeliklerine ve takım çeliklerine konvansiyonel ingot metalürjisiyle verilemeyen özelliklerin kazandırılmasıdır. Ayrıca klasik pres-sinterleme teknolojisi, ilave net boyut hassasiyeti sağlamaktadır. Aşınmaya dayanıklı çelik parçalar, T/M teknikleriyle %80-90 civarında

yoğunluklarda üretilebilmektedir. Yüksek sıcaklıkta sinterleme ise parçanın aşınmaya dayalı kırılma direncini arttırmaktadır.

T/M teknolojisi metallere uygulandığı kadar seramik ve kompozit malzemelere de başarıyla tatbik edilmektedir. Son zamanlarda nano kristalin ve hatta amorf toz malzemelerin şaşırtıcı ve çarpıcı özellikleri daha şimdiden bunların otomobil motor aksamında, kesici takımlarda, çok küçük filtre malzemelerinde, süper iletken tellerde ve fiber optik birleştirici parçalarda kullanılan diğer rakip malzemelerin diğer tür tozlardan mamul T/M ürünleri dahil yerini almalarını sağlamıştır (Coşar 1997, Metalhanbook 1998).

T/M teknolojisiyle üretilmiş parçalar Türkiye’ de hemen her endüstri dalında bir uygulama bulabilmiştir. Konvansiyonel metotlarla üretilmiş toz metal parçalar, kendinden yağlamalı yataklar, orta ve yüksek yoğunluklu mukavemet parçaları, debriyaj ve fren diskleri, elektrik kontak malzemeleri, yumuşak mıknatıslar, marş ve şarj dinamosu kömürleri, filtreler sayılabilir. Konvansiyonel üretimin en yaygın uygulaması otomobil endüstrisidir. Türkiye’ de T/M tozlarıyla üretim yapan 7, karbür tozlarından sert malzeme üreten de bir firma vardır. Toplam üretim yılda 1500 tondur. Bu rakam dünya bazında son derece küçüktür, bunun nedeni toz metal parça uygulamalarının daha çok gelişmiş ülkelerde bulunmasıdır. Türkiye toplam üretiminin %20’sini ihraç etmektedir ki bu da düşük bir rakamdır. 8 Milyon nüfuslu İsveç’in demir esaslı tozlar, soy gazla atomize olmuş yüksek alaşımlı tozlar, yüksek yoğunluklu T/M ürünü çelikler, HIP ve CIP ekipmanları gibi konularda dünyanın başta gelen ülkelerinden biri olması Türkiye’ye örnek olmalı, 2000’li yılların üretim teknolojisinin gerisinde kalınmamalıdır (Öveçoğlu 1997, Metalhanbook 1998).

2.1.5. Toz Metalürjisinin Endüstrideki Önemi ve Getirdiği Avantajlar

Kıymetli metaller ve demir esaslı alaşımların üretiminde:

Sünek ve refrakter malzemelerin yapımında (N, Mo, Ta, N.)

- Yüksek ergime sıcaklığı nedeniyle, ergitme ve döküm imkânsızlığı ve ergimiş metalde büyük çapta gaz erimesi.
- Refrakter metal ve fırın arasında arzu edilmeyen reaksiyonlar oluşur.

Sert refrakter malzemelerin tok metalsel bağlayıcılarla üretimi

- Tok metalsel bağlayıcı psödo-alaşım yapılarının elde edilmesi.
- WC gibi sıvı halde ayrışabilen karbürler.

Gözenekli malzemelerin elde edilmesi (Gözenekli yataklar, Filtreler, Diyaframlar)

- Ergitme veya döküm yoluyla eldesi imkânsız olan gözenekli yapılar.
- Hacim ve ölçüleri geniş limitler arasında değişmesi istenilen gözenekler.

Karakteristik özelliğini, alaşım içinde de koruyabilen malzemelerin alaşımlandırılması
W-Mo, Cu-Ag, kontak uçları, grafit, kömür, elmas gibi alaşımlar.

- Ergime noktası arasındaki büyük farklar.
- Bileşenlerin sıvı halde birbirlerini çözme imkânsızlığı.
- Yoğunluklar arasındaki büyük farklar.

2.1.6. Toz Metalürjisinin Diğer Üretim Yöntemlerine Göre Faydaları

a) Kıymetli metaller ve demir esaslı alaşımların üretiminde;

- Ergitme esnasında pisliklerin gaz absorpsiyonu veya pota malzemesinin reaksiyonu önlenerek üretimde limit saflık elde edilir.
- Mekanik ve fiziksel özellikler iyileşir.
- İstenilen alaşım terkipleri kolaylıkla yapılabilir.

b) Fe-Ni-Al ve kalıcı mıknatıslar, demir esaslı malzemelerle Ni-Mo ve de Co- W guruplarının oluşturduğu alaşımlar ile sıcaklığa dayanıklı Fe-Cr-Al alaşımların üretiminde ince yapı ve çekme mukavemeti iyidir. Bazı ölçüler dahilinde dövülebilme ve haddelene kabiliyeti yüksektir. Optimum malzeme sarfiyatı dolayısıyla iyi randıman verir.

Toz metalürjisinin genel avantajları;

- Büyük miktarda seri ve birbirine yakın parça üretimi.
- Çeşitli işleme operasyonlarının kaldırılması.
- Hassas toleranslarda çalışabilme imkanı.
- Yüzey kalite hassasiyeti.
- Hurda malzemenin asgariye inmesi.
- Kendinden yağlama.
- Kontrollü sürtünme özellikleri.
- Diğer metotlarla elde edilemeyen özellikler (Gözeneklilik, metal-seramik bileşimi gibi).

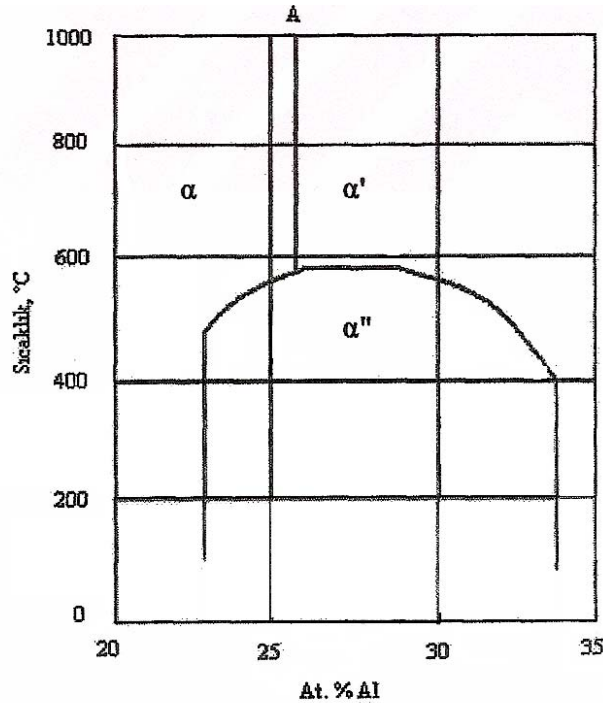
2.2. Demir Alüminitler

2.2.1. Demir Alüminitlerin Tarihsel Gelişimi

Demir alüminitlerin ilk çalışmaları 1924–1960 yılları arasında kristal yapı, faz diyagramları ve manyetik özellikler üzerine odaklanmıştır. Fe_3Al (DO_3) süper kafesin keşfine Albert Bradley özel önem vermiş ve Fe_3Al alaşımlarının sürünme davranışları inceleyerek, $FeAl$ ' in antifaz domain çalışmalarını yapmıştır.

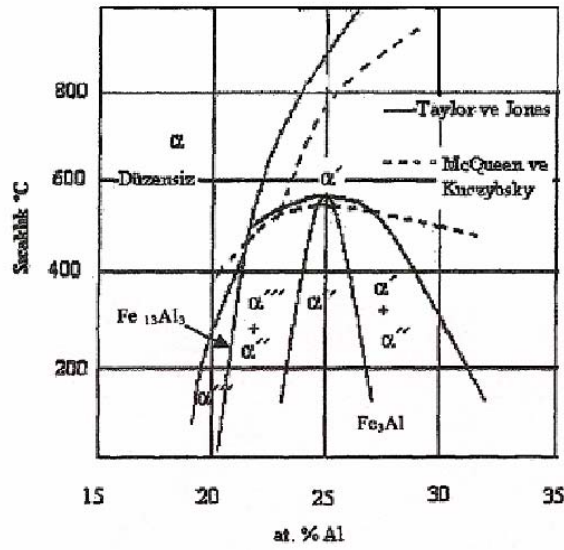
Bradley ve Jay' in demir alüminitlerin düzenlenme davranışları üzerindeki çalışmaları sonucunda, Fe_3Al düzenli yapısının 8 tane hacim merkezli kübik birim hücreden oluşan, büyük bir kübik hücreye sahip olduğunu göstermişlerdir.

Hansen ve Anderko, Bradley ve Jay' in çalışmalarını dikkate alarak, Şekil 2.3.' de görülen basit $FeAl$ faz diyagramını önermişlerdir.



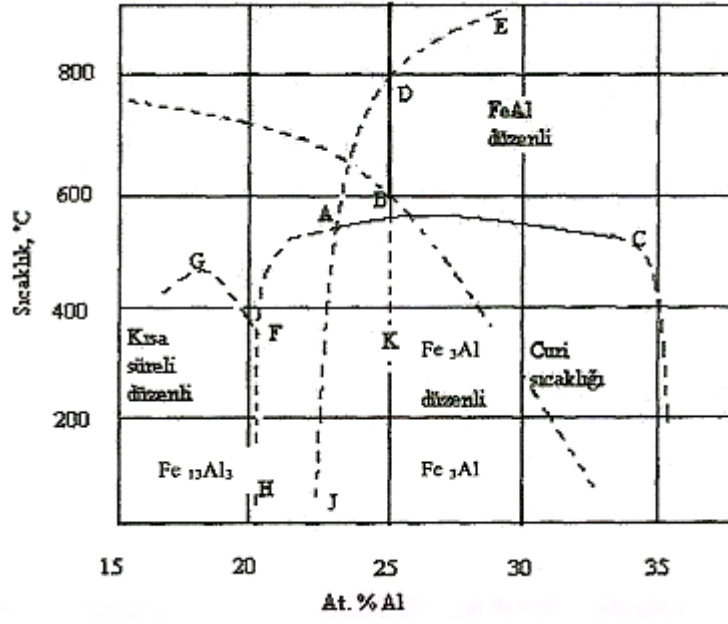
Şekil 2.3. Hansen Veanderko'nun önerdiği demir-alüminyum faz diyagramı (Deevi 1996).

Daha sonraki arařtırmacılar, Taylor, Jones, McQueen ve Kuczynski kafes parametresi ölçümü ve dilometre kullanarak daha karmařık bir faz diyagramı önermişlerdir (Şekil 2.4). Sonraki çalışmalarda Lawley ve Chan yüksek sıcaklıklarda XRD toz yöntemini kullanarak, farklı soğutma oranlarında sıcaklığın bir fonksiyonu olarak uzun oranlı düzenliliğin derecesi ölçmüşlerdir.

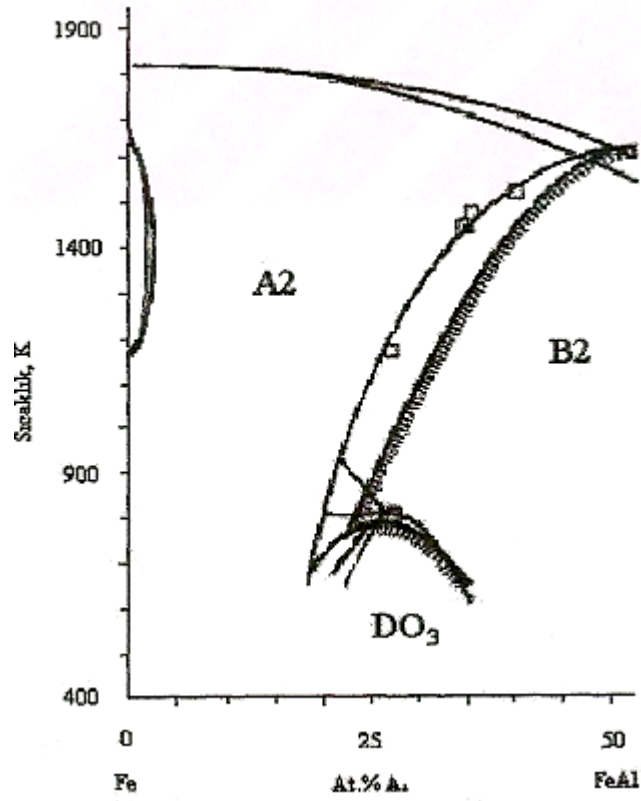


Şekil 2.4. Yenilenmiş demir-alüminyum faz diyagramı (Deevi 1996).

Bu oranlar, Fe₃Al (DO₃) süper kafes için düzenli parametreyle ilişkili olarak yakın değerlerde bulunmuştur. Yüksek sıcaklıklarda XRD ölçümlerinden çıkarılan faz diyagramı Şekil 2.5.'de gösterilmektedir. Inden ve Popperhorf tarafından Almanya'da yapılan son zamanlardaki çalışmalar detayları ile ilgi odağı olmuştur. Inden ve Popperhorf önceki faz diyagramlarını referans olarak almışlar ve etkileşim enerjisinden yararlanarak, teorik yaklaşım kullanmışlardır. Bu enerjiler, daha sonra çok az farklı bir faz diyagramı hesaplayan Colinet tarafından Fransa'da kullanılmıştır. Bu iki çalışma sonucunda elde edilen faz diyagramı Şekil 2.6.'da gösterilmiştir (Deevi 1996).



Şekil 2.5. Demir-Alüminyum için önerilen faz diyagramı (Deevi 1996).



Şekil 2.6. Demir-Alüminyum faz diyagramı (Deevi 1996).

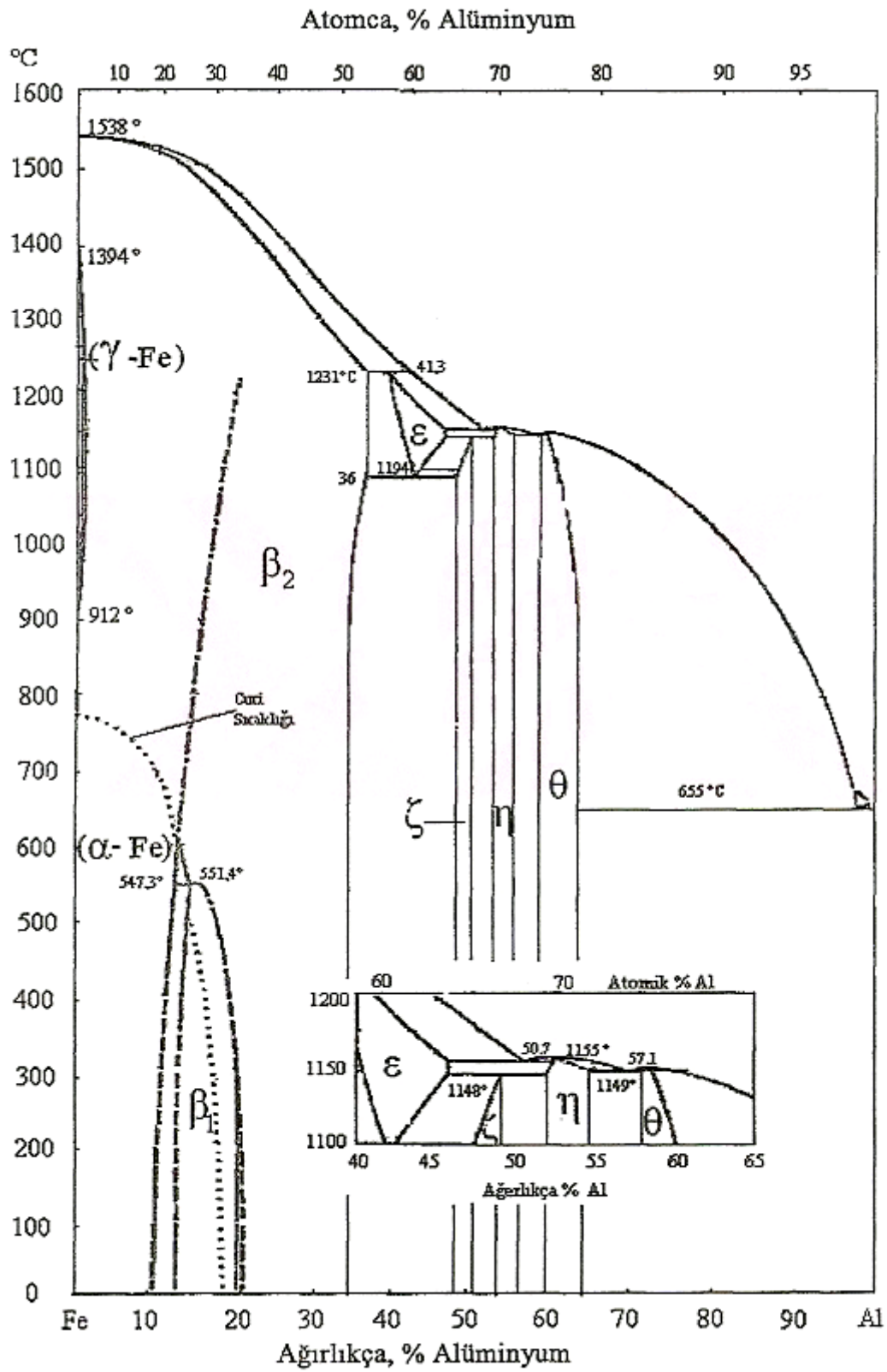
2.2.2. Demir Alüminitlerde Faz Kararlılığı

Demir alüminitler at. %25 -50 Al bileşiminde hacim merkezli kübik düzenli kristal yapıdadır. Fe_3Al alaşımları 540 °C'ye kadar düzenli DO_3 yapısında, 540–760 °C arasında B_2 yapısında bulunur. 760 °C'nin üzerinde düzensiz yapıya sahiptir. DO_3 - B_2 dönüşüm sıcaklığı at. %25 Al'nin üzerindeki alüminyum konsantrasyonun da Al artışı ile düşer ve B_2 düzenlenme sıcaklığı yükselir. B_2 yapısı sadece at. %36 Al'nin üzerindeki alüminyum konsantrasyonun da kararlıdır ve tek faz bölgesi at % 50 Al' ye kadar uzanır (Liu, Stiegler 1993).

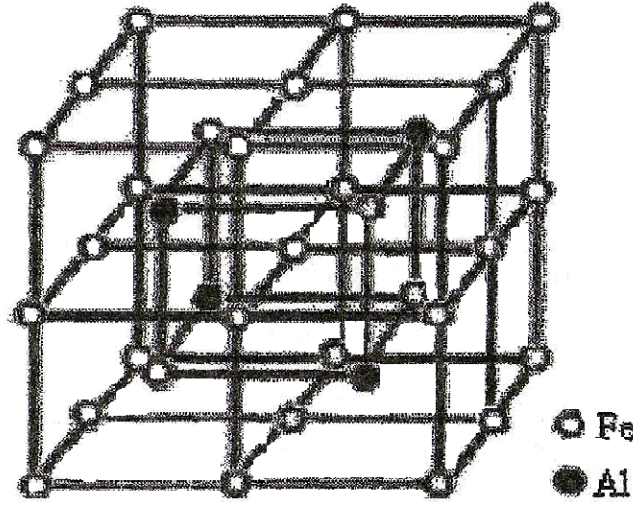
Şekil 2.5'de verilen faz diyagramında Fe_3Al ve $FeAl$ metaller arası bileşiklerin bileşim aralıkları, faz dönüşümleri ve faz dönüşüm sıcaklıkları görülmektedir. Fe-Al esaslı metaller arası bileşikler eşsiz özellikleri nedeniyle çekici yapısal malzemelerdir. Fe-Al esaslı alaşımlar, düşük maliyete, düşük yoğunluğa, daha kolay üretilebilme özelliğine ve yüksek sıcaklıklarda yüksek oksidasyon ve korozyon direncine sahiptirler. Ancak Fe-Al esaslı metaller arası bileşiklerin potansiyel uygulama malzemesi olmasını sınırlayan oda sıcaklığı sünekliği ve yüksek sıcaklık mukavemetidir. Bu özellikleri geliştirmek amacıyla son yıllarda çok yoğun çalışmalar yapılmaktadır (Sikka, Wilkening, Liebetrau, Mackey 1998).

2.2.3. Fe_3Al (DO_3) Alaşımları

Fe_3Al düzenli metaller arası bileşiklerin kristal yapısı DO_3 (Şekil 2.8.) olup, yüksek potansiyelleri nedeniyle son yıllarda oldukça ilgi çekmiştir. Fe_3Al alaşımlarının yüksek oksidasyon ve korozyon direncine sahip olması ve nispeten diğer alaşımlara göre düşük maliyette ve düşük yoğunlukta olması, ona olan ilgiyi daha da arttırmıştır. Fe_3Al alaşımlarının uygulanabilir yapı malzemesi olmasını güçleştiren en önemli etkenler oda sıcaklığı sünekliği ve yüksek sıcaklık mukavemetidir. Şekil 2.7' deki faz diyagramından da görüldüğü gibi Fe_3Al alaşımları 823 K sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda mükemmel olmayan B_2 yapısına ve 823 K sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda DO_3 düzenli yapısına sahiptir.



Şekil 2.7. Demir-alüminyum faz diyagramı (Liu, Stiegler 1993).



Şekil 2.8. Fe₃Al alaşımlarının DO₃ kristal yapısı (Ikeda, Ohnuma, Kainuma, 2001).

Fe₃Al alaşımlarında bileşim ve mikro yapının kontrolü ile oda sıcaklığı sünekliği ve yüksek sıcaklık mukavemet özelliği geliştirilebilir.

2.2.4. FeAl (B₂) Alaşımları

FeAl alaşımları düzenli hacim merkezli kübik yapıya sahip olup, yaklaşık %36-50 Al bileşim aralığında oluşurlar. Yüksek sıcaklıklarda, daha geniş bileşim aralığına sahiptirler. FeAl alaşımları yüksek oksidasyon direncine, iyi korozyon direncine, 800 °C' ye kadar yüksek mukavemete ve nispeten düşük yoğunluğa sahiptirler. FeAl alaşımlarının oda sıcaklığında düşük sünekliğe sahip olmaları en büyük dezavantajlarıdır (Baker,George 1999).

Yazara göre mekanik özellikleri etkileyen iki önemli nokta vardır. Birincisi, sünekliği büyük oranda düşürenin su buharının olduğunun bulunmasıdır. İkincisi, yüksek sıcaklıkta oluşan ve soğuma esnasında kolayca kalabilen büyük boşluk konsantrasyonlarıdır. Bu boşluklar düşük sıcaklıklarda mekanik özellikleri çok kuvvetli etkilemektedir.

Bilindiği gibi FeAl' in oda sıcaklığı sünekliği, havadaki nemde hidrojenin gevrekliği teşvik etmesi nedeniyle, oldukça düşük olma eğilimindedir. Bu nedenle oda sıcaklığında sünekliğin gelişimi için, çeşitli ısıl işlemler ve alaşım ilaveleri yapılmıştır. Liu tarafından çalışılmış FeAl' in havada oda sıcaklığı sünekliğini, işlem (haddelenmiş plakalarla karşılaştırılmış, ekstrüzyonlu çubuklar) ve alaşım ilaveleri kuvvetli olarak etkilemiştir. Bor ilavesi ve tane inceltme alaşımın sünekliğini geliştirmiştir.

Isıl işlemler, FeAl alaşımlarının oda sıcaklığı çekme özelliklerine önemli etkiler yapar. 750 °C' de 1 saat gerilim giderilmesi ısıl işlemi, numunenin yüzeyinde ilk oksidasyona neden olur. Bu nedenle test esnasında havadaki nemden bu oksit tabakası sayesinde biraz korunma sağlanmış olur. 3 saat 900 °C' de ısıl işlemle Fe₃Al döküm alaşımlarında ve sıcak haddelenmiş FeAl alaşımlarında hava ortamında süneklikte gelişme sağlanmıştır. Bununla birlikte, 1 saat 1150 °C – 1250 °C' de ısıl işlemle Fe₃Al ve FeAl alaşımlarının yüksek sıcaklık mukavemetinde ve sürünme özelliklerinde iyileşme sağlanmıştır.

FeAl alaşımları stokiometriye yakın olmaları nedeniyle Al'ca zengin kenarlar, çok kırılmalıdır. Bu yüzden sürünme çalışmalarının ve alaşım gelişim aktivitelerinin çoğu demirce zengin kenarlara odaklanmıştır. Sürünme direnci alaşım elementi bileşiminden ziyade, daha çok tane boyutu büyüklüğüne bağlıdır. Yüksek gerilme durumunda sürünme mukavemeti sürünme direncinin tane inceltme ile geliştirildiği yerde Hall-Petch tipi ilişki göstermektedir. Daha düşük gerilme durumunda sürünme direnci difüzyon sürünme mekanizması katkısının artması nedeniyle, tane boyutundaki küçülmeyle azalmaktadır. Bu yüzden dislokasyon ve tane sınırları mekanizmasının, her iki durumda da sürünme direncine etkili olduğu görülür. FeAl alaşımlarının yüksek sıcaklık sürünme özelliklerine alaşım elementleri ilaveleri önemli yararlar sağlamıştır. FeAl alaşımlarında sınırlı çözülebilen çözeltiler ve büyük oranda çözülebilir çözeltiler ile çeşitli çalışmalar yapılmış ve önemli gelişmeler kaydedilmiştir. FeAl alaşımlarının tokluklarının genellikle zayıf olması nedeniyle, bu alaşımların toklukları üzerine çok araştırma yapılmıştır. Bor ilaveli %2–4 sünekliğe sahip Fe-36Al (FA-350) alaşımı (tane boyutu >100µm) oda sıcaklığı Charpy darbe testinde sadece 3-5 J absorbe edilmiş enerji gösterir. Darbe tokluğu, tane boyutuna ve kırılma şekline bağlıdır. Kaynaklanabilirlik,

hemen hemen tüm mühendislik uygulamaları için esastır ve yeni gelişmekte olan malzemeler için kritik bir konudur. Mo, Zr, B içeren Fe₃Al alaşımında (FA-362, iyi oda sıcaklığı sünekliğine ve yüksek sıcaklık mukavemetine sahip) oksijen kaynak testi esnasında sıcak çatlak görülmüştür.

Geliştirilmiş iyi sıcak çatlak dirençli alaşımlar Cr, Nb veya Cr, Nb, Ti alaşım ilavelerini içerirler. FeAl alaşımlarında, üretim ile ilgili olarak diğer bir konuda çatlaksız kaynakta soğuk çatlaktır. Bu çatlak türünde çatlaklar, kaynak işleminden sonra soğuma esnasında meydana gelir. Soğuk çatlak, alaşımın sünekliği ile bağlantılı olduğu kadar, havadaki nemde bulunan hidrojenin çevresel gevrekliğe etkisiyle de yakından ilişkilidir. FeAl alaşımlarının kullanımını geliştirmek için en önemli nedenlerden birisi çeşitli korozyon tiplerine direnci ve metal kayıplarına karşı duyarlılığıdır. Bu yeni malzemeler korozyon özellikleri nedeniyle Fe-Cr veya Fe-Cr-Ni paslanmaz çelik ve alaşımlarına karşı alternatif malzemelerdir. Fe₃Al alaşımları 800 °C’ de ve üzerindeki sıcaklıklarda sülfürüzyona çok dirençlidirler. FeAl alaşımları da benzer özelliği gösterirler. FeAl alaşımları çeşitli zararlı yerlerde, yüksek sıcaklık gaz ve ergimiş tuz çevrelerinde oldukça iyi dirence sahiptirler (Baker,George 1999).

2.2.5. FeAl ve Fe₃Al Alaşımlarında Çevresel Etkiler

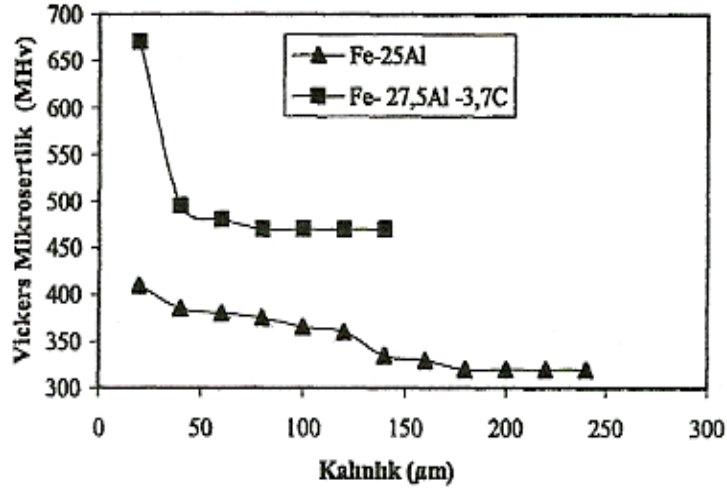
Yüksek sıcaklık yapısal uygulamalar için, demir alüminitlerin ticari önemi saptanmış olup, Fe ve Al’ nın kolay elde edilmesi, düşük malzeme maliyeti ve düşük yoğunluğa sahip olması ve mükemmel oksidasyon ve sülfürüzyon nedeniyle çok ilgilenilen malzemeler olmuştur.

Bütün bu avantajlarına rağmen, ikili demir alüminitler belirli dezavantajlara sahiptir. Demir alüminitler oda sıcaklığında düşük sünekliğe ve yüksek sıcaklıkta düşük mukavemete ve sürünme direncine sahiptir. Bu alaşımların yüksek sıcaklık mukavemeti ve sürünme direnci uygun yapısal değişiklerle (alaşımlama ve ısıl işlem) geliştirilebilir. Ancak oda sıcaklığı sünekliği ana bir etkidir, çevre sıcaklığındaki bu düşük sünekliğin nedeninin çevrede bulunan hidrojen gevrekliğinden kaynaklandığı tespit edilmiştir. Nem çevrelerinde Fe₃Al ve FeAl demir alüminitlerin gevrekliği Liu tarafından

belirlenmiştir. Her iki alaşımın sünekliği de vakumda hava veya su buharından önemli ölçüde daha iyidir. Fe₃Al alaşımları vakumda %12,8, havada % 4,1 uzamaya, FeAl alaşımları vakumda % 5,4, havada % 2,2 uzamaya sahiptir. Fe₃Al' de hidrojenin gevreklik etkisi, farklı hidrojen miktarlarındaki çevrelerde alüminitlerin çekme testleriyle saptanmıştır. Hidrojen miktarının artışıyla, süneklikte büyük azalma görülmüştür. Böylece düşük sünekliğin hidrojenden kaynaklandığı saptanmıştır.

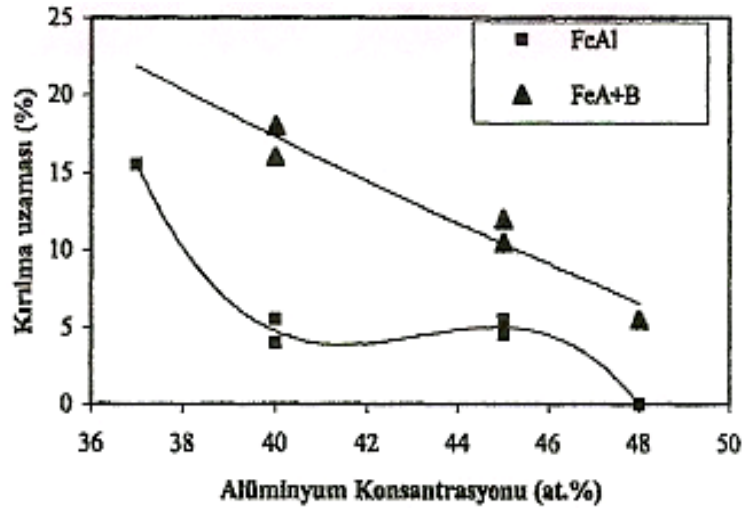
Liu test sırasında düşük sünekliğin $3H_2O+2Al \rightarrow Al_2O_3 + 3H_2$ reaksiyonundan hidrojenin açığa çıkmasıyla, bu hidrojenin çatlak uçlarını büyütmesi sonucunda bölgesel kırılabilirlik nedeniyle olduğunu saptamıştır. Zhu Fe-36Al demir alüminitin yüzeyinde nemin reaksiyonuyla hidrojenin açığa çıktığını göstermiştir (Balasubramaniam 2002).

Hidrojen gevreklik mekanizmasında yüzeyde oluşan hidrojen malzemenin içerisine yayılarak gevrekliğe neden olmaktadır. Demir alüminitlerde hidrojen difüzyonu alüminyum miktarının artmasıyla düşmektedir. Örneğin ikili demir alüminitlerde, Hosada hidrojen difüzyonunu Fe-18 Al' de 10-11 m²/s, Fe-25 Al' de 10-12 m²/s bulmuştur. Alüminyum seviyesinin daha da artması hidrojen difüzyonunu daha da düşürmektedir. Kasul ve Heldt Fe-35 Al alaşımının oda sıcaklığı hidrojen difüzyonunu 4.10-16 m²/s olarak bulmuşlardır. Yang ve Hanada hidrojen absorpsiyonunu çalışmışlar ve düzenli Fe-40Al alaşımlarında hidrojen difüzyonunu 4.10-13 m²/s olarak bulmuşlardır. Desorpsiyonla kıyaslandığında absorpsiyonda daha yüksek hidrojen difüzyonu görülmektedir. Zhu tarafından yapılan çalışmalarda Fe36Al' de hidrojen difüzyonu 2,4.10-15 m²/s olarak bulunmuştur. Cr, Ti ve Mn ilaveli ikili Fe₃Al alaşımları daha düşük hidrojen difüzyonuna sahiptir. Ayrıca, hidrojen difüzyonu karbon alaşımlı metaller arası bileşiklerde, ikili metaller arası bileşiklerden daha düşüktür (Şekil 2.9).



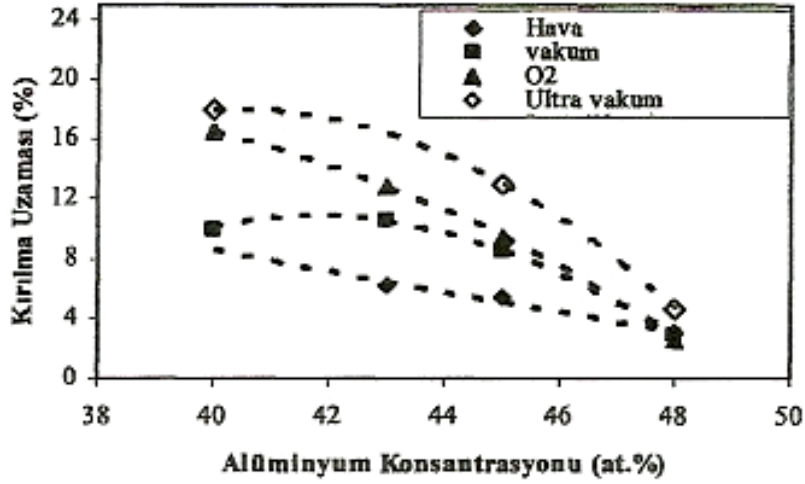
Şekil 2.9. İkili ve karbonlu alaşımlarda mikro sertlik profili ve kalınlık yönelimi (George 1999).

FeAl alaşımlarında çeşitli alaşım elementleri ilave edilerek çevresel etkiyi azaltma çalışmaları yapılmıştır. Bor mikro alaşımlamayla, çevresel etkiler azaltılmış ve süneklik bir miktar geliştirilmiştir. Bor ilavesiyle tane sınırlarındaki segragasyon bastırılmakta, tane sınırları kohezyonu geliştirilmekte ve daha yüksek Al seviyelerinde süneklik sağlanabilmektedir (Şekil 2.10.).



Şekil 2.10. Borlu ve borsuz FeAl alaşımlarında, alüminyum konsantrasyonu ve uzama (George 1999).

Hava, vakum, O₂ ve ultra vakum ortamında bor ilaveli FeAl alaşımlarında yapılan çalışmalarda, en yüksek sünekliğin ultra vakum ortamında olduğu, O₂, vakum ortamında daha düşük ve en düşük sünekliğin hava ortamında olduğu görülmüştür. Şekil 2.9’ da çevresel etkiler açıkça görülmektedir. Ayrıca, Al konsantrasyonunun artışı ile, süneklikte düşüşler olduğu saptanmıştır. Al konsantrasyonunun artışıyla, sünekliğin düşmesinin nedeni olarak tane sınırlarının kırılabilirliğinin artışı gösterilmektedir. Bor ilavesi bile, Al artışı sonucu tane sınırlarındaki segragasyonu yeterince bastıramamakta ve süneklikte düşüş olmaktadır.



Şekil 2.11. Çeşitli ortamlarda b ilaveli FeAl alaşımlarının alüminyum konsantrasyonu ile uzamanın değişimi(Cohron, Lin, Zee, George 1999).

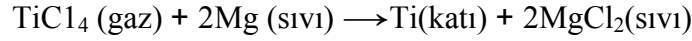
Bu metaller arası bileşiklerde hidrojen gevrekliğini minimum etmenin en önemli yollarından da biri Cr ilavesiyledir. Cr’lu demir alüminitlerin yüzeyindeki pasif serbest hidrojen oranları ikili alümininerden daha düşüktür. Daha düşük serbest hidrojen oranı, daha düşük hidrojen absorpsiyonunu vurgular ve bu yüzden kırılabilirliğin başlangıcı gecikir. Daha düşük yüzey serbest hidrojen oranı istenmektedir. Ayrıca yüzeyde oluşacak kararlı film tabakası hidrojenin malzemenin içerisine difüze etmesini engellemektedir. Bu nedenle, alaşımların ilavesiyle yüzeyde kararlı bir film tabakası oluşturmak sünekliğin artışına katkıda bulunacaktır (Cohron, Lin, Zee, George 1999).

Tabii ki hidrojen gevrekliđi geciktirilmiş bir gerçektir, demirlerde kararlı hareketsiz film tabakalarında bile hidrojenin malzeme içerisine difüzyonu engellenemeyebilir. Tu' nun deneylerinden ikili ve Cr ilaveli alaşımlarda benzer sonuçlar elde edilmiştir. Hidrojen yüklemesi ortadan kalktığında, Cr ilaveli alaşımlarda sünekliđin çok daha yüksek olduđu görülmüştür. Cr ilaveli demir alüminitlerde zamanla hidrojenin etkisi yükselir. Bu yüzden gevrekliđi minimum etmek için ilave metotlar geliştirilmiştir.

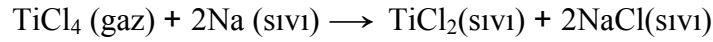
Çeşitli alaşım elementleri (Ti, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Si ve Ni) ilave edilmiş ve sonuçta Fe₃Al metallar arası bileşliğinde Cr ve Ti ilavelerinin sünekliđi geliştirmede etkili olduđu görülmüştür. Alaşım elementleri ile ilgili olarak, % 0,15 Ce ilavesi süneklik gelişiminde önemli faydalar sağlamıştır. Ce ilavesi ince tane oluşumu sağlayarak, hareketsiz film tabakası bileşimini deđiştirmektedir. Fe-28Al-2Cr, Ce ilaveli alaşım, Ce ilavesiz alaşıma göre yüzeyde daha büyük miktarda Al₂O₃, Cr₂O₃ ve daha az miktarda Fe₂O₃ içermektedir. Cr alaşımlı demir alüminitlerde, Ce ilavesinin hidrojen pasifliğine önemli katkısı olduđu açıkça görülmektedir (Cohron, Lin, Zee, George 1999).

2.3. Titanyumun Temel Özellikleri

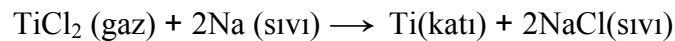
Titanyum (Ti) element olarak iki yüzyıl önce fark edilmiş olmasına rağmen, 1952 yılından itibaren endüstriyel uygulamalarda kullanımının artmasından dolayı yeni mühendislik malzemesi olarak nitelendirilmektedir (Froes vd. 1985; Erdoğan 2001). Ti ve alaşımlarının maliyeti yaygın olarak kullanılan metallere göre daha fazladır. Direkt cevherden elde edilmeleri zor ve imalatında çok gelişmiş ergime teknikleri kullanılmaktadır. Ti alaşımının yüksek üretim maliyetinin nedeni, prensip olarak bu metalin yüksek reaktifliği ve oksijen, azot, hidrojen ve karbon ile kolayca reaksiyona girmesinin sonucudur. Ti metali, ilk olarak 1930 yıllarında Dr. Wilhelm tarafından Kroll işlemini geliştirilmesiyle üretilmiştir (ASM, 1998; ASM, 1991). Kroll işlemi, inert gaz atmosfer ortamında sodyum (Na), kalsiyumun (Ca) ve magnezyum (Mg) ile Ti' un indirgenmesini gerektirir. Kroll işleminde, $TiCl_4$ yaklaşık 773–813 °C sıcaklık aralığında paslanmaz çelik kap içerisinde sıvı Mg ile reaksiyona girer. Yüksek sıcaklık reaksiyonun son ürünleri Ti sünger, $MgCl_2$ ve magnezyumdur. Kimyasal reaksiyon;



Hunter işleminde, $TiCl_4$ Mg yerine Na ile reaksiyona girer. Bu yöntemin temel avantajı, $TiCl_4$ ' ün indirgenmesinin iki aşamada yapılmasıdır. İlkinde $TiCl_4$ sürekli bir indirgeyicide Na ile $TiCl_2$ ve NaCl' ye indirgenir. Bu aşamada kimyasal reaksiyon;



İkinci aşamada $TiCl_2$ ve NaCl içeren eriyik Argon gazının üst atmosferine sahip bir sinter potasında ilave edilen Na ile reaksiyona girer. Bu reaksiyon;



Son olarak, Kroll ve Hunter işlemlerinde Ti süngeri, asit filtre veya vakum damıtma ile tuzlardan ve fazla reaksiyona girmemiş metalden arındırılır. Titanyum 4.51 gr/cm³

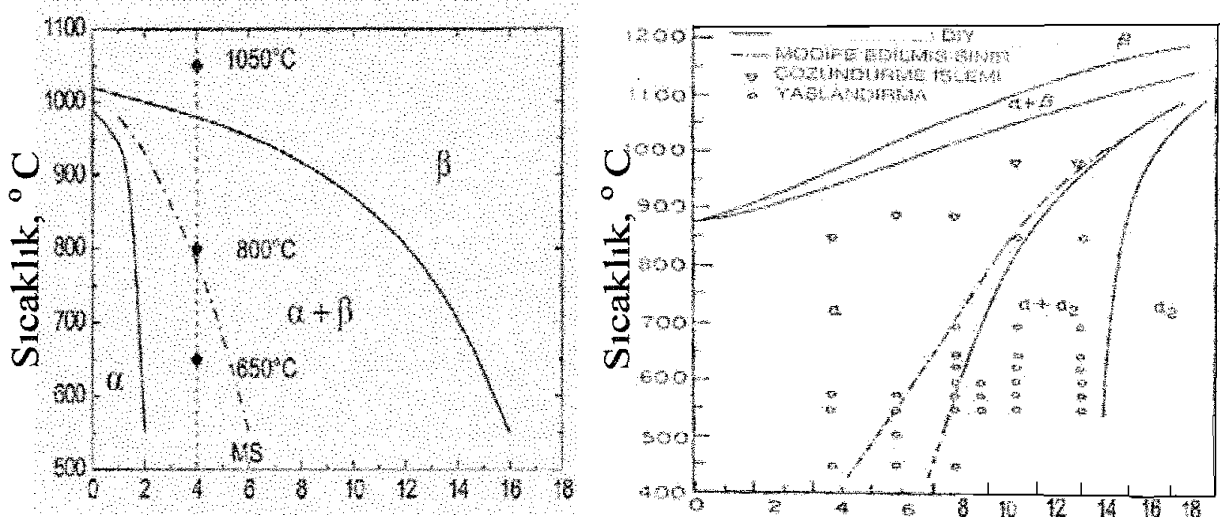
yoğunluğa sahip ve çeliğe nazaran % 57 hafif bir metaldir. Ti' nin ısı transfer özelliği, manyetiklik ve elektrik iletkenliği özelliği çeliğe nazaran oldukça düşük bir malzemedir (Erdoğan 2001). Ti ve alaşımlarının özel özelliklerinin avantaj olduğu pek çok endüstriyel uygulamada etkili bir şekilde kullanılmaktadır. Ti' nin endüstride hızla yaygınlaşmasının temel nedeni, korozyon dayanımı ve metale göre % 57 daha düşük yoğunlukta olmasına rağmen yüksek mukavemetli yapıya sahip olmasıdır (ASM 1991). Düşük yoğunlukları nedeniyle, ağırlıkça önem arz eden uçak konstrüksiyonlarında ve implant uygulamalarında tercih edilir bir malzemedir. Ayrıca, ingot, çubuk, sac, kabuk, sünger ve toz gibi değişik ürün formlarında üretilebilmelerinde sınır yoktur.

Çizelge 2.1. Titanyumun element olarak mekanik özellikleri tablosu (Donachie 2000)

Ti elementinin özellikleri	Değeri
Elastisite modülü (GPa)	120
Çekme mukavemeti (MPa)	240
Sertlik (HRB)	70-74
Poisson oranı	0,361
Yoğunluk (gr/cm ³)	4.51
Ergime noktası (°C)	1668
Isıl iletkenlik (W m ⁻¹ K ⁻¹)	11.4 (oda sıcaklığında)
Elektrik iletkenliği	%3 Bakıra göre (%100)
Hesaplanmış atom çapı (metre)	176 10 ⁻¹²
Kristal Kafes Yapısı (α-β)	< 882.5 ise Sıkı Paketlenmiş >882.5 ise Hegzagonal-HMK

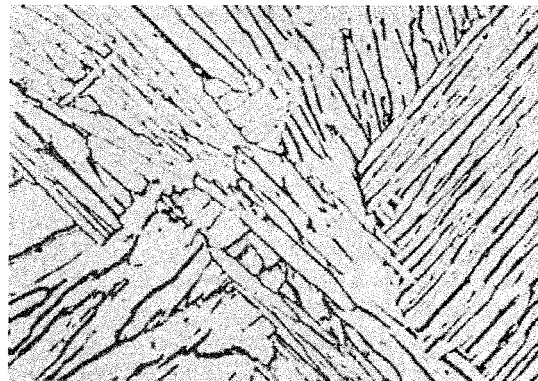
Ergime sıcaklığı çeliğinkinden yüksek ve yapısal uygulamalarda maksimum 538–427 °C sıcaklığa kadar ısıl dayanım özelliğine sahip olup, TiAl alaşımları 760 °C sıcaklığa kadar olan endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. Ti iki allotropik kristal yapı içerisinde bulunur. 882.5 °C sıcaklığa kadar hegzagonal sıkı paket (HSP) yapıya sahip α ve bu sıcaklıktan sonra hacim merkezli kübik (HMK) yapıya sahip β'dir. Ti alaşımları, oda sıcaklığındaki mikro yapılarına bağlı olarak α, α' yakın, α/β yarı kararlı β veya β yarı kararlı şeklinde sınıflandırılmaktadır (Smith 1981). α alaşımları, saf Ti alaşımı ve Al, Sn gibi α kararlaştırıcı elementlerin ilavesiyle oluşturulan alaşımlardır (Leyens ve Peters 2003). α yakın alaşımları az miktarlarda kararlaştırıcı elementlerin ilavesi ile elde edilmektedirler. α/β Ti alaşımları, α fazında yeterli β kararlaştırıcı elementlerin (Ta, V, Mo vs) ilave edilmesi ile imal edilmektedirler. Bu yapının genelini eşksenli α fazı, % 5–40 aralığında tane sınırlarına yerleşen lamel β fazı oluşturur. β kararlaştırıcı elementi oranının artmasıyla da yarı kararlı β alaşımı oluşmaktadır. β dönüşüm, β kararlaştırıcı elementlerin ilavesi ile sağlanabildiği gibi, malzemenin β dönüşüm

sıcaklığına ısıtılıp bu sıcaklıktan soğutulması ile de elde edilebilmektedir (Donachie 2000). Bu durum Şekil 2.12.' de gösterilmektedir.

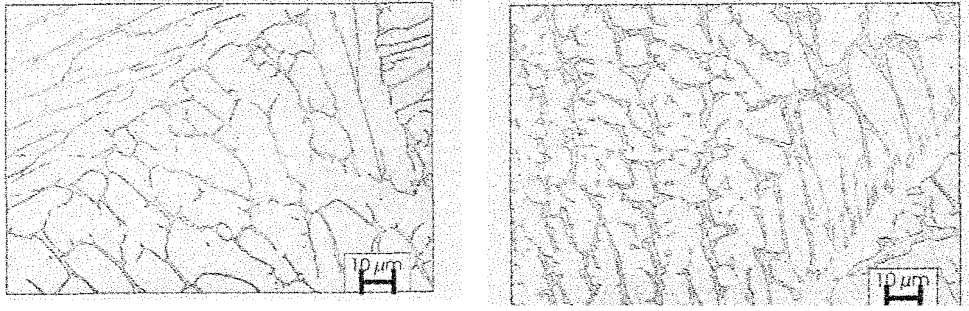


Şekil 2.12. Ti alaşımlarının Al ve V içeriğine göre faz dönüşümleri

Yukarıdaki şekilde de görüldüğü gibi, sıcaklığa bağlı olarak V içeriğinin artmasıyla β dönüşümü, Al içeriğinin artmasıyla α fazı dönüşümü artmaktadır. Soğutma hızına bağlı olarak, β dönüşüm sıcaklığından yavaş soğuma ile martenzit ve dönüşmüş β fazı (iğnemsisi α) artan soğuma hızıyla da kaba lamel β fazı oluşmaktadır (Leyens ve Peters 2003). Bu durum Şekil 2.13. ve Şekil 2.14.' de verilmiştir.



Şekil 2.13. Yavaş soğuma sonrası oluşmuş tipik Widmanstätten yapı (Martenzit dönüşmüş β fazı veya iğnemsisi α fazı) (Donachie 2000).



Şekil 2.14. Kaba taneli dönüşmüş β fazından oluşan iğnemsiz α yapı

Ti alaşımlarında alaşım elamanlarının tamamıyla yapıda karakteristiğini gösterebilmesi için, Şekil 2.13.'de görülen Widmanstätten yapının dönüşümünün gerekli olduğu rapor edilmektedir. Çeliklerde bilinen martenzitten farklı olarak, Ti alaşımlarında kristal kafes siteminin çarpılması ile dengelenmiş bir pekleşme karakteristiği göstermektedir. Ti alaşımlarında mikro yapı dönüşümü mekanik özellikleri önemli oranda etkilemektedir. Ti alaşımlarında bazı özelliklerinin mikro yapı dönüşümü ile ilişkileri Çizelge 2.2' de verilmektedir (Leyens ve Peters, 2003).

Çizelge 2.2. Ti alaşımlarında bazı özelliklerinin mikro yapı dönüşümü

Özellik	İnce taneli	Kaba taneli	Lamel yapı	Eş eksenli
Mukavemet	X	-	-	X
Süneklik	X	-	-	X
Kırılma tokluğu	-	X	X	-
Yorulma çatlak ilerlemesi	-	X	X	-
Sürünme dayanımı	-	X	X	-
Süper plastiklik	X	-	-	X
Oksidasyon davranışı	X	-	X	

İnce taneli yapı, mukavemet ve süneklik avantajı gösterirken kırılma tokluğu ve sürünme dayanımı dezavantajına sahiptir. Kaba taneli yapı, sürünme ve kırılma tokluğu avantajı ile birlikte mukavemet ve süneklik dezavantajına sahiptir. Eş eksenli yapıda ise, mukavemet ve süneklik karakteri avantaj, kırılma tokluğu, oksidasyon davranışı ve sürünme dayanımı karakteri dezavantajlarıdır. Tamamen lamel yapı ise, kırılma

tokluğu, oksidasyon davranışı ve sürünme dayanımı avantajlarına sahip olmakla birlikte mukavemet ve süneklik dezavantajları da mevcuttur. Ancak, eşksenli yapı ve lamel yapının birlikte olduğu Widmanstatten yapının sağlanabilmesi ile Ti alaşımlarının önemli özelliklerinin dengelendiği ileri sürülmektedir. α α yakın Ti alaşımlarına genellikle ısı işlem uygulanamaz ve kaynaklanamaz alaşımlar olup α/β alaşımlarına göre düşük mukavemet karakterine sahiptirler. α/β alaşımları α ve β fazı alaşımlarına nispeten yüksek dayanımla birlikte iyi süneklik karakteristik göstermektedirler (Smith 1981; Erdoğan 2001). α , α/β , β alaşımlarının bazı özellikleri karşılaştırmalı olarak Çizelge 2.3' de verilmiştir.

Çizelge 2.3. α , α/β , β alaşımlarının bazı özellikleri (Leyens ve Peters 2003).

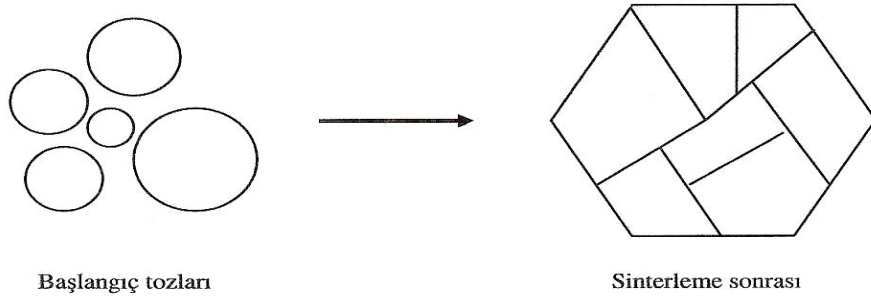
Özellik	A	α/β	β
Yoğunluk	X	X	-
Mukavemet	-	X	XX
Süneklik	-/X	X	X/-
Kırılma tokluğu	+	-/X	X/-
Korozyon davranışı	XX	X	X/-
Sürünme dayanımı	X	X /-	-
Kaynaklanabilirlik	X	X /-	-
Oksidasyon davranışı	XX	X /-	-

HMK yapıya β sahip alaşımları ile kıyaslandığında, sıkı paketlenmiş hegzagonal α alaşımları anizotropik yapıya sahip olmakla birlikte plastik deformasyona dayanımı yüksek, düşük süneklik, yüksek sürünme dayanımı gibi özelliklere sahiptirler (Leyens ve Peters 2003). Ti alaşımları pahalı olmasından dolayı çok özel ve sınırlı uygulamalarda yer almaktadır. Titanyum alaşımlarının ağırlık oranına göre yüksek mukavemetli yapısı ve korozyon dayanımı özelliğinden dolayı, ısı değiştirgeçleri, kimyasal işlemler için reaktör kap gibi korozyon uygulamalarında, gaz türbinleri, uçak parçaları, denizaltı ve biyomedikal uygulamalarda, enerji endüstrisinde (rotor, türbin kanatçığı, soğutma sistemleri vs), takım tezgâhlarında (koruyucu tüp, kontrol sistemleri vs), süper iletkenlerde, şekil hafızalı alaşımları, otomotiv parçaları gibi özel endüstriyel alanlarda vazgeçilmez bir mühendislik malzemesidir. Endüstriyel uygulamalarda Ti alaşımları α ve β dönüşümüne göre seçilmektedir.

2.4. Sinterlemenin Tanımı Ve Mekanizmaları

2.4.1. Sinterleme

Sinterleme, toz halindeki malzemenin erime sıcaklığı altındaki bir sıcaklığa belli bir süre maruz bırakılarak tozların birbirlerine değdikleri noktalardan başlayarak kaynaşmasına denir. Başka bir ifadeyle teknik terminolojide sinterleme terimi, metalik veya metalik olmayan anorganik tozlardan oluşan katı ürünlerin ergime sıcaklıklarının $\frac{1}{2}$ veya $\frac{3}{4}$ 'üne kadar ısıtılmaları anlamına gelmektedir. Bu işlem esnasında taneler farklı difüzyon mekanizmaları ile bir araya gelirler. Zamanla yapı içindeki boşluklar kapanır ve bu nedenle parçada çekmeler oluşur. Sonuçta yoğun bir yapı elde edilir. Genel olarak sinterleme mekanizması Şekil 2.15.'deki gibi ifade edilir (Burke, Rosolowski 2000). Sinterlemenin oluşma parametreleri de Şekil 2.16' da gösterilmektedir.



Şekil 2.15. Şematik olarak sinterleme sistemi



Şekil 2.16. Sinterleme prosesi haritası ve kilit proses parametrelerinin alt bölümleri (Akgün, 2003)

2.4.2. Katı Hal Sinterlemesi

Katı hal sinterlemesi; katı toz taneciklerinin hiç bir ikinci sıvı faz olmadan yoğunlaşmasıdır. Klasik katı hal sinterlemesinin aşamaları, Çizelge 2.4.' de verilmiştir.

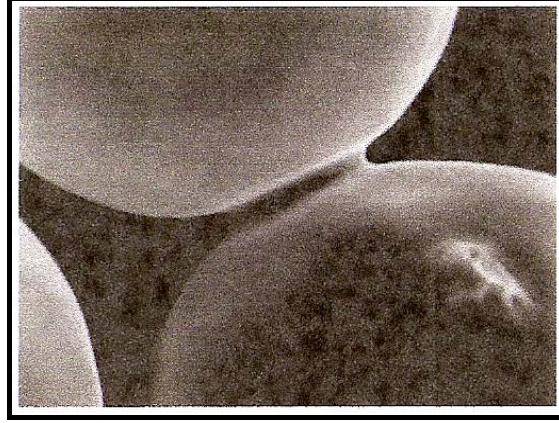
a) Yapışma: Tozlarının arasında bağ (boyun) oluşması, **b) Başlangıç:** Boyun büyümesi, **c) Ara:** Gözeneklerin yuvarlaklaşması ve uzaması, **d) Son:** Gözeneklerin küçülmesi ve yoğunlaşmasını ifade etmektedir. Katı hal sinterlemesinin aşama fotoğrafları Şekil 2.18' de gösterilmektedir.

Çizelge 2.4. Klasik Sinterleme Aşamaları

Aşama	Proses	Yüzey alan kaybı	Yoğunlaşma	Büyüme
Yapışma	Temas oluşturma	En az, eğer yüksek basınçta paketlenmediyse	Yok	Yok
Başlangıç	Boyun büyümesi	Belirgin, %50 kadar kayıp	Başlangıçta küçük	En az
Ara	Gözenek yuvarlaklaşması ve uzaması	Neredeyse açık gözeneklerin tamamının kaybı	Belirgin	Tane ve gözenek çapında büyüme
Son	Gözenek kapanması ve son yoğunlaşma	Önemsiz kayıp	Yavaş ve nispi olarak en az	Kapsalı tane ve gözenek büyümesi

Bağ oluşumu, atomların yayınması ve bunu takip eden tane sınırlarının oluşumunu içerir. Bağ oluşturma işleminin büyük bir kısmı sinterleme sıcaklığına kadar geçen ısıtma ve sabit sinterleme sıcaklığının ilk zamanlarında oluşur.

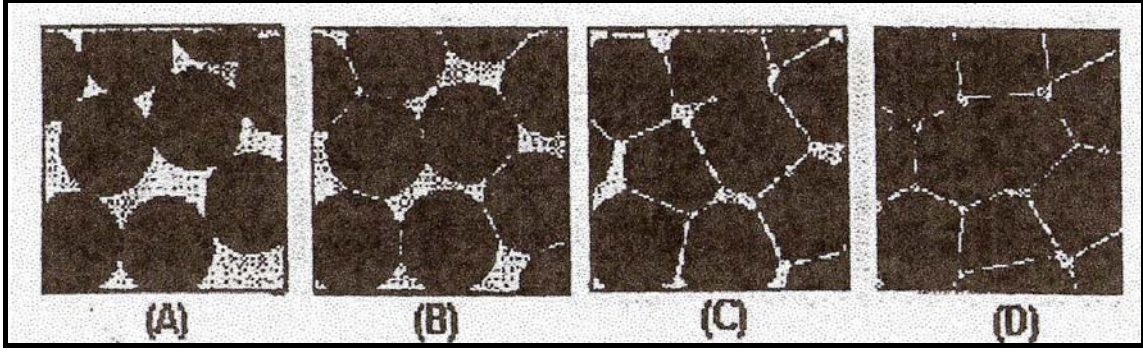
Boyun büyümesi sinterlenen kütle içerisinde malzeme taşınımını gerektirir, fakat gözeneklerde azalma olmaz. Yani kütlede büzülme olmaz ve gözeneklerin devamlılığını etkilemez. Şekil 2.17.'de nikel tozunun sinterlenmesi sırasında boyun oluşumu görülmektedir.



Şekil 2.17. Nikel tozunun sinterlenmesi sırasında boyun oluşumunun ilk safhaları

Gözenek kanallarının yuvarlaklaşması ve uzamasında gözenek yüzeylerinden boyun kısmına malzeme (kütle) taşınımıyla gözenekler daha yuvarlaklaşır ve kanallara doğru uzar. Gözenek kapanması ve yoğunlaşmasında gözenekler tamamen kapanır ve daha sonra gözenek küçülmesinin en önemli göstergesi olan sinterlenen parçanın hacimce küçülmesi meydana gelir. Bu olay katı malzemelerin gözeneklere, gözeneklerdeki gazların da dış yüzeye hareketini içermektedir.

Daha yüksek sıcaklıkta veya daha uzun sürede yapılan sinterlemede tane büyümesi ve gözenek büyümesi olur. Toplam gözenek sayısı azalırken, gözenek yüzdesi değişmez. Dolayısıyla yoğunluk artışı olmaz. Sinterlemede parçaların atomik hareketleri genelde yayınma ağırlıklı oluşmaktadır. Pişirme sırasında birçok kütle taşınım olayı gerçekleşmesine rağmen en önemli ve belirgin olan, yüzey ve hacimsel taşınım olmaktadır. Yüzey taşınım; buharlaşma-yoğunlaşma, yüzeysel yayınma ve yayınma taşınmasıdır. Hacim taşınım ise latis yayınması, tane sınır yayınması ve plastik akıştır. Hacimsel taşınım yoğunlaşmayı yani büzülmeyi gerçekleştirirken yüzeysel taşınım kaynaşmayı sağlayıcı ve tozlar arasındaki bağları kuvvetlendirici etki yapar. Sinterleme aşamasına yardımcı olmak ve/veya taneleri kontrol etmek için tozlara bir takım ilaveler yapılmaktadır. Bunlar istenilen kristal yapıyı stabilize ediciler veya yapı özelliklerini iyileştiricilerdir.



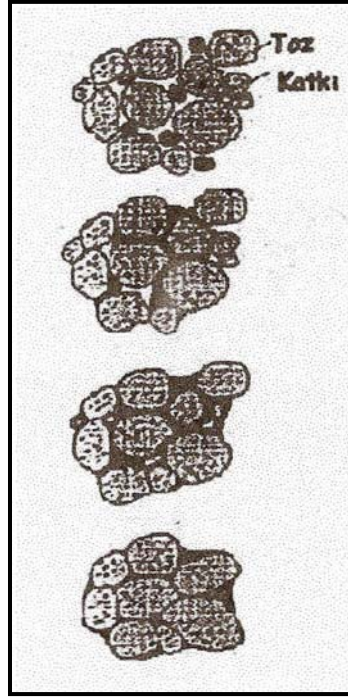
(a) Yapışma (b) Başlangıç Safhası (c) Ara Aşama (d) Son Aşama

Şekil 2.18. Katı hal sinterlenmesi aşamaları

2.4.3. Sıvı Faz Sinterlemesi

Katkıların bir kısmı düşük sıcaklıkta sıvı faz oluşturulmasıyla sinterlemenin hızlandırılmasını sağlamaktadır (Şekil 2.19.). Katkılarla toz yüzeylerinde sıvı faz oluşturmanın gerektiği hızlı sinterlenebilmeye, bir de basınç eklenirse çok daha yoğun parçalar üretmek mümkündür. Sıvı faz sinterlenmesi; sinterleme sıcaklığında bir ya da birden fazla elemanın sıvı faz oluşturmasıdır. Sıvı faz sinterlemesinde şu koşullar oluşmalıdır;

- a) Sinterleme sıcaklığında katı ve sıvı faz uzun bir süre bulunmalıdır.
- b) Katı fazın sıvı faz içerisinde sınırlı bir çözünürlüğü olmalıdır.
- c) Sıvı faz miktarı boyutsal değişimi minimum tutacak kadar az; fakat istenilen yoğunluğu sağlayacak kadar fazla olmalıdır.
- d) Hızlı yoğunlaşmayı sağlamak için katı faz tozları oldukça küçük olmalıdır.
- e) Sinterlemede katı faz taneleri tamamen sıvı faz ile çevrenmelidir.



Yaş

Sıvı Yayınması

Solüsyonun Tekrar Çökmesi

Katı İskelet

Şekil 2.19. Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları

Sıvı faz sinterlemesinin üç temel aşamasından 1. aşamada (tekrar düzenlenme veya sıvı akışı) sıvı faz içinde taneler önemli ölçülerde hareket etmektedir. Bu hareket tanelerin tekrar düzenlenmesini ve yoğunlaşmasını sağlamaktadır. Sıvı faz, şekil verilmiş parçadaki gözeneklerin içine akar ve katı taneleri taşıyarak bu boşlukların yerini alır. Katı hal yayınımlı ya da sıvı faz yayınımlı ve bir fazın diğer bir faz içinde çözünürlülüğü bu aşamada hiç rol oynamaz. Bu aşamada itici kuvvet yüzey enerjileri veya gerilmeleri yardımıyla sağlanır ve sıvının katıyı ıslatması gerekir.

İkinci aşama (çözünme ve tekrar çökme) sadece katı fazın sıvı faz içerisinde çözünürlülüğü varsa olur. Bu aşamada yoğunlaşma olur, fakat yoğunlaşma hızı birinci aşamaya göre daha azdır. Katının dışbükeyliği arttıkça (yani toz boyutu küçüldükçe) sıvı içindeki katı çözünürlülüğü artar ve bunun sonucunda büyük tozlar daha fazla büyüyerek yuvarlaşırken, küçük tozlar çözünerek kaybolurlar. Malzeme taşınımı, sıvı faz içerisinde yayınma ile hızlı bir şekilde olur.

Üçüncü aşamaya katı faz bağlanması adı verilebilir. Eğer sıvı fazın katı fazı ıslatması tamamlanmamışsa, katı taneler birbirlerine değerkler. Bu durumda katı fazın bir iskelet oluşturmasına yol açabilir. Bu durum sinterlemenin ilk aşamasında oluşursa, birinci aşamayı engeller ve hızlı yoğunlaşmayı önler. Bu katı faz sinterlenmesi ve ikinci aşamayla yoğunlaşmanın çok yavaş olacağı da buradan anlaşılır. Eğer sıvı faz, katı fazı ıslatmazsa, sıvı faz, sinterlenen parçalardan dışarı çıkabilir ve parçanın üzerinde damlacıklar halinde görünür, buna terleme adı verilir. Eğer, sinterleme sıcaklığında sıvı katı içerisinde çözünüyorsa, maksimum çözünürlük durumunda sıvı faz miktarı azalır ve tükenir. Eğer, bu çabuk olursa, gerçek sıvı faz sinterlenmesi ve yoğunlaşması olmaz.

2.4.4. Sinterlemeyi Etkileyen Parametreler

Sinterlemeyi etkileyen en önemli faktörler Çizelge 2.5.'de görüldüğü gibi şöyle sıralanabilir; paketleme yoğunluğu, malzeme, toz boyutu, pişirme atmosferi, sıcaklık, zaman ve ısıtma hızı.

Toz paketlenmesi, şekillendirme yöntemine ve arzu edilen amaca yönelik olarak çok farklı miktarlarda olabilmektedir. Sinterleme açısından yüksek paketlenme arzu edilmektedir. İyi bir toz paketlemesinde gözenekler küçük çaplı, dar boyut dağılımlı ve yapı içerisinde homojen olmalıdır. Yüksek paketlenmede ulaşılan dar gözenek boyut dağılımı ve küçük gözenek çapı sayesinde sinterlemede tam yoğunluğa daha düşük sıcaklıkta ve hızlı olarak ulaşılmakta ve küçük tane yapıları ürün elde edilmektedir.

Bunun aksine, kümeleşmeler olmuş yapılarda kümeler arası boşluklar büyük olduğu için bunları yok etmek çok zordur. Sinterleme süresi ve sıcaklığın artması, bu büyük gözeneklerin bir kısmının daha da büyümesine yol açmaktadır. Toz kümeceği içindeki tozlar arası gözenekler çok küçük ve tozlar da bir birine çok yakın olduğu için sinterleme 1200 °C' de olurken, kümeciklerin birbirine bağlanmaları ve aralarındaki boşlukları gidererek makro yapıyı yoğunlaştırılmaları 1550 °C civarında olmaktadır. Hâlbuki düşük paketlenme yoğunluğu olsa bile toz ve gözenek boyut dağılımı dar ve yapı içerisinde homojen olursa, bunları tam yoğunluğa sinterleme mümkün olmaktadır. Bu nedenle şekillenme sırasında maksimum toz paketlenmesi, homojen ve dar boyut

dağılımlı gözenek yapısı elde edilmelidir. Yapı içerisindeki büyük boşlukların sinterleme sonrası daha da büyüyerek malzemenin özelliklerini zayıflatacağı unutulmamalıdır (Palacı 2001).

Çizelge 2.5. Sinterleme prosesini etkileyen faktörler ve etkileri

Sinterleme İşlemindeki Değişim	Etkisi
Toz boyutunun küçülmesi	Hızlı sinterleme Maliyet artar Yüksek safsızlık miktarı Tehlike artışı Maliyet artar
Sürenin artması	Tane büyümesi Verimlilik düşüşü Daha fazla büzülme Tane büyümesi Maliyet artar
Sıcaklığın yükselmesi	Düşük hassasiyet Özellikler iyileşir Fırın sınırlaması Gözenek büyümesi Daha az büzülme Küçük gözenek
Paketleme yoğunlunun yükselmesi	Yüksek son yoğunluk Düzenli boyutlar Yoğunluk gradyanı Yüksek mukavemet
Katkı ve alaşımda artış	Homojenlik problemi Yüksek sinterleme sıcaklığı Hızlı sinterleme Düşük sinterleme sıcaklığı
Sinterleme katkısı kullanmak	Kırılganlık Çarpılma Tane büyüme kontrolü

2.5. Mikrodalga Sinterleme Ve Kullanım Alanları

Mikrodalga teknikleri ve birçok uygulamaları askeri ekipmanların üretim ve dizaynı üzerine çabaların yoğun olduğu 2. Dünya Savaşı sırasında başlamış ve gelişmiştir. İlk mikrodalga enerjiyi üreten elektrik tüpleri İngiltere'de Sir John Randall ve Dr. H. A. Boot tarafından 1940 yılında icat edildi.

2.5.1. Mikrodalga

Elektromanyetik yelpaze içinde değişik isimlerle incelenen ışınlar temelde dalgalar halinde yayılan ışınlardır ve elde edilmiş yöntemleri, ışının etki özelliği, geleneksel ve fizyolojik özelliklerine göre birbirinden ayrılırlar. Mikrodalgalar: dalga boyları 1 mm ile 30 cm ve frekansları 300 MHz ile 300 GHz arasında değişen elektromanyetik dalgalardır. Diğer elektromanyetik dalgalarda olduğu gibi dalga ve parçacık özelliğine sahiptirler. Elektromanyetik radyasyonun bir çeşidi olan mikrodalgalar, elektromanyetik spektrumda radar dalgaları ile radyo dalgaları arasında yer alırlar. Elektromanyetik dalgalar foton adı verilen enerji birimleri halinde emilir veya bırakılırlar. Bir fotonun taşıdığı enerji yayılmanın dalga boyu ve frekansına bağlıdır (Sutton 1989, Yıldız 1999).

Elektromanyetik ışınların dalga boyları ve frekanslarıyla tanımlandığı ve enerjinin dalga frekansı ile doğru, dalga boyu ile ters orantılı olduğunu bilmekteyiz. İncelenen mikrodalga, nükleer veya iyonize olmayan bir ışın şekli olup, TV ve FM radyo dalgaları gibi elektro manyetik dalgalar şeklinde yayılan bir enerjidir ve tüm elektrikli araçlar örneğin motorlar, elektrikli ısıtıcılar mikrodalga yayarlar.

Mikrodalgalar ışık dalgaları gibi hareket ederek metallere yansır, bazı dielektrik materyaller tarafından absorbe edilirler ve bazı dielektrik materyallerden önemli bir absorpsiyon etkisinde kalmadan geçerler. Bütün elektromanyetik dalgalarda olduğu gibi mikrodalgalarında girişim etkileri ve polarizasyon özellikleri vardır. Mikrodalga uygulanabilmek için bir ürünün dielektrik kaybına sahip olması gerekmektedir. Yani değişken bir elektromanyetik alan uygulandığında, madde içinde dipolar elektrik yüklerinin oluşması gerekmektedir. Su molekülleri kolaylıkla dipolar elektrik yükleri

oluşturabildiğinden, su içeren yapıda her ürün, mikro dalga ile ısıtılmaya uygundur. Örneğin Gıda sanayinde halen kullanılmakta olan mikrodalga çözündürme sistemleri 15–150 kw gücünde 915 MHz kesikli ve 2450 MHz sürekli çalışan hava soğutmalı sistemlerdir.

2.5.2. Mikrodalga Fırınlar

Mikrodalgalar elektronik devrelerde elektronların hızlandırılmaları ile elde edilir. Yüksek güçteki mikrodalgalar vakum tüpleri ile üretilmektedir. Elektronik devrelerde, elektrik enerjisinin elektromanyetik yayılmaya dönüşüm veriminin yüksek olması ve bu devrelerin kolay kontrol edilebilmesi nedeniyle, mikrodalga ısıtma uygulamalarında magnetron veya klystron sürekli mikrodalga üreticisi olarak kullanılırlar. Biraz öncede değindiğim gibi mikrodalgalar temas ettikleri madde ile etkileşime girerler. Örneğin, absorbe edilir, yansıtılır veya hiçbir değişikliğe uğramadan yollarına devam ederler. Mikrodalgalar gıda maddeleri tarafından absorbe edildiği zaman mikrodalga ışının pozitif ve negatif merkezlerinin yön değiştirmelerine paralel olarak, üründe bulunan polar moleküller yön değiştirirler. Saniyede milyonlarca kez oluşan bu hareket sonucu moleküler sürtünme ısısı açığa çıkar ve madde ısınır. Yani mikrodalga enerjinin ısı enerjisine dönüşümü bu dalgaların bazı mikroskobik emme sistemleri tarafından emilmesi ve daha sonra emici madde moleküllerinin ısı titreşimlerine değişimi şeklindedir (Sutton 1989, Yıldız 1999).

İşlemin süresi pişirilecek gıdanın su içeriğine, yoğunluğuna, dielektrik kayıp faktörüne, kütlesine bağlıdır. Mikrodalga enerji ile gıda maddesinin ısıtılmasında gıdanın bu özellikleri dışında, mikrodalganın çalışma frekansı, gücü, gıdanın kütlesi, başlangıç sıcaklığı, fiziksel geometrisi, ısı iletkenlik özellikleri, spesifik ısı gibi birçok parametrede etkili olmaktadır. Mikrodalga enerjinin ısıya dönüşümü maddenin polarlığıyla doğrudan ilgilidir. Özellikle meyve ve sebzelerin bileşimlerinde önemli düzeyde bulunan su polar bir molekül olması nedeniyle, mikrodalgaların emilmelerinde etkin bir rol oynar. Normal şartlar altında polar molekülde rasgele dağılmış olan (-) ve (+) yükler, elektrik alanının varlığında, alan içerisinde dizilirler. Elektromanyetik dalga bir molekülün yanından geçerken, molekül aşağı ve yukarı salınan bir elektrik alanı etkisinde kalır. Eğer bir elektromanyetik dalganın elektrik alanı polar moleküldeki

atomların arasındaki bađın uzunluđu boyunca salınırsa, bađ boyunca atomları itme ve çekme eğilimi gösterir. Bunun sonucunda bir titreşim ortaya çıkar.

2.5.3. Mikrodalga Sinterlemenin Uygulama Alanları

2.5.3.1. Metalürji Alanındaki Kullanım İmkânları

- Kalıplar
- Kokiller
- Kurutma
- Sinterleme

İşlemler:

- Elyaf kurutulması
- Kereste içindeki kurtların yok edilmesi
- Orman ürünlerinin kurutulması
- Kömürün iyileştirilmesi

2.5.3.2. Kimya Alanındaki Kullanım İmkânları

- Tuzlar
- Sair kimyasal bileşimler
- Kuru vb. malzemeler
- Boyalar
- Seramik ve porselen
- Mermer
- Polimermer
- Deri
- Elyaf

İşlemler:

- Kimyasal reaksiyonların hızlandırılması.
- Tekstilde boyanmış çilelerin kurutulması.
- Yağlı ısıtma sistemleri.
- Selülozik atıkların işlenmesi.
- Kâğıt ve karton üretiminde kurutma işlemleri.
- Seramik ve porselen kurutma ve sinterleme işlemleri.
- Ahşapta oluşan mantarların yok edilmesi.
- Plastik ve kauçuk kurutulması vulkanizasyon.

2.5.4. Normal Fırınlr İle Mikrodalga Fırınlr Arasındaki Farklılık

Geleneksel ısıtma metotlarında ısı, gıda maddesine kondüksiyon, konveksiyon ve/veya radyasyon ile transfer olur. Tersine mikrodalga ısıtmada ısı direkt olarak gıda maddesinin içine girer. Bu yüzden mikrodalga ısıtmada geleneksel ısıtmaya göre daha hızlı bir ısı artışı gözlenmektedir. Mikrodalga fırının ısıtma etkisi aynı süre içinde elektrikli ısıtıcıya göre daha fazladır.

Endüstriyel, bilimsel ve tıbbi (I.S.M.) kullanım frekansları sınırlandırılmış olan mikrodalgaların gıda maddesini ısıtması geleneksel ısıtma yöntemlerinden farklı olarak gelişmekte ve ürünün merkezinde termal enerjinin oluşumu 10–20 kez daha hızlı olmaktadır. Konveksiyonel ısıtmada gıdanın dış yüzü ısıtma ortamı içerisindeki sıcak hava ile konveksiyon yoluyla ısıtılmakta, daha sonra ısı, ısıtılmış dış yüzeyden gıdanın iç kısmına kondüksiyon yoluyla iletilmektedir. Gıda maddesi içerisinde mikrodalga enerji alanının dağılımı, gıdanın su içeriği ve tuz miktarı ile doğrudan ilişkili olan dielektrik özelliklerine de bağlıdır.

Mikrodalga ısıtma sisteminin geleneksel ısıtma sistemlerine göre çok pahalı olması nedeniyle Türk gıda işletmeleri genelde bu yöntemi kullanmamaktadırlar. Ancak mikrodalga ısıtma ile pişirme, haşlama, kurutma, pastörizasyon, buz çözme,

sterilizasyon ve temperleme gibi işlemler yüksek verimle kısa zamanda yapılabilmektedirler. Su ve buharın haşlama ortamı olarak kullanıldığı haşlama ünitelerinin enerji kayıpları nedeniyle efektif olmaması, dolayısıyla işletme maliyetlerinin yükselmesi yanı sıra işletme içerisinde fazla yer kaplaması gibi nedenlerle yeni tip haşlama düzenlerinin geliştirilmesi konusunda çalışmalar halen araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Elektrik iletkenliği ve mikrodalga haşlama, vakum altınla buharla haşlama, sıcak gaz haşlaması, kızılötesi ışınlarla haşlama gibi yöntemler üzerinde çalışmalar bugünde halen devam etmektedir. Bunlar içerisinde mikrodalga enerjinin ısıyı doğrudan gıda maddesinin içerisinde oluşturması ve böylece gıdayı geleneksel yöntemlerle ısıtmadan daha kısa sürede, aynı derecede ısıtılması, mikrodalga ekipmanlarının az yer kaplaması ile diğer haşlama yöntemlerinin dezavantajlarına bir çözüm olabileceğini düşündürmektedir.

Bulunan mikrodalga verimi elektrikli ısıtıcıların verimi ile karşılaştırıldığında oldukça yüksek bir değer olarak gözlemlenmektedir. Verimin yüksek olması işletmeye, proses süresi ve proste harcanan enerji açısından avantaj kazandırmaktadır. Kısaca mikrodalga işleminin daha ekonomik olduğu belirlenmiştir (Sutton 1989, Yıldız 1999).

2.5.5. Endüstriyel, Bilimsel ve Tıbbi (I.S.M.) Kullanım Frekansları

Mikrodalgalar, radyo ve televizyon yayınlarında kullanılan dalgalara yakın olduğundan, kullanımı sırasında ortaya çıkabilecek etkileşimleri önlemek için sadece, ulusal veya uluslararası telekomünikasyon komisyonlarınca onaylanmış frekanslardan ısıtmak amacıyla yararlanılır. Genel olarak ISM olarak kısaltılan ve endüstriyel, bilimsel ve tıbbi (Industrial, Scientific, Medical) bantlar olarak bilinen bu ışınlar 896, 915, 2450, 5800 ve 24125 MHz frekanslı ışınlardır, sanayide 915 MHz frekanslı ışınlar kullanılır.

Çok geniş bir spektrum da değişik şekillerde elde edilebilen mikrodalgaların kullanım frekansları ve dalga boyları endüstriyel, bilimsel ve tıbbi amaçlar için sınırlandırılmıştır. Uluslararası Haberleşme Birliği (I.T.U.) tarafından düzenlenen mikrodalga kullanım frekansları değişiklik göstermesine karşın, gıda sanayiinde işleme ve pişirme için başlıca 2450 ± 50 MHz ve 915 ± 15 MHz frekanslarının kullanılması öngörülmektedir.

2.5.6. Mikrodalga Sistemlerinin Endüstrideki Yeri Ve Önemi

- Proses süresini azaltmasında mikrodalga sistemleri, konvansiyonel sistemlere göre daha az yer kaplar. Uygulanacak prosesler peş peşe devam edecek şekilde planlanabilir. İnsan gücü ile yapılan işlerde otomasyona geçilebilir. özellikle gıda maddelerine mikrodalga uygulamalarında ürün steril hale geleceğinden çok daha az maliyetle standartlara uygun ürün elde etme imkanı doğmaktadır.
- Az enerji ihtiyacı mikrodalga ile ısıtma ve kurutma işlemlerinde, konvansiyonel metotlardan değişik olarak, ürünün bulunduğu sistemin de ısıtılmasına enerji sarfına gerek kalmadan verilen enerji sadece ürünün ısıtılmasına sarf edildiğinden büyük bir enerji tasarrufu sağlanmaktadır. Mikrodalga ile ısıtma ve kurutma işlemlerinde, verilen enerji başlıca ürünün içerdiği nem tarafından yutulmaktadır.-ürün doğrudan bir enerji yutmamaktadır. Su ısındığı için ürün de ısınmaktadır. Bu sebeple mikrodalga ile ısıtma konvansiyonel metoda göre çok daha düşük seviyelerde kalmaktadır. Bu oran % 50'ler mertebesindedir.
- Ekipmanların az yer kaplaması
- Belli bir kalınlığa kadar homojen bir ısı dağılımı sağlaması
- Değişik hacimli maddelerin ısıtılmasında, işlem süresini kolayca değiştirebilme olanağı sağlayan esnek işleme hattı

Gibi önemli avantajları ortaya koyarak metal sanayinin ısı işlemlerinde yeni olanaklar yaratmaktadır. Alışılmış yöntemlere kıyasla daha az enerji harcayan mikrodalgalar, toz metalürjisi alanında önemli üstünlükler sağlıyor. Unutulmamalıdır ki; mikrodalga fırında ısıtma yapılmak istendiğinde, gönderilen elektromanyetik dalgaları yansıtan malzeme kullanılmamalıdır. Yansıyan dalgalar elektrik arkı oluşturabilmekte ve patlamaya sebep verebilmektedir.

3. MATERYAL METOT

3.1. Alaşım Tozlarının Belirlenmesi

Literatür çalışmaları sonrasında, kullanım alanları geniş ve özellikleri birbirine göre farklı olan demir (Fe), titanyum (Ti) ve alüminyum (Al) elementleri deneylerde kullanılmak üzere belirlenmiştir. Deneylerde kullanılan elementlerin, kimyasal özellikleri ve diğer özellikleri Çizelge 3.1.' de gösterilmiştir.

Çizelge 3.1 Fe₂TiAl alaşımını oluşturan tozların kimyasal özellikleri

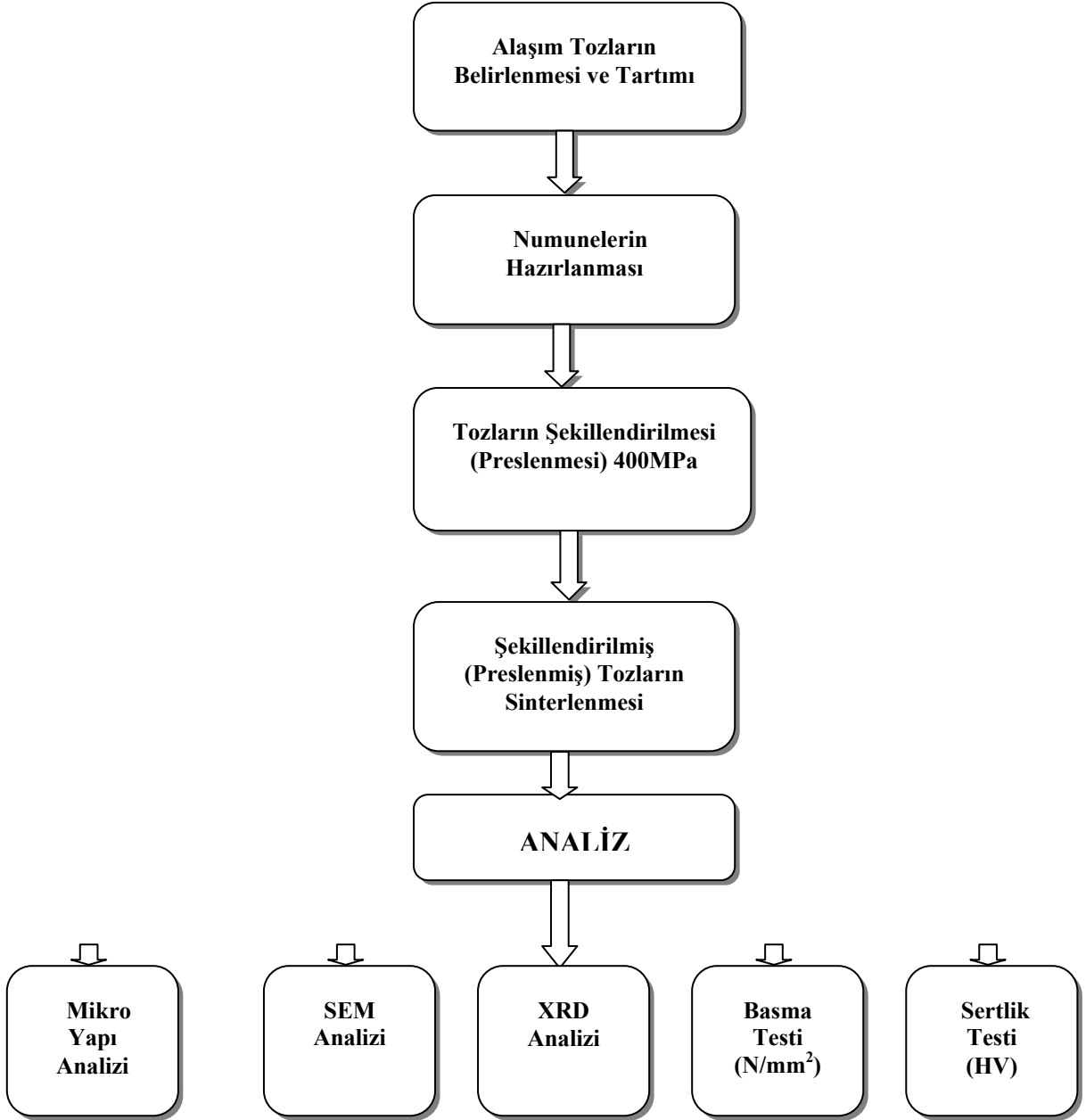
İntermetalik elementleri	Fe	Ti	Al
Ağırlığı (%)	60	25,5	14,5
Ergime noktası sıcaklığı (°C)	1538	1668	660
Toz tane boyutu (mesh)	325	325	325
Kristal yapısı	HMK	HMK hekzoganal	YMK
Toz morfolojisi	Köşeli	% 70 küresel + % 30 köşeli	Köşeli

3.2. Numunelerin Hazırlanması

Kullanılmak üzere belirlenen Fe, Ti, Al tozlarından belirli miktar alınarak, 300 gr ağırlık kapasitesine sahip 0,001 hassasiyetli terazide tartılmış ve alaşımın içinde bulunacakları ağırlık oranları gram cinsinden belirlenmiştir. Tartımı yapılan Fe, Ti, Al tozları karıştırma kabına alınmış ve 24 saat süre ile homojen bir karıştırma yapılması sağlanmıştır.

3.3. Deneysel Çalışmaların Analizi

Yapılan çalışmada Fe_2TiAl intermetalığının sinterleme sonrası fiziksel özellikleri belirlenmiş, mikro yapı, SEM, XRD analizleri yapılmış, basma ve sertlik ölçüm testleri uygulanmıştır. Çalışmanın işlem basamakları Şekil 3.1.' de verilmiştir.



Şekil 3.1. Deneysel çalışmalar akım şeması

3.4. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar ve Yapılan İşlemler

3.4.1. Şekillendirme (Presleme)

Bu çalışmada Fe, Ti, Al tozları homojen karışımı sonrasında kalıba ham olarak doldurulmuş ve 400 MPa pres uygulanarak 12 tane numune elde edilmiştir. Soğuk presleme işlemi AKÜ TEF Metal Eğitimi Bölümünde bulunan 200 bar presleme kapasiteli, tek düşey ekseninde hareket eden preste gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.2.'de hidrolik pres Şekil 3.3.'de ise presleme işleminde kullanılan kalıp ve presleme işlemi sonucunda elde edilen numune gösterilmektedir.



Şekil 3.2 Hidrolik pres



Şekil 3.3. a) Şekillendirme (Presleme) kalıbı



Şekil 3.3. b) İmal edilen ham numune

3.4.2. Şekillendirilmiş (Preslenmiş) Tozların Sinterlenmesi

Literatür çalışmaları sonrasında demirin yüksek sıcaklıklarda alüminyum alaşımlarının dayanımını artırdığını, Ti yüksek sıcaklıklarda dış ortamdaki oksijen ile kolayca reaksiyona giren karaktere sahip bir malzeme olmasından dolayı Çizelge 3.2.' de sinterleme parametreleri belirlenmiştir. Sinterleme işlemi; ham olarak üretilen 12 numune sırayla mikrodalga fırın (Şekil 3.4.) içerisine sırayla yerleştirilmiş ve sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sırasında tesirsiz bir ortam oluşturmak için, mikrodalga fırın içersine koruyucu argon gazı ilave edilmiştir. Sinterleme gerçekleşirken malzemenin konulacağı altlık ile herhangi bir reaksiyonun oluşmasını önlemek için numuneler krusible kab içersine yerleştirilmiştir. Sinterleme gerçekleştikten sonra numuneler fırın içersinde oda sıcaklığına kadar soğutulmuş, sonrasında dış ortama alınmıştır.



Şekil 3.4. Mikrodalga fırın

Çizelge 3.2. Fe₂TiAl alaşımının sinterleme parametreleri

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (Dk)		
	500	30	60
600	30	60	90
700	30	60	90
800	30	60	90

3.4.3. SEM ve XRD Analizi

Mikro yapı analizinde kullandığımız Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ; elektron ışınları yardımıyla yüzeydeki mikro yapıları görüntüleyerek, tanecik boyutu ve farklı kristal fazları gösterme kabiliyetine sahiptir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)' da sıvı olmayan ve sıvı özellik taşımayan, her türlü iletken olan olmayan numune incelenebilir. Eğer incelenecek malzeme iletken değilse nanometre mertebesinde iletken bir filmle numune kaplanarak iletken hale getirilmelidir. X-ışınları difraksiyonu (XRD) analizleri ile yapı içinde oluşan fazlar ve oluşma sıraları incelenebilmektedir.

Mikrodalga fırında sinterlenerek elde edilen Fe₂TiAl intermetalik numuneler SEM ve XRD analizlerine tabi tutulmuştur. SEM cihazı (LEO 1430 VP)'nın üzerinde bulunan XRD ekipmanı ile yapılan bu analizler Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi' nde yapılmıştır.

3.4.4. Basma Test Cihazı

Mikroyapı ve SEM analizi için hazırlanan numuneler üzerinde basma testide gerçekleştirilmiştir. Basma testleri çekme-basma deney cihazında yapılmıştır. Her bir Fe₂TiAl intermetalik numuneler deney düzeneğine yerleştirilmiş ve test sonuçları ile analiz edilmiştir. Basma testleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi' nde bulunan ALŞA marka çekme-basma cihazında yapılmıştır.

3.4.5. Mikrosertlik Cihazı

Hazırlanan Fe₂TiAl intermetalik numuneleri üzerinde aynı zamanda mikro sertlik ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Daha iyi bir sonucun alınabilmesi için her bir numunenin beş farklı noktasından alınan sertlik değerlerinin ortalaması alınarak yapılmış olup, sertlik testleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi' nde bulunan Shimadzu HMV 2 L mikro sertlik cihazı ile yapılmıştır.

4. BULGULAR

4.1. Fe₂TiAl İntermetalığının Fiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi

Yapılan çalışmada T/M yöntemi ile imal edilen 12 adet Fe₂TiAl intermetalik numuneler, sinterleme öncesinde hassas tartı yarımı ile ağırlıkları, kumpas yardımıyla çap ve kalınlıkları bulunmuştur. Daha sonra ilk üç numune 500 °C' de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk sinterlenmiştir. Diğer numuneler ise 600 °C' de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk, 700 °C' de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk ve 800 °C' de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterleme işlemi yapılmıştır. Bütün numunelerin sinterlenmesi tamamlandıktan sonra tekrar çap, kalınlık ve ağırlık ölçüleri alındı. Fakat 800 °C' de sinterlemek üzere hazırlanan üç numune sinterleme sırasında dağıldığı için sinterleme sonrası herhangi bir ölçüm yapılamamıştır. Fe₂TiAl İntermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikleri Çizelge 4.1' de gösterilmektedir. Sinterleme sonrası ulaşılan sonuçlar doğrultusunda çap, kalınlık ve ağırlıkta meydana gelen değişimle kalıp tasarımı, uygulanacak sıkıştırma yükünün belirlenmesi, imal edilecek numunenin kendini çekme payını gibi özelliklerin en aza indirme imkânının birer eldesidir.

Çizelge 4.1. a) Fe₂TiAl intermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikler

Sıcaklık (°C)	Süre (Dk)	Sinterleme işleminden önce			Sinterleme işleminden sonra		
		Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Ağırlık (gr)	Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Ağırlık (gr)
500	30	15.02	3.47	2.990	15.03	3.43	2.992
600		15.02	3.52	3.00	15.03	3.54	2.998
700		15.02	3.42	2.989	15.38	3.58	2.991
800		15.02	3.52	3.00	Numune dağıldı		

Çizelge 4.1. b) Fe₂TiAl intermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikleri

Sıcaklık (°C)	Süre (Dk)	Sinterleme işleminden önce			Sinterleme işleminden sonra		
		Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Ağırlık (gr)	Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Ağırlık (gr)
500	60	15.02	3.47	2.990	15.02	3.47	2.993
600		15.06	3.52	2.990	15.03	3.55	2.992
700		15.02	3.52	3.00	15.45	3.50	3.121
800		15.06	3.52	3.00	Numune Dağıldı		

Çizelge 4.1. c) Fe₂TiAl intermetalik malzemenin mikrodalga sinterleme şartları ve numunenin özellikleri

Sıcaklık (°C)	Süre (Dk)	Sinterleme işleminden önce			Sinterleme işleminden sonra		
		Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Ağırlık (gr)	Çap (mm)	Kalınlık (mm)	Ağırlık (gr)
500	90	15.02	3.42	2.989	15.02	3.43	2.986
600		15.02	3.42	2.989	15.05	3.55	2.987
700		15.02	3.55	3.00	15.15	3.55	3.00

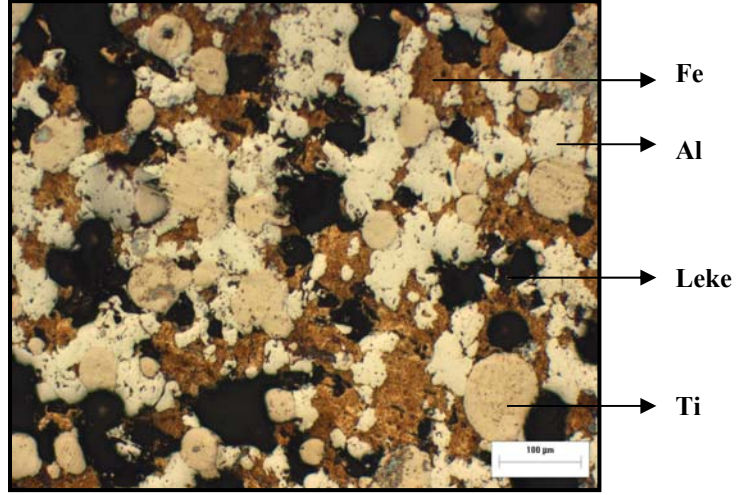
4.2. Mikro Yapı ve SEM Analizi

T/M yöntemi ile üretilen Fe_2TiAl intermetalik numunelerin mikro yapılarının incelenmesi için optik mikroskopta fotoğrafları çekilmiştir. Numunelerin mikro yapılarının belirlenmesi ve yüzey fotoğraflarının eldesi polarizen mikroskopta yapılmıştır. Mikro yapının incelenmesi ve yüzeyde meydana gelen değişimi en iyi düzeyde analiz etmek için bütün numuneleri belli bir ön hazırlık aşamasından geçirmek gerekliydi. Numuneler önce 320, 400, 600, 800 ve 1200 numaralı zımparalar ile sırası ile zımparalanmıştır. Sonra numuneler parlatma yapıldıktan sonra alkol ile yıkanıp kurutularak yüzeyin pürüzsüz ve parlak bir hal alması sağlandı. Bu işlemler bütün Fe_2TiAl intermetalik numunelerine ayrı ayrı uygulandı ve optik mikroskopta mikro yapılar, gözenek yapılarındaki oluşumlar incelendi.

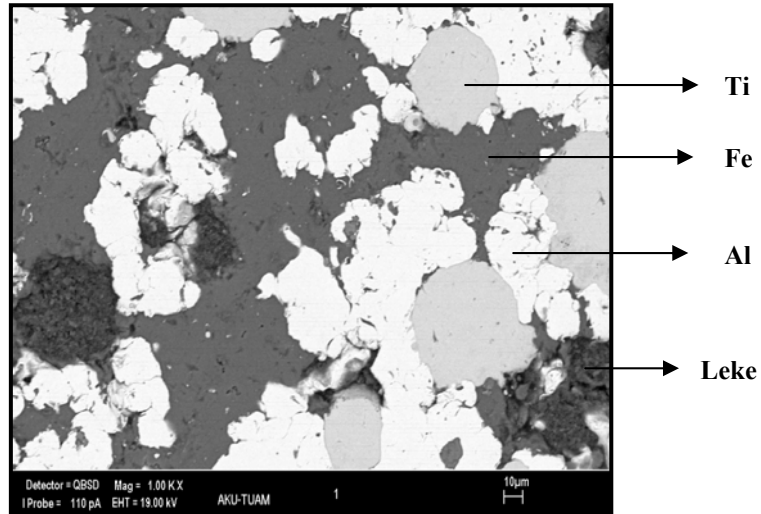
İkinci aşamada ise numunelerin farklı oranlarda büyütülmüş fotoğrafları Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) elde edilmiştir. Bütün numunelerin mikro yapıları ve yüzeylerinde meydana gelen değişimler, gözenek yapıları, mikro yapı dönüşümleri SEM çalışması ile daha iyi bir sonuç elde edilmeye çalışılmıştır.

T/M yöntemi ile üretilen Fe_2TiAl intermetalik numunelerin mikro yapılarının incelenmesi ve SEM fotoğraflarının analizli aşağıda verilmiştir. Aşağıda yer alan bütün fotoğraflarda matris fazını Al oluşturmakta ve bu faz içerisinde Fe-Ti tozları sinterlenmiş bir biçimde homojen bir dağılım göstermektedir. Fotoğraftaki kahverengi bölgeler demir fazını, beyaz bölgeler alüminyum fazını, sarı bölgeler ise titanyum fazının bulunduğu yerleri temsil etmektedir. SEM de çekilen fotoğraflarda ise; siyah bölgeler demir fazını, beyaz bölgeler alüminyum fazını, gri bölgeler ise titanyum fazını göstermektedir.

Şekil 4.1' de mikro yapı ve SEM görüntüleri verilen numuneler, 500 °C' de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeleri yapılmıştır. Sinterleme sıcaklığı sabit olmasına rağmen sinterleme süresinin artmasıyla, matris fazındaki Fe ve Ti' un daha kuvvetli bağlarla Al' a bağlandığını göstermektedir. Basma testi sonuçlarına baktığımızda, sonuçların yüksek çıkması bu tezi doğrulamaktadır.

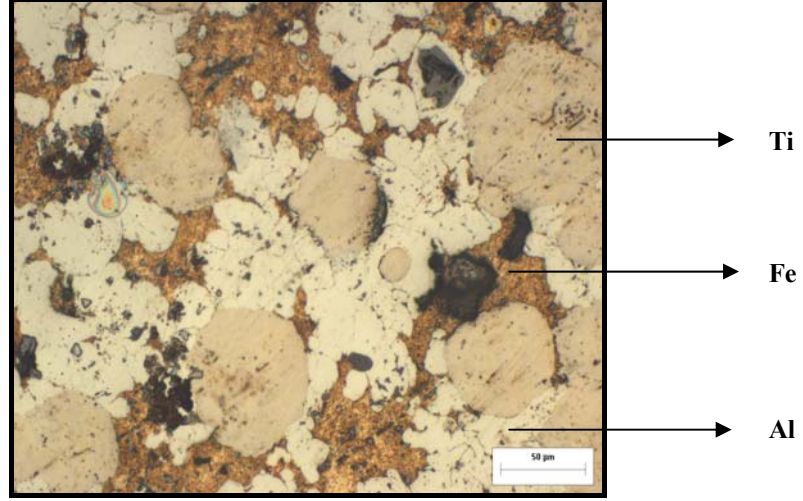


Şekil 4.1. a) 500 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

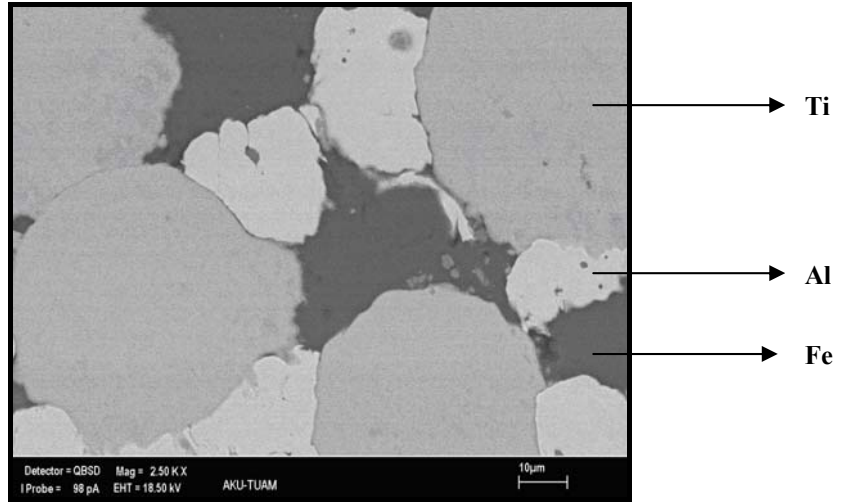


Şekil 4.1. b) 500 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapı SEM incelemesi

Sinterleme sıcaklığı sabit olmasına rağmen sinterleme süresinin artmasıyla, matris fazındaki Fe ve Ti' un daha kuvvetli bağlarla Al' a bağlandığını göstermektedir.

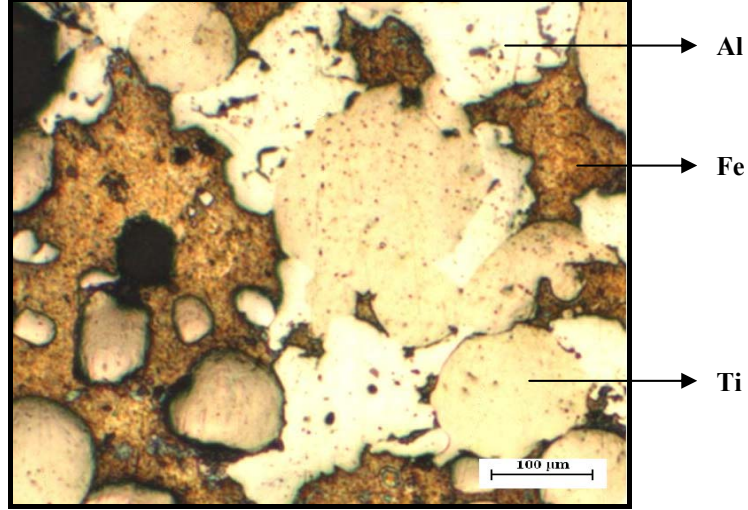


Şekil 4.2. a) 500 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

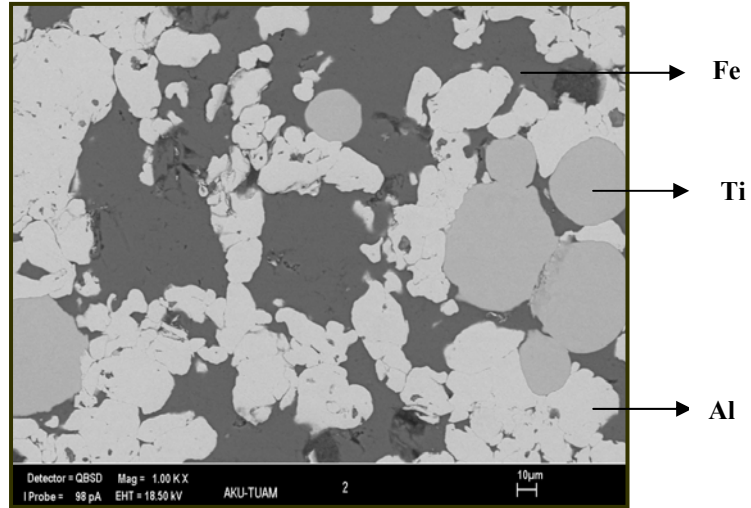


Şekil 4.2. b) 500 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapı SEM incelemesi

Sinterleme sıcaklığı sabit olmasına rağmen sinterleme süresinin artmasıyla, matris fazındaki Fe ve Ti' un daha kuvvetli bağlarla Al' a bağlandığını göstermektedir. Basma testi sonuçlarına baktığımızda, sonuçların yüksek çıkması bu tezi doğrulamaktadır.

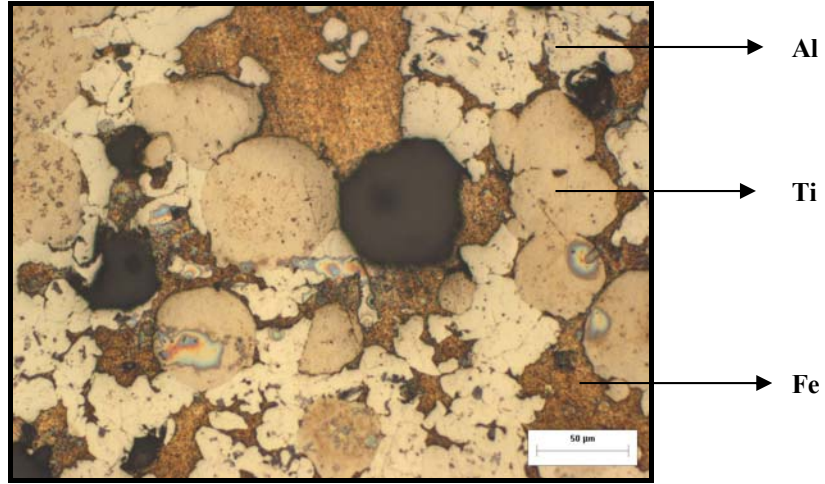


Şekil 4.3. a) 500 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

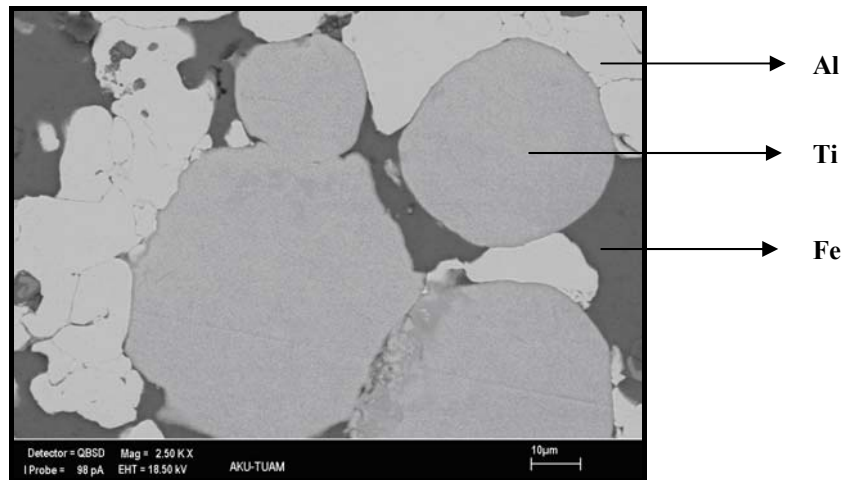


Şekil 4.3. b) 500 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapı SEM incelemesi

Şekil 4.4.' de mikro yapı ve SEM görüntüleri verilen numuneler, 600 °C de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeleri yapılmıştır. Bu sinterlemeler sonrasında, sinterleme süresinin artması sonucunda basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmuştur.

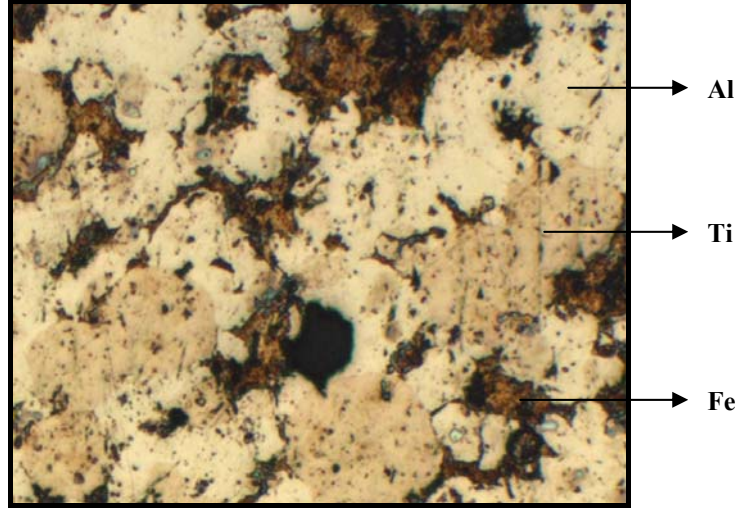


Şekil 4.4. a) 600 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

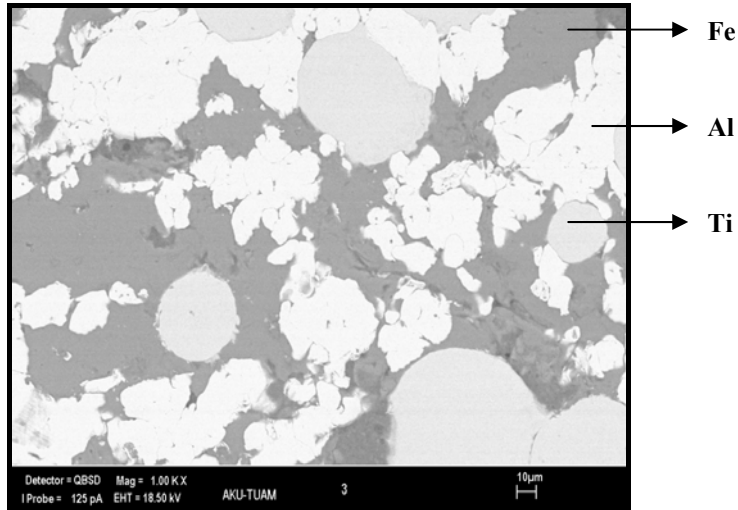


Şekil 4.4. b) 600 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapı SEM incelemesi

Sinterlemeler sonrasında, sinterleme süresinin artması sonucunda basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmasındır.

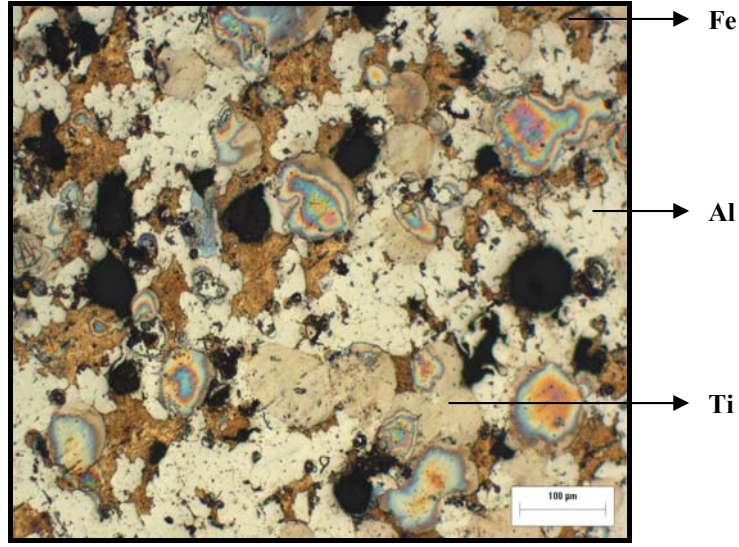


Şekil 4.5. a) 600 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalığının mikro yapısı

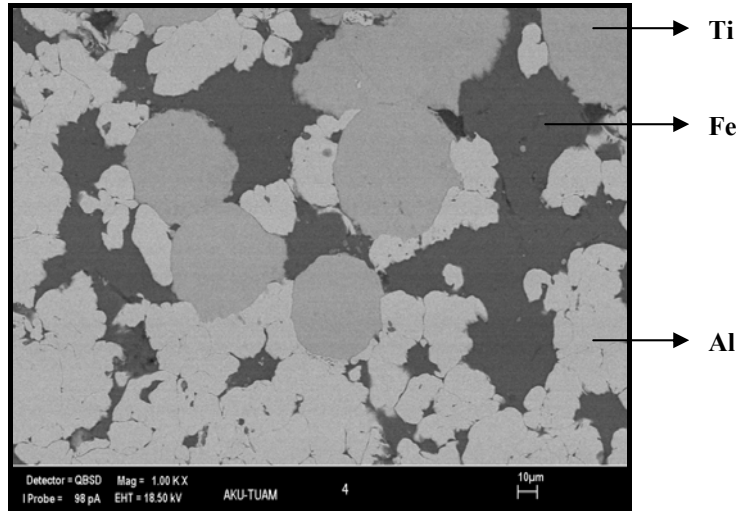


Şekil 4.5. b) 600 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalığının mikro yapı SEM incelemesi

Sinterlemeler sonrasında, sinterleme süresinin artması sonucunda basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmasındır.

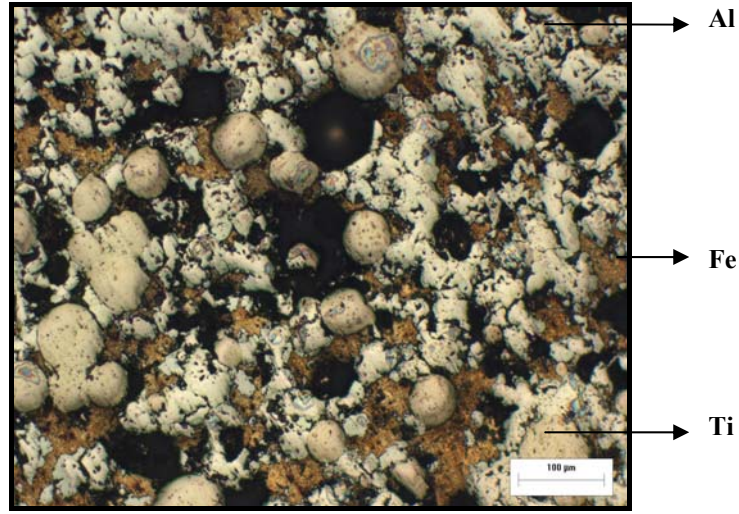


Şekil 4.6. a) 600 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe_2TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

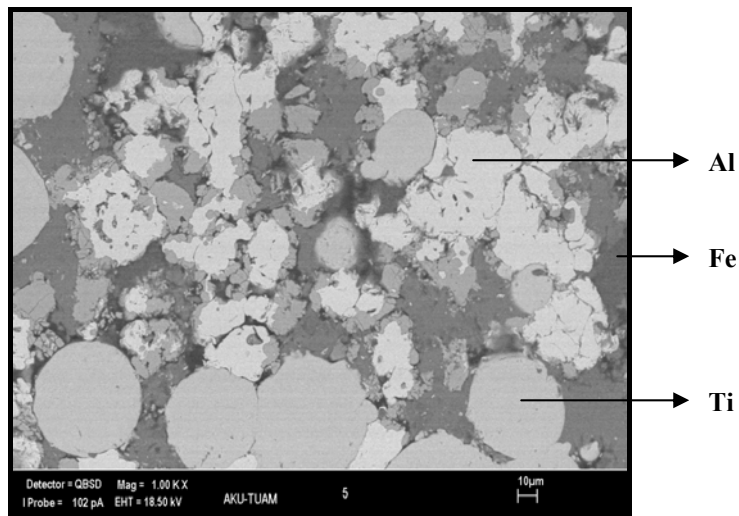


Şekil 4.6. b) 600 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe_2TiAl intermetalliğinin mikro yapı SEM incelemesi

Şekil 4.7.' de mikro yapı ve SEM görüntüleri verilen numuneler, 700 °C de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeleri yapılmıştır. Sinterleme sonucunda; 600 °C de sinterlenen numunelerle aynı sonuçların elde edildiği görülmüştür. Sabit sıcaklıkta, üç ayrı saatte yapılan sinterlemelerde, sinterleme süresinin artması sonucunda basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmaktadır.

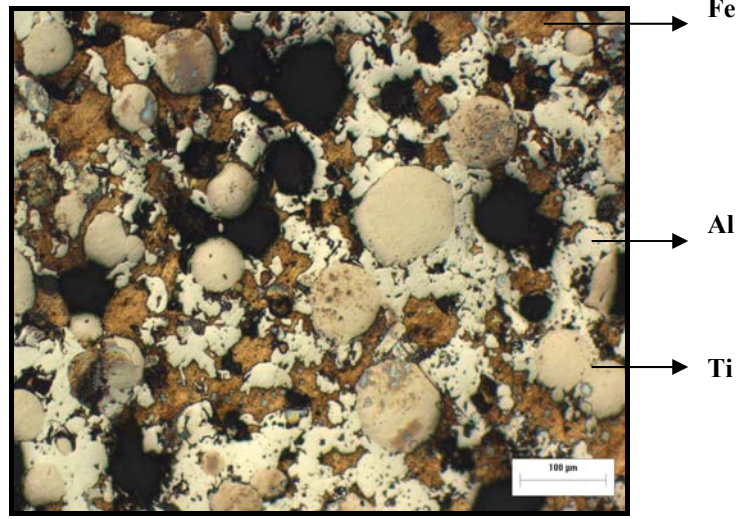


Şekil 4.7. a) 700 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

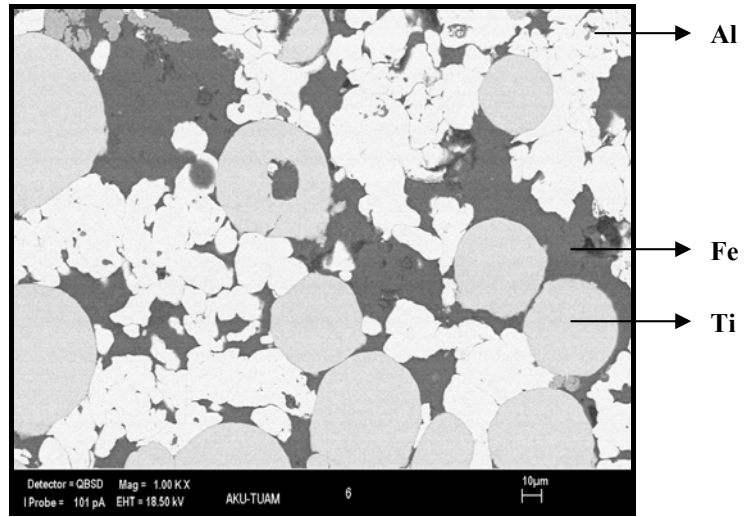


Şekil 4.7. b) 700 °C 30 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapı SEM incelemesi

Sabit sıcaklıkta yapılan sinterlemelerde, sinterleme süresinin artması sonucunda basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmaktadır.

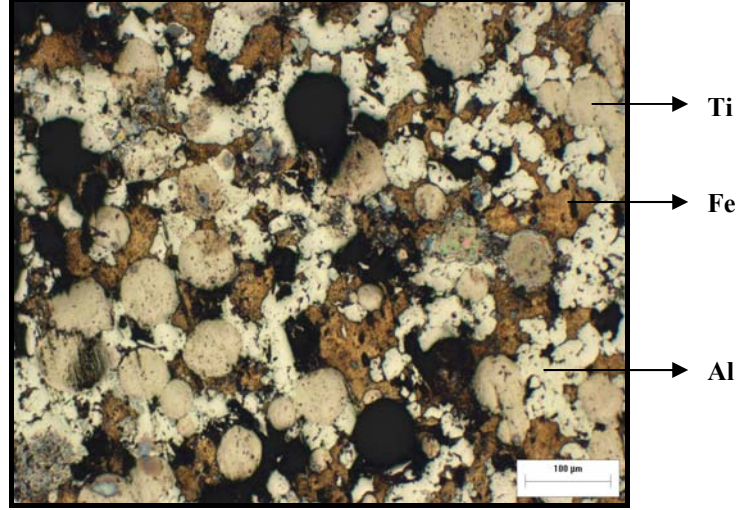


Şekil 4.8. a) 700 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı

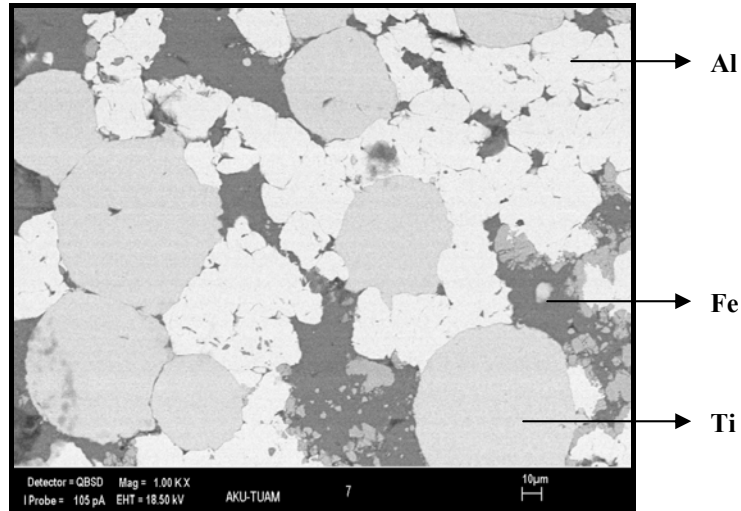


Şekil 4.8. b) 700 °C 60 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalliğinin mikro yapısı SEM incelemesi

Sabit sıcaklıkta yapılan sinterlemelerde, sinterleme süresinin artması sonucunda basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmaktadır.



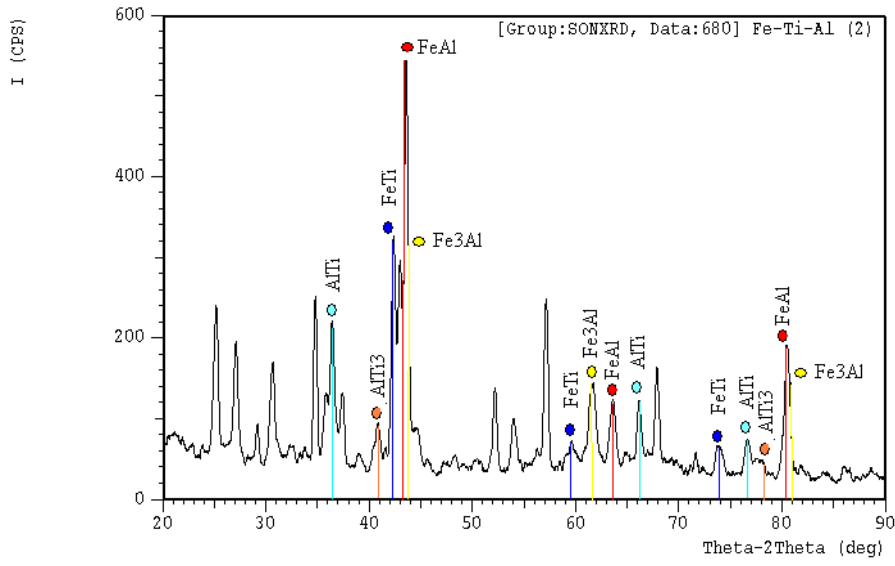
Şekil 4.9. a) 700 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalığının mikro yapısı



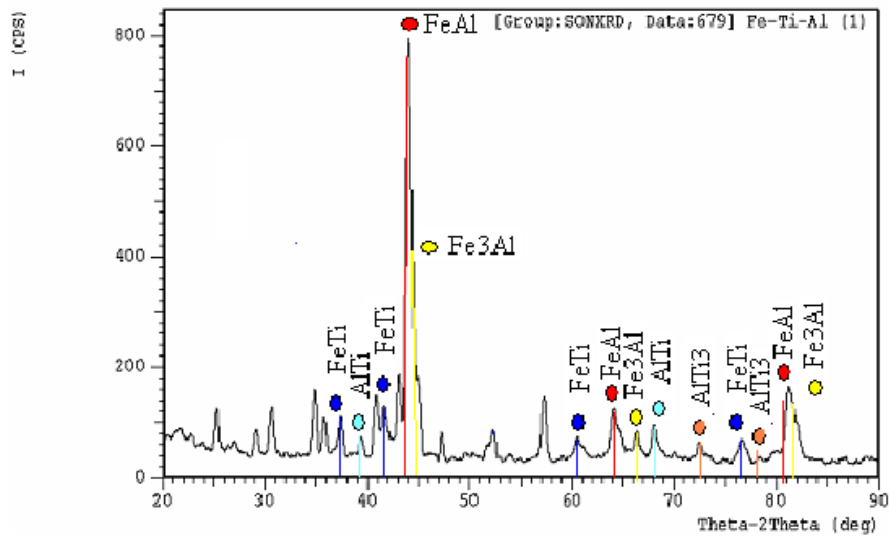
Şekil 4.9. b) 700 °C 90 Dk sinterlenmiş Fe₂TiAl intermetalığının mikro yapısı SEM incelemesi

4.3. XRD Analizi

Şekil 4.10.'da gösterilen Fe_2TiAl intermetalığının XRD sonuçlarına göre çeşitli pik aralıklarında $FeAl$, Fe_3Al , $FeTi$, $AlTi_3$, $AlTi$ fazlarına rastlanmıştır. SEM'de analiz edilen bütün numuneler XRD analizleri ile Fe,Ti,Al birbirileriyle etkileşimleri yapı içerisindeki dağılımları ve bu elementlerin birbirleriyle çözünüp çözünmediği incelenmiştir.



Şekil 4.10. a) %60 Fe+%25.5 Ti+%14.5 Al intermetalığının XRD analizi



Şekil 4.10. b) %60 Fe+%25.5 Ti+%14.5 Al intermetalığının XRD analizi

4.4. Basma Testi

Basma testleri instron çekme-basma deney cihazında yapılmıştır. Her bir Fe₂TiAl intermetalik numuneler deney düzeneğine yerleştirmeden önce, küresel yatağın ayakları kontrol edilmiştir. Yükleme tablaları ve deney numunesinin yüzeyli iyice silinerek temizlendi ve deney numunesi alt tablanın üzerine yerleştirilmiştir. Test numunesi eksenini ile küresel yatak üzerindeki tablanın basınç merkezi aynı olacak biçimde gerekli ayarlamalar yapılmıştır. Numunelere uygulanacak kuvvetin yüzeye eşit dağılımını sağlamak için, oynak tabla numune yüzeyine tamamen temas edecek biçimde ayarlanmış ve yükleme işlemine başlanmıştır.

Basma testi sonuçları Çizelge 4.2.' de görüldüğü gibi, sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500 °C sinterleme süresinin 90 Dk olduğu ve bu sıcaklıkta üretilen numunelerde maksimum basma dayanımının (6.031 N/mm²) elde edildiği görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500°C sinterleme süresinin 30 Dk olduğu numunede ise minimum basma dayanımına (1,18 N/mm²) elde edildiği görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının artması ile basma dayanımı düşmektedir. Çünkü yüksek sıcaklıkta sinterleme, malzeme bağlarını zayıf hale getirmektedir.

Çizelge 4.2. Fe₂TiAl intermetalığının basma deneyi test sonuçları

Sıcaklık °C	Basma (N/mm ²)		
	30 Dk	60 Dk	90 Dk
500 °C	1.18	4.58	6.031
600 °C	3.55	5.51	5.11
700 °C	3.83	5.63	4.54
800 °C	Numuneler dağıldığı için işlem yapılmadı		

4.5. Sertlik Testi

Bu teste baskı elemanı olarak tepe açısı 136° olan elmas kare piramit kullanıldı. P yükü ile malzemeye bastırılan piramit ucun bıraktığı dörtgen izin köşegenleri ölçülerek hesaplanan ortalama köşegen uzunluğu formülde yerine konarak sertlik değerleri bulunmuştur. Gerekli ağırlıklar takıldıktan sonra baskı ucu mengenede bağlı olan numune üzerine getirilir. Baskı ucunun numune üzerine temas etmesinden itibaren test başlamıştır. Yükün numune üzerinde kalma süresi 20 saniyedir. Bu süre sonunda baskı ucu numune üzerinden kaldırılır ve deney bitirilir. Ancak bu ölçümün sonucunun doğruluğu bakımından numunenin en az üç farklı noktasına uygulanması gerekir. Çalışmanın bu bölümünde numunelerin sertlik değerleri tespit edilmiştir. Her bir numunenin 5 ayrı bölgesinden alınan sertlik değerleri çizelge 4.3.' de verilmiştir. Çizelge 4.3. incelendiğinde ortalama sertlik değeri hesaplanmış ve en iyi sertlik değeri 500 °C için 90 Dk sinterlenen numunede 134.14 HV olduğu tespit edilmiştir. Sinterleme sıcaklığının 600 °C sinterleme süresinin 90 Dk olduğu numunede ise en düşük sertlik değerine 59.2 HV sahip olduğu görülmüştür. 800 °C de sinterleme işlemi gerçekleştirilemediği için herhangi bir sertlik ölçümü yapılamamıştır. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla sertlik değerlerinin azaldığı gözlenmiştir.

Çizelge 4.3. Fe₂TiAl intermetalikliğinin sertlik testi sonuçları

Sıcaklık °C	Sertlik (HV)			Toplam (HV)		
	30 Dk	60 Dk	90 Dk	30 Dk	60 Dk	90 Dk
500 °C	175	143	188	102,5	100,2	134,14
	152	137	166			
	81	63	87			
	41.3	72	132			
	63.2	86	97.7			
600 °C	146	135	85.8	88,6	106,84	59,2
	133	127	79			
	55	74	41			
	48	91.2	34.6			
	61	107	55.6			
700 °C	107	148	83	78,34	90,64	68,1
	95	133	86			
	77	69	66			
	52	48.8	48.8			
	60.7	54.4	56.7			
800 °C	Numuneler dağıldığı için işlem yapılmadı					

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1.Sonuçlar

Bu çalışmada, Fe₂TiAl alaşımını genel yapısı incelenmiştir. Son yıllarda T/M alanındaki araştırmalar kullanım alanlarındaki malzemelerin yapısını geliştirmiştir. T/M yöntemi ile üretilen numuneler, fiziksel, mekanik ve metalografik özellikleri araştırılmıştır. Toz metalürjisi yöntemiyle imal edilen Fe₂TiAl alaşımlarının sıkıştırma sonrası çap ve ağırlıkları ölçülmüş, aynı sinterleme koşullarında sinterleme sonrası çap, boyut değişimi ve ağırlıkları incelenmiştir. Basma ve setlik deneyleri sonrası mukavemet dereceleri belirlenmiştir. Optik mikroskop, SEM ve XRD sonuçlarından ise mikro yapıları hakkında bilgi toplanmıştır.

500 °C, 600 °C, 700 °C' de 30 Dk, sinterlenen numunelerin genelde çaplarında ve ağırlıklarında fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Fakat 700 °C de 30 Dk sinterlenen numunenin çapında ve ağırlığında diğer iki numuneye göre biraz artış oluğu saptanmıştır. 800 °C' de 30 Dk sinterlenen numune dağıldığı için herhangi ölçüm alınamamıştır. 500 °C, 600 °C,700 °C de 60 Dk, sinterlenen numunelerin genelde çaplarında ve ağırlıklarında fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Fakat 700 °C de 60 Dk sinterlenen numunenin çapında ve ağırlığında diğer iki numuneye göre biraz artış oluğu saptanmıştır. 800 °C' de 60 Dk sinterlenen numune dağıldığı için herhangi ölçüm alınamamıştır. 500 °C, 600 °C, 700 °C' de 90 Dk, sinterlenen numunelerin genelde çaplarında ve ağırlıklarında fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. 800 °C 90 Dk sinterlenen numune dağıldığı için herhangi ölçüm alınamamıştır.

Mikro yapı incelemeleri, SEM ve XRD analizlerinden şu sonuç çıkmıştır. Mikroskopta ve SEM de çekilen bütün fotoğraflarda matris fazı Al oluşturmakta ve bu faz içerisinde Fe-Ti tozları sinterlenmiş bir biçimde homojen bir dağılım göstermektedir. 500 °C de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeler sonucunda; sinterleme sıcaklığı sabit olmasına rağmen, sinterleme süresinin artmasıyla, matris fazındaki Fe ve Ti' un daha kuvvetli bağlarla Al' a bağlandığı görülmüştür. 600 °C ve 700 °C de 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeler sonucunda; sinterleme süresinin artmasıyla birlikte basma

mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmasındır. XRD sonuçlarına göre çeşitli pik aralıklarında FeAl, Fe₃Al, FeTi, AlTi₃, AlTi elementlerine rastlanmıştır.

Basma deney sonucunda; sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500 °C, sinterleme süresinin 90 Dk olduğu ve bu sıcaklıkta üretilen numuneler üzerinde maksimum basma dayanımının (6.031 N/mm²) elde edildiği görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500°C sinterleme süresinin 30 Dk olduğu numunede ise minimum basma dayanımına (1,18 N/mm²) elde edildiği görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının artması ile basma dayanımı düşmektedir. Çünkü yüksek sıcaklıkta sinterleme, malzeme bağlarını zayıf hale getirmektedir.

Sertlik değerlerine bakıldığında şu sonuç elde edildi; sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500 °C sinterleme süresinin 90 Dk olduğu numunede en iyi sertlik değerlerinin (134,14 HV) elde edildiği görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının 600 °C sinterleme süresinin 90 Dk olduğu numunede ise en düşük sertlik değerine (59.2 HV) ulaşıldığı görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla sertlik değerlerinin azaldığı gözlenmiştir.

Deneysel çalışmalar sonrası elde edilen sonuçları aşağıdaki gibi özetleyebiliriz:

- 500 °C, 600 °C, 700 °C’ de 30 Dk, sinterlenen numunelerin genelde çaplarında ve ağırlıklarında fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Fakat 700 °C de 30 Dk sinterlenen numunenin çapında ve ağırlığında diğer iki numuneye göre biraz artış oluğu saptanmıştır.
- 800 °C’ de 30 Dk sinterlenen numune dağıldığı için herhangi ölçüm alınamamıştır.
- 500 °C, 600 °C, 700 °C de 60 Dk, sinterlenen numunelerin genelde çaplarında ve ağırlıklarında fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Fakat 700 °C de 60 Dk sinterlenen numunenin çapında ve ağırlığında diğer iki numuneye göre biraz artış oluğu saptanmıştır.

- 800 °C’ de 60 Dk sinterlenen numune dağıldığı için herhangi ölçüm alınamamıştır.
- 500 °C, 600 °C, 700 °C’ de 90 Dk, sinterlenen numunelerin genelde çaplarında ve ağırlıklarında fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Fakat 700 °C de 90 Dk sinterlenen numunenin çapında biraz artış olduğu saptanmıştır.
- 800 °C 90 Dk sinterlenen numune dağıldığı için herhangi ölçüm alınamamıştır.
- Sinterleme argon gazı altında yapılarak oksitlenme önlenmeye çalışılmıştır.
- Mikroskopta ve SEM de çekilen bütün fotoğraflarda matris fazı Al oluşturmakta ve bu faz içerisinde Fe-Ti tozları sinterlenmiş bir biçimde homojen bir dağılım göstermektedir.
- 500 °C de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeler yapılmış sonucunda; sinterleme sıcaklığı sabit olmasına rağmen sinterleme süresinin artmasıyla, matris fazındaki Fe ve Ti’ un daha kuvvetli bağlarla Al’ a bağlandığı görülmüştür.
- 600 °C de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeler yapılmış sonucunda; sinterleme süresinin artmasıyla basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni ise; yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılması matris fazın dağılımına neden olmasındır.
- 700 °C de 30 Dk, 60 Dk ve 90 Dk süreyle sinterlemeler yapılmış sonucunda; sinterleme süresinin artmasıyla basma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir. 600 °C de sinterlenen numunelerle aynı sonuçlar elde edilmiştir.
- XRD sonuçlarına göre ise; çeşitli pik aralıklarında FeAl, Fe₃Al, FeTi, AlTi₃, AlTi elementlerine rastlanmıştır.

- Basma deneyi sonucunda; sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500 °C, sinterleme süresinin 90 Dk olduğu ve bu sıcaklıkta üretilen numuneler üzerinde maksimum basma dayanımının (6.031 N/mm²) elde edildiği görülmüştür.
- Sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500°C sinterleme süresinin 30 Dk olduğu numunede ise minimum basma dayanımına (1,18 N/mm²) elde edildiği görülmüştür.
- Sertlik değerlerine bakıldığında; sinterleme sıcaklığının yaklaşık 500 °C, sinterleme süresinin 90 Dk olduğu numunede en iyi sertlik değerlerinin (134.14 HV) elde edildiği görülmüştür.
- Sinterleme sıcaklığının 600 °C, sinterleme süresinin 90 Dk olduğu numunede ise en düşük sertlik değerine (59.2 HV) ulaşıldığı görülmüştür.

5.2. Öneriler

- Oksitlenmeyi önlemek için sinterleme kesinlikle koruyucu gaz ortamında gerçekleştirilmeli.
- Sinterleme sürecinde bekleme süresi dikkate alınmalıdır.
- Şekillendirmenin tek eksenli soğuk presleme yerine soğuk izostatik presleme ile yapılması presleme sonucu yapıdaki gözenekliliğin ortadan kalkmasını sağlayabilir.
- Deney sırasında gerekli koruyucu önlemler alınması gerekir.
- Bu tür deneylerin kolay gerçekleştirilmesi ve kapsamını genişletilmesi için gerekli tozların ülkemizde de üretilmesi gerekmektedir.

6. KAYNAKLAR

Akgün Seramik Sektöründe Kullanım Kapasitesinin Araştırılması, Anadolu Üniversitesi Mühendislik – Mimarlık Fakültesi Yüksek Lisans Tezi,

ASM Metals Handbook, 1991. Properties and Selections: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, Vol. 2, ASM International, USA, 1328 s.

ASM Metals Handbook, 1998. Powder Metallurgy and Applications, Vol. 7, ASM International, USA, 1145 s.

Bakan H., Toz Metalürjisi Yöntemi İle Üretilen Cu-%25Cr Elektrik Kontak Malzemesinin Sinterleme Davranışlarının incelenmesi, Doktora Tezi., İ.T.Ü.,

Baker I., George E.P., The Mechanical Properties of FeAl Materials Society Symp. Vol 552, 1999

Balasubramaniam R., Hydrogen in Iron Aluminides, Journal of Alloys and Compound 330-332, 2002, 506-510.

Bradbury, S., Powder Metallurgy Equipment Manual, 1986, U.S.A.

Burke J.E. ve Rosolowski J.H., 2000 Sintering J. Eur. Ceram. Soc. 08, 758-769

Cohron J. W. , Lin Y., Zee R. H., George E. P. Ductility and Fracture of FeAl Effects of Composition and Environment Materials Society Symp, 1999

Coşar İ., Demir Tozlarının Sinterlenmesi, Bitirme Tezi, İ.T.Ü., 1997.

Deevi S. C., Sikka V. K., Maziasz P. J., Chan R. W., International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties and Applications: Proceedings from Materials Week 96, 7-9 Eylül, 1996, Cincinnati

- Donachie M.J., 2000. Titanium a Technical Guide, The Material Information Society, Second Edition, USA, 381 s.
- Erdoğan M, 2001. Mühendislik Alaşımının Yapı ve Özellikleri, 2. Baskıdan Çeviri, Cilt 2, Ankara, 600 s.
- Froes F.H., Eylon D. and Bombergers Eds., 1985. Titanium Technology: Presents Status and Future Trends, TDA, Dayton, OH.
- German R. M., 1986. Particle Packing Characteristics, MPEF, Princeton, New Jersey.
- German R.M., 1996. Sintering Theory and Practice, The Pennsylvania State University, Awiley-Interscience Publication, Pennsylvania.
- Gülsoy Ö., Toz Metalürjisi ile Üretilen Demir Esaslı Yapısal Parçaların Mekanik Özellikleri, Master Tezi, Marmara Ün.,1999.
- Hirschhorn J. S., 1969. Introduction to Powder Metallurgy, American Powder Metallurgy Institute. New Jersey.
- Ikeda O., Ohnuma I., Kainuma R., Ishida K., Phase Equilibria and Stability of Ordered BCC Phase in The Fe-Rich Partion of the Fe-Al System Intermetallics, 9,2001, 755-761
- Leyen C., Peters M., 2003. Titanium and Alloys, Fundamentals and Applications, Wiley-Vch, Köln, Gemany, 513 s.
- Liu C.T. , Stiegler J. O., Metals Handbook, 10th ed. Vol 2, 913-942 1993
- Liu C.T. , Stiegler J. O. Metals Handbook, 8th, ed. Vol 8, 252-338,1993

Madan D.S.; GERMAN, R.M., Quantitative Assessment of Enhanced Sintering Concept, Powder Metallurgy, 33 (1990) 45-52

Madan D.S., Enhanced Sintering and Property Improvement in Ferrous P/M Compacts, The International Journal of Powder Metallurgy, 27 (1991) 33 9-345

Öveçoğlu L., Toz Metalürjisi: Tarihsel Gelişim, Üretim Aşamaları ve Yeni Eğilimler, 9. Uluslar arası Metalürji - Malzeme Kongresi, 1997.

Palacı Y., 2001, Alüminanın Özelliklerine, Şekillendirme Yönteminin, Katkıların ve Sinterleme Sıcaklığının Etkisi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, sayfa 3-49

Production Sintering Practices for P/M Materials, Metals Handbook V7, 1998

Roll K. H., 1984. Powder Metal Technologies and Applications , Metals Handbook 9th Edition, Vol. 7, ASM Metals Park, Ohio.

Sikka V.K., Wilkening D., Liebetrau J., Mackey B., Melting and Casting of FeAl-Based Cast Alloy, Materials Science and Engineering A 258, 1998, 229-235

Sutton W. H., Microwave Processing of Ceramic Materials, Ceramic Bulletin, Vol. 68, No.2, 1989

Yıldız K. and Alp A., Using of Microwave in Metallurgical Processes, Metalurji TMMOB, Vol.24, No.125, 1300-4824, 1999

7. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : İsmail GÜNGÖREN

Doğum Yeri : Afyonkarahisar

Doğum Tarihi : 05/09/1981

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce



Eğitim Durumu

Lise : Afyon Lisesi, 1998

Lisans : Süleyman Demirel Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Makine Eğitimi Bölümü Tesisat Öğretmenliği, 2006

Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal Eğitimi Ana Bilim Dalı, 2008

Diğer Konular

Süleyman Demirel Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi VI. Öğrenci Sempozyumu 'Çelikleri Yorulma Analizi' konulu sunum.