

**KİMYASAL METODLA NİKEL KAPLANMIŞ
TUNGSTEN KARBÜR TOZLARI KULLANILARAK
SERAMİK- METAL KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ
ve ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Fatih ÇOLAK

Danışman
Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL

METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

Ağustos 2004

T.C.
AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYASAL METODLA NİKEL KAPLANMIŞ
TUNGSTEN KARBÜR TOZLARI KULLANILARAK
SERAMİK- METAL KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ
ve
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Fatih ÇOLAK

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Metal Eğitimi Anabilim Dalı

Danışman
Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL

Afyon
2004

Fatih olak' ın yksek lisans tezi olarak hazırladıđı “Kimyasal Metodla Nikel Kaplanmış Tungsten Karbr Tozları Kullanılarak Seramik- Metal Kompozit Malzeme retimi ve zelliklerinin İncelenmesi” bařlıklı bu alıřma, lisansst ynetmeliđinin ilgili maddesi uyarınca deđerlendirilerek oy birliđi ile kabul edilmiřtir.

17 / 08 / 2004

Jri yesi : Prof. Dr. Galip Said
(Bařkan)

Jri yesi : Yrd. Do. Dr. Ayhan EROL
(Danıřman)

Jri yesi : Do. Dr. Sleyman Tařgetiren

Fen Bilimleri Enstits Ynetim Kurulu'nun Gn ve
..... sayılı kararı ile onaylanmıřtır.

Do. Dr. Recep ASLAN
Enstit Mdr

**KİMYASAL METODLA NİKEL KAPLANMIŞ
TUNGSTEN KARBÜR TOZLARI KULLANILARAK
SERAMİK- METAL KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ**
ve
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Bu çalışmada kimyasal metodla nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) tozları kullanılarak seramik- metal kompozit malzeme üretimi ve bu üretilen kompozitin özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada 7µm boyutunda tungsten karbür (WC) tozu, 20 µm boyutunda alüminyum (Al) tozu ve kaplama banyosunda da nikel elde etmek için NiCl₂.6H₂O (Nickel chloride) kullanılmıştır.

İki farklı kompozisyon electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama yöntemiyle nikel kaplanmaya çalışılmıştır. İlk kompozisyonda tungsten karbür (WC) ve alüminyum (Al) tozlarını, ikinci kompozisyon ise tungsten karbür (WC) tozu kullanılmıştır. İkinci olarak hazırlanan toz karışımında ağırlıkça % 70 oranda tungsten karbür (WC) tozu ve kaplamadan gelecek nikel oranı %30 olarak düşünülmüştür. Böylece çok seramik az metal tozu karışımında seramik- metal kompoziti hedeflenmektedir. Sinterleme sistemi olarak geçici sıvı faz sinterlemesi seçilmiştir.

Sinterleme öncesi ve sonrası numunelere SEM, EDX, DTA-TG ve Mikro Sertlik(HV) analizleri yapılmıştır. Sinterleme sıcaklığı olarak 1150 °C tesbit edilmiş ve bu sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin ortalama sertliği 239,8 HV elde edilmiştir. Sertliğin düşük olması numunenin mikro yapısından anlaşıldığı üzere yüksek gözeneklilikten kaynaklanmıştır.

Anahtar Kelimeler : Toz Metalurjisi, Kompozit Malzemeler, Elektrik Akımsız Nikel Kaplama

**PRODUCTION and ANALYSIS OF CERAMIC- METAL COMPOSITE
MATERIAL by USING TUNGSTEN CARBIDE POWDERS COATED
with NICKEL by CHEMICAL TECHNIQUE**

ABSTRACT

In this study, the production and properties of ceramic-metal composites produced using WC powders that are Ni coated by a chemical method. Chemical bath contained $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Nickel chloride) from which Ni atoms dissociate or released to bath. Using this bath 7 μm WC and 20 μm Al powders are treated.

In this study, electroless coating was attempted to two different mixture; first mixture contained WC and Al powders, while the second mixture contained only 70% WC the remaining was assumed Ni from chemical bath. Hence, high percentage of ceramic powder mixed with metal powder was the target composition to produce metal matrix composite. Liquid phase sintering was chosen as sintering media.

SEM, EDX, DTA-TG and micro-hardness analysis have been investigated. Best sintering temperatures , 1150 $^{\circ}\text{C}$, obtained after thermal analysis. After sintering; 239,8 HV has been found. Vickers hardness value showed us that the samples have high porosity.

Keywords : Powder Metallurgy, Composite Materials, Electroless Nickel Plating

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
KISALTMALAR DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ	3
3. TOZ METALURJİSİ	6
3.1 Toz Üretim Yöntemleri	7
3.1.1 Kimyasal Üretim Yöntemleri	7
3.1.2 Elektrolitik Yöntem	8
3.1.3 Mekaniksel Yöntem	8
3.1.4 Atomizasyon Yöntemi	9
3.2 Metal Tozlarının Özellikleri	10
3.2.1 Kimyasal Özellikler	10
3.2.2 Fiziksel Özellikler	10
3.3 Metal Tozlarının Endüstrideki Uygulama Alanları	10
3.4 Metal Tozlarının Şekillendirilmesi	11
3.4.1 Tozun Sınıflandırılması	12
3.4.2 Harmanlama ve Karıştırma	12
3.4.3 Yağlayıcı Katma	12
3.4.4 Metal Tozlarının Preslenmesi	13
3.5 Toz Kaplama	13
3.5.1 Elektrolitik Kaplama	14
3.5.2 Electroless (Elektrik Akımsız) Nikel Kaplama	15
3.6 Sinterleme	17
3.6.1 Katı Hal Sinterleme	19
3.6.2 Sıvı Faz Sinterlemesi	20
3.6.2.1 Sürekli Sıvı Faz Sinterlemesi	21

3.6.2.2 Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi	23
3.6.2.3 Reaksiyonlu Sinterleme	24
3.7 Toz Metalurjisi Uygulamaları	25
4. KOMPOZİT MALZEMELER.....	26
4.1 Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması	27
4.1.1 Polimer Matriksli Kompozitler.....	27
4.1.2 Seramik Matriksli Kompozitler.....	27
4.1.3 Metal Matriksli Kompozitler (MMK)	28
4.1.3.1 Partikül Takviyeli MMK Malzemelerin Üretim Yöntemleri ve Avantajları.....	28
4.1.3.2 Metal Matriksli Kompozit Malzemelerin Özellikleri ve Kullanım Alanları	29
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	31
5.1 Kullanılan Malzemeler	31
5.1.1 Tungsten Karbür (WC)	31
5.1.2. Nikel (Ni)	34
5.1.3 Alüminyum (Al).....	35
5.2 Numunelerin Hazırlanması	35
5.2.1 Electroless (Elektrik Akımsız) Nikel Kaplama İşlemi.....	35
5.3. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	38
5.3.1 Diferansiyel Termal Analiz (DTA).....	38
5.3.2 Presleme	39
5.3.3 Sinterleme	39
5.3.4 Yoğunluk Hesabı.....	40
5.3.5 Ark Fırını.....	40
5.3.6 Metalografik Analiz	41
5.3.6.1 SEM- EDX Analizi	41
5.3.6.2 Optik Mikroskop.....	42
5.3.7 Mikro Sertlik Analizi (Vickers Sertlik Analizi).....	44
6. DENEYSEL SONUÇLAR	45
6.1 Nikel Kaplanmış % 80 Tungsten Karbür + % 20 Alüminyum Tozlarının Deneysel Sonuçları.....	45

6.1.1 Sinterleme Öncesi SEM- EDX Analizi.....	45
6.1.2 DTA Analizi.....	47
6.1.3 Sinterleme	48
6.1.4 Ark Fırınında Ergitme.....	48
6.1.4.1 Mikro Sertlik Analizi (Vickers Sertlik Analizi).....	51
7.1.4.1Optik Mikroskop Analizi	51
6.2 Nikel Kaplanmış Tungsten Karbür Tozunun Deneysel Sonuçları.....	53
6.2.1 Sinterleme Öncesi SEM- EDX Analizi.....	53
7.2.2 DTA Analizi.....	56
6.2.3 Sinterleme Öncesi Ham Yoğunluk ve Sinterleme Sonrası Yoğunluk Değişim Sonuçları.....	57
6.2.4 Sinterleme	59
6.2.5 Mikro Sertlik Analizi (Vickers Sertlik Analizi)	65
7. TARTIŞMA ve SONUÇLAR.....	66
7.1 Öneriler.....	69
KAYNAKLAR	71
TEŞEKKÜR.....	76
ÖZGEÇMİŞ	77

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3.1 Mekanik öğütme ile toz üretiminin şematik gösterimi (German 1996)...	9
Şekil 3.2 Atomizasyon yöntemi (Turktoz.gazi.edu.tr 2004).....	9
Şekil 3.3 Elektrolitik kaplama banyosu	15
Şekil 3.4 Electroless nikel kaplama ile elektrolitik nikel kaplama arasındaki fark (Aclassmetal.com 2004).....	16
Şekil 3.5 Sıvı faz sinterlemesinde aşamaların gelişiminin gösterimi (Eremenko vd. 1970).	22
Şekil 5.1 Tungsten karbür' ün hexagonal kristal yapısı ○: W ⊗: C (Toth 1971)	31
Şekil 5.4 Hidrolik pres	39
Şekil 5.5 Tüp fırın	40
Şekil 5.6 Ark fırını	41
Şekil 5.7 Numune zımparalama ve parlatma cihazı.....	43
Şekil 5.8 Optik mikroskop	43
Şekil 6.1 Nikel kaplanmış tungsten karbür ve alüminyum tozlarının SEM görüntüsü.....	45
Şekil 6.2 Nikel kaplanmış tungsten karbür ve alüminyum tozlarının EDX analizi	46
Şekil 6.3 Nikel kaplanmış tungsten karbür ve alüminyum tozlarının DTA analizi	47
Şekil 6.4 Ark fırınında ergitilen tungsten karbür ve alüminyum tozlarının SEM ve EDX analiz sonuçları	49
Şekil 6.5 Ark fırınında ergitilen tungsten karbür ve alüminyum tozlarının SEM ve EDX analiz sonuçları	50
Şekil 6.6 Ark fırınında ergitilen numunenin optik mikroskop fotoğrafı (100X) ..	52
Şekil 6.7 Ark fırınında ergitilen numunenin optik mikroskop fotoğrafı (200X) .	52
Şekil 6.8 Ark fırınında ergitilen numunenin optik mikroskop fotoğrafı (500X) .	53
Şekil 6.9 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının SEM görüntüsü (10.000X)	54
Şekil 6.10 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının SEM görüntüsü (30.000X)	54
Şekil 6.11 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının EDX analizi.....	55

Şekil 6.12 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının DTA Analizi.....	56
Şekil 6.13 Normal atmosferde sinterlemek için hazırlanan numunelerin yoğunlukları	57
Şekil 6.14 Argon gazında sinterlemek için hazırlanan numunelerin yoğunlukları	58
Şekil 6.15 Normal atmosferde sinterlenen numunelerin yoğunlukları	58
Şekil 6.16 Argon gazında sinterlemek için hazırlanan numunelerin yoğunlukları	59
Şekil 6.17 1050 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş WC-Ni tozları (10.000X)	60
Şekil 6.18 1150 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş WC-Ni tozları (10.000X)	60
Şekil 6.19 1150 °C' de koruyucu gazsız ortamda sinterlenmiş WC-Ni tozları (10.000X)	61
Şekil 6.20 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından hazırlanan 1050 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş numunenin EDX analizi.....	62
Şekil 6.21 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından hazırlanan 1150 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş numunenin EDX analizi.....	63
Şekil 6.22 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından hazırlanan 1150 °C' de normal atmosferde sinterlenmiş numunenin EDX analizi	64

ÇİZELGELER DİZİNİ

Tablo 5.1 Tungsten karbürün (WC) özellikleri.....	31
Tablo 5.2 WC+ Al tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları	36
Tablo 5.3 WC tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları	36
Tablo 6.1 Ark fırınında ergitilen numunenin mikro sertlik değerleri	51
Tablo 6.2 Sinterleme öncesi numunelerin boyutları ve yoğunlukları	57
Tablo 6.3 Sinterleme sonrası numunelerin boyutları ve yoğunlukları.....	58
Tablo 6.4 Farklı sinterleme sıcaklığındaki numunenin mikro sertlik değerleri	65

KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklamalar</u>
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy (Enerji Dispersif Spektroskopi)
EDX	Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi
EN	Electroless Nickel
GSFS	Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi
HIP	Sıcak İzostatik Presleme
HRA	Rockwell A Sertlik
HRC	Rockwell A Sertlik
HV	Vickers Sertlik
MMK	Metal Matriksli Kompozitler
SEM	Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskop)
STA	Simultane Termal Analiz
TEM	Transmission Electron Microscope (Geçirimli Elektron Mikroskop)
TG	Termo Gravimetre (Isı Altında Ağırlık Değişimi)

1. GİRİŞ

Toz metalurjisi, metal tozlarından ve ondan kütleli gereçler ile şekillendirilmiş parçalar üretme teknoloji ve sanatıdır (Sarıtaş 1995). En geniş şekillendirme ve üretim işlemlerine sahip olan toz metalurjisi teknolojisinin; yüksek kaliteli, karmaşık şekilli parçaların istenilen toleranslarda çok az kayıpla ekonomik olarak üretilebilmesi, en önemli özelliklerinden biridir (Öveçoğlu 1997).

Son yıllarda teknolojinin hızla ilerlemesiyle havacılık, uzay ve otomotiv endüstrilerinde ve diğer alanlarda kullanılmak üzere hafif aynı zamanda üstün özelliklere sahip yeni malzemelere ihtiyaç hızla artmıştır. Uzay, havacılık ve otomotiv endüstrilerinde kullanılan malzemeler yüksek sıcaklık, sürtünme ve yüksek gerilimlere maruz kalmaktadır. Bu gibi malzemeler duyulan ihtiyaç kompozit malzeme üretiminin önemini bir defa daha ortaya koymuş ve araştırmacılar farklı teknik ve metot kullanarak bu konuda araştırmalara yön vermişlerdir. Ülkemizde yeni gelişen bu sektörde de dezavantajlar bulmak mümkündür. Örneğin en önemli dezavantajlarından biri maliyet olarak gösterilmektedir. Maalesef kompozit üretim maliyetinin yüksek olması ticari olarak kullanım alanlarını daraltmaktadır. Genel anlamda kompozit malzeme iki veya daha fazla farklı malzemelerin bir araya getirilmesiyle oluşturulan malzeme olarak tanımlanır. Tarife baktığımızda kompozit malzemelerin tarihçesinin çok eskiye dayandığını görebiliriz. Kompozit malzemeleri takviye fazının şekline göre sürekli ve süreksiz kompozit olmak üzere ikiye ayrılabilir. Sürekli takviye malzemeleri, süreksiz takviyelere göre pahalı ve üretimi de oldukça zor olan malzemelerdir. Buna karşılık süreksiz takviyeli kompozit malzemelerden daha yüksek dayanım sergilemektedirler. Sürekli takviye malzemeler fiberler ve metalik tellerdir. Bu tür takviyelendirilmiş malzemeler yüksek dayanımın istendiği uzay- havacılık endüstrisinde kullanılmaktadır.

Kompozit malzemeler matriks fazına göre de polimer, seramik ve metal matriksli malzemeler olarak sınıflandırılırlar. Matriks fazının özelliği takviye fazı ile matriks arasındaki ara yüzey ve özellikleri kompozit malzemelerin mukavemeti ile özellikleri üzerinde önem taşımaktadır.

Son yıllarda metal matriksli kompozit malzemelerin ticari olarak kullanım alanları hızla artmaktadır. Metal matriksli kompozit malzemelerin ticari olarak kullanım alanları hızla artmaktadır. Metal matriksli kompozit malzemenin metal ve alaşımlarına göre en önemli avantajı, yüksek mekanik özellikleri, aşınma direnci ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıklarda muhafaza edebilmeleridir.

Bu sayılan özelliklerden dolayı bu çalışma kompozit malzemelerden özellikle seramik- metal matriksli kompozit malzemelerin partikül takviyeli kompozitler üretimiyle olmuştur. Ancak üretim metodu klasik toz metalurjisi yöntemi dışında bir teknikle yapılmıştır. Yani seramik tozların metal tozu ile karıştırılması yerine seramik tozlarının metal tozu ile kaplanması şeklinde yapılmıştır. Burada kaplama tekniği electroless(elektrik akımsız) veya kimyasal yolla kaplama tekniği kullanılarak, kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Seçilen malzemenin özelliklerine bakıldığında, tungsten karbür ve nikel esaslı malzemeler tercih edilmiştir. Bilindiği gibi tungsten karbür(WC) kullanım alanları olarak Co, Cr, Al, Ni gibi elementlerle yapmış olduğu kompozitlerle endüstride önemli yer tutmaktadır. Buradan çıkışla sinterleme tekniği, kullanılan malzeme özellikleri ve numune hazırlama tekniği bakımından farklı, fakat ekonomik ve kolay üretimle cazibesi olan bir yöntemle WC+ Ni, WC+ Ni_xAl_y kompoziti üretimi yapılmıştır. Üretilen kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri, sertlik özelliklerinin incelenmesini bu çalışmada bulmak mümkündür.

Bu çalışmada kimyasal metotla nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) tozları kullanılarak seramik- metal kompozit malzeme üretimi ve bu üretilen kompozitin özellikleri incelenmiştir. Kaplama yöntemi olarak suda çözünebilen formüldeki Nickel chloride, Hydrazine hydrate asitli ortamında ve sıcaklık altında electroless(elektrik akımsız) nikel kaplanması araştırılmıştır. Kaplama sonrası toz metalurjisi yöntemiyle hazırlanan numunelerin sinterleme işleminden sonra çeşitli analizler yapılarak kaplama sonrası elde edilen malzemenin özellikleri incelenmiştir.

2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

Surender ve arkadaşları (2004) yapmış oldukları çalışmada elektroliz yoluyla nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) kompozitlerinin elektro kimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Çalışmalarında elektrolitik olarak nikel parçacıklarının tungsten karbür (WC) parçacıkları üzerine düzenli bir dağılım sergilediğini ve incelemelerinde farklı banyo sıcaklıklarının etkilerini tespit etmişlerdir. 50-60 °C' de 0,2 A/ cm² nikel parçacıklarının yaklaşık tane boyutunu hesaplamışlardır. Kullandıkları banyo ve pH' ın önemli rol oynadığı bu çalışmada da belirtilmiştir.

Sharma ve arkadaşları (1998) magnezyum alaşımlarını nikel kaplayarak malzemeye uygulanan ısıtma işlem sonrası malzemenin özelliklerini incelemişlerdir. Örneğin ısıtma işlem öncesi mikro sertliklerin 760- 785 HV arasındayken, 230 °C' de 2 saatlik ısıtma işlem sonrası bu sertliklerin 55- 65 HV arttığını bulmuşlardır. Ancak çalışmalarında kullanmış oldukları banyodan dolayı pür nikel yerine Ni₃P şeklinde olduğunu belirtmişlerdir.

Vélez ve arkadaşlarının çalışmalarında (1999) ise nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) kompozitinin sıvı faz sinterlemesinde farklı sıcaklıkları denemişler ve denemelerinde 1150 °C' de sertliğin maksimum yaklaşık olarak 78 HRA olduğu ve yoğunluk hesaplamasında ise 1100 °C' de 12, 75 g/ cm³ olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca elde ettikleri kompoziti Ni₂W₄C şeklinde olduğunu ve bunu Gidikova ve arkadaşlarının (1997) çalışmalarından referans göstermişlerdir.

Chen, Cao, Xu ve Zhu' nun yaptıkları çalışmada küçük silisyum karbür tozlarına electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama yöntemini (EN) uygulamışlardır. Energy dispersive spectrometry (EDS) ile yapılan çalışmada nano boyuttaki silisyum karbür (SiC) partiküllerinin davranışlarında electroless (elektrik akımsız) nikel kaplamanın önemli bir etkisinin olduğu görülmüştür. Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama sonucunda küçük karbürlerin transmission electron microscope (TEM)' de atomik yapıları incelenmiştir. Kaplanmış silisyum karbür (SiC) partiküllerinin çok sıkı olduğu görülmüştür.

Balasubramaniam ve Basu çalışmalarında Ni- WC kompozitlerinin electrodeposited kaplamanın elektrokimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Ni- WC kompozitinin kaplanmasında Watts banyosu yöntemi kullanılmıştır. Deney $50^{\circ}C$ de yapılmıştır. $50^{\circ}C$ yukarıdaki sıcaklıklarda WC partiküllerinin yığılmasında artış olduğu gözlemlenmiştir. Kaplama sırasında akım yoğunluğunun artması ile kaplanmayan WC partiküllerinin azaldığı yani kaplamanın daha iyi olduğu görülmüştür.

Kretz, Gacsi, Kovacs ve Pieczonka çalışmalarında alüminyum matriksli kompozitler için silisyum karbür (SiC) partiküllerinin üzerine nikelin electroless deposition kaplanmasını çalışmışlardır. Çalışmada üç farklı silisyum karbür (SiC) kullanılmıştır. Kaplama işlemine silisyum karbür (SiC) partiküllerinin ilave edilmesinin aşınmayı azalttığı görülmüştür. Partikül dağılımına bakıldığında yeniden güçlendirilmiş kompozitlerin kaplanmış ve kaplanmamış arasında önemli bir fark olmadığı görülmüştür.

Di Giampaolo, Ordonez, Gugliemacci ve Lira metal karbürlerin electroless yöntemiyle nikel-boron kaplanması üzerinde bir çalışma yapmışlardır. Çalışmada nikel- boron kaplamada tungsten karbür (WC) ve vanadyum karbür (VC) tozları üzerine electroless yöntemi ile kaplama durumları incelenmiştir. Metal ve metal olmayan malzemelerde düzgün şekillerde ve eşit kalınlıklarda metal kaplama elde etmek için bir işlem yürütülmüştür. Kaplama sırasında alkalın ve asit kaplama banyosu kullanılmıştır. Nikel- boron alaşımlarının sürtünmeleri, metal karbür kompozitlerinin bağlayıcı özelliği olduğundan çok geniş bir şekilde kullanım alanı sunulmuştur.

Małeckı ve Micek-Ilnicka çalışmalarında asit banyosu yardımı ile electroless nikel kaplama durumunu araştırmışlardır. Bu reaksiyonun kinetik durumları incelenerek, banyo için deneysel bir eşitlik geliştirmişlerdir. Hidrofosforit iyon bağlantılarının artması, pH değerinin artmasını sağlamaktadır. Kaplama oranının artması sıcaklıkla ilişkilendirilebilir. Aynı zamanda asetik asidin bağlantılarındaki artış, kaplama oranının azalmasına sebebiyet vermektedir. Bu etki nikel ve

hidrofosforitin iyon bağlarındaki azalmayla ifade edilmektedir. Bunun yanında katalizör yüzeyini emmesi ile bağlantılıdır.

Wu, Du, Chen, Li, Bai ve Jiang Ni-WC kompozitinin kaplanmasında tungsten karbür (WC) partiküllerinin aşınma direnci üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Ni- bor ve tungsten karbür (WC) kompozitinin kaplanmasında farklı lazer güç altında lazer kaplama hazırlanmıştır. Tungsten karbür (WC) partiküllerinin dağılımını SEM ile incelenmiştir. Deneysel çalışmada özellikle kaplamadaki gerilim konsantrasyonu ve çatlakları önlemek için, % 60 oranında tungsten karbür (WC) tozu kaplanmalıdır. Aynı zamanda gerilim konsantrasyonunu önlemek için yüksek nitelikli kaplama yapılmalıdır. Bu yöntemle yüksek nitelikli kaplama esnasında porozite ve çatlak olmasını engellemek için, kompozitin tek bir adımda kaplama yapılması ve tungsten karbür (WC) partiküllerinin en iyi düzeyde kullanılması gerekir.

3. TOZ METALURJİSİ

Toz metalurjisi, metal tozlarından ve ondan kütleli gereçler ile şekillendirilmiş parçalar üretme teknoloji ve sanatıdır (Sarıtaş 1995). En geniş şekillendirme ve üretim işlemlerine sahip olan toz metalurjisi teknolojisinin; yüksek kaliteli, karmaşık şekilli parçaların istenilen toleranslarda çok az kayıpla ekonomik olarak üretilebilmesi, en önemli özelliklerinden biridir (Öveçoğlu 1997).

Toz Metalurjisinde uygulanan üretim yöntemi, diğer metal şekillendirme yöntemlerinden tamamen farklıdır ve seramik parça üretim teknolojisine benzemektedir (Hausner ve Mal 1982).

Seramikler ile metal tozlarının şekillendirilmesi arasında bulunan en önemli fark, metal tozlarından üretilen ve daha sonra sinterlenen parçaların, uygulanan kuvvet altında şekil değiştirmelerinin kolay olmasıdır. Toz metalurjisi yöntemi ile malzeme üretimi genel olarak üç aşamada gerçekleştirilir. Bu aşamalar; tozun harmanlanması ve karıştırma, presleme ve sinterlemedir. Tozların harmanlanmasında ilk önce üretimi istenen malzemenin bileşimini oluşturan tozlar seçilmesidir. Toz seçiminde boyut, şekil, saflık ve diğer toz karakteristikleri önemli yer tutar. Bu parametreler malzeme üretiminin diğer aşamalarını da etkiler. Hazırlanan toz karışımları, daha sonra ham bir mukavemet kazanacak şekilde preslenirler. Presleme işlemi; oda sıcaklığında tek veya çok eksenli ya da izostatik presleme ile değişik basınçlarda yapılabileceği gibi, sıcak izostatik presleme, ekstrüzyon ve haddeleme teknikleriyle de gerçekleştirilebilir. Preslenmiş tozlar, mutlak ergime sıcaklıklarının yarısı üzerindeki sıcaklıklarda ısıtıldıklarında aralarında sıkı bir bağ oluştururlar. Bu olay, sinterleme olarak isimlendirilir. Sinterleme sıcaklığında bileşenlerin hepsi katı halde olabileceği gibi, bir kısmı sıvı halde de olabilir (German 1996).

Çok bileşenli sistemlerin sinterlenmesinde, genellikle metalik yapı içerisinde bulunan düşük oranlı karışım elemanlarının ergimesi istenir. Sinterleme işlemi, parçanın tam yoğunluk değerine ulaşıldığında sona erer. Bu durum yapı içerisinde bulunan boşlukların kalmaması anlamına gelmektedir. Böylece daha dayanıklı

malzeme elde edilmesi sağlanır. Ancak bir çok sistemde bu değerlere ulaşılması oldukça zordur. Bu nedenle tam yoğunluğa ulaşmak yerine, genellikle istenilen mikroyapı ve mekanik özelliklere ulaşılması yeterlidir. Ayrıca, sinterleme sırasında ortamda basıncın olup olmadığına göre, sinterleme işlemi basınçlı ve basınçsız sinterleme olarak ikiye ayrılır. Sisteme etki eden basınç veya sıvı fazın varlığı, sinterleme sıcaklığını düşürmektedir (Upadhyaya 1997).

Toz metalurjisi, en basitten en karmaşığa kadar çeşitli alaşım ve parça üretiminde kullanılabilir. Toz metalurjisi üretiminin bazı avantajları ise; ergitme ile üretilmeyen malzemelerin (sert metaller, mıknatıs ve sürtünme malzemeleri, yatak malzemeleri, elektrik kontaktörler vb.) üretiminin mümkün olması, geleneksel yöntemlerle elde edilmeyen bazı özelliklerin (sıvılara karşı yüksek geçirgenlik, mükemmel yağlama ve elektriksel temas özellikleri gibi) çeşitli elementlerin istenilen oranlarda birleştirilmesiyle gerçekleştirilmesi ve sert metallerden üretilen pres takımları kullanılarak, uzun üretim işlemleri boyunca yakın toleranslar sağlanarak kalite kontrol masrafları büyük ölçüde azaltılmasıdır.

3.1 Toz Üretim Yöntemleri

Toz metalurjisinde kullanılacak metal tozlarının üretimi kimyasal, elektrolitik, mekaniksel ve atomizasyon metodu olmak üzere genel olarak dört ana grupta incelenebilir. Yöntemlerin seçimi tozu üretilen malzemenin belirli özelliklerine bağlı olarak belirlenmektedir. Değişik yöntemlerle elde edilen tozlar arasında, tane büyüklüğü ve dağılımı, tane şekli, kimyasal özellikler ve fiyat açısından farklar vardır.

3.1.1 Kimyasal Üretim Yöntemleri

Metal tozlarının kimyasal yollarla üretimi genellikle metal oksitlerinin (demir, bakır, tungsten, molibden gibi) katı karbon veya gazlarla indirgenmesiyle yapılır. bütün metallerin tozları genellikle kimyasal yöntemlerle elde edilebilmektedir. Metal oksitlerinin indirgenmesindeki belli avantajlar; karbonun ve metal

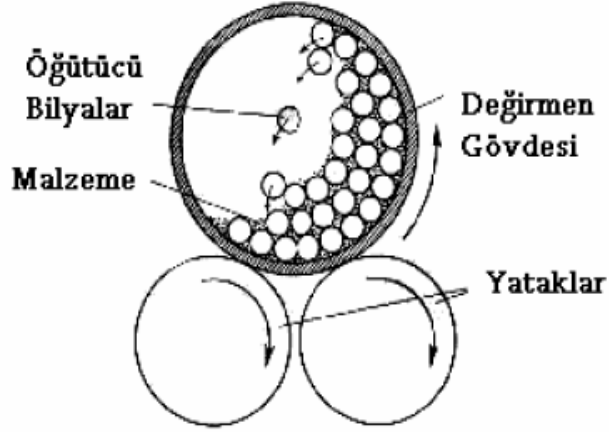
oksitlerinin ucuz olması, oksit ve metal tane boyutlarının kontrolünün kolaylığı, gözenekli toz üretimi, işlem kapasitesinin esnekliğidir. Bazı dezavantajları ise; kullanılan indirgeyici gazların maliyeti ve alaşım tozlarının üretim imkansızlığıdır.

3.1.2 Elektrolitik Yöntem

Elektrolitik yöntemde, tozu elde edilecek malzeme anot olarak, elektrolitik banyo içerisine yerleştirilir. Uygulanan voltaj altında, elektrolitik banyo içerisinde çözünen anot, katot üzerinde toplanır. Daha sonra katot alınarak, yıkanır ve kurutulularak temizlenir. Üzerindeki tozlar alınır ve öğütülerek ince toz haline getirilir. Elektrolitik yöntemle elde edilen tozlar, dentritik veya gözenekli toz şekline sahiptir. Genellikle banyo sıcaklığı 60 °C civarındadır.

3.1.3 Mekaniksel Yöntem

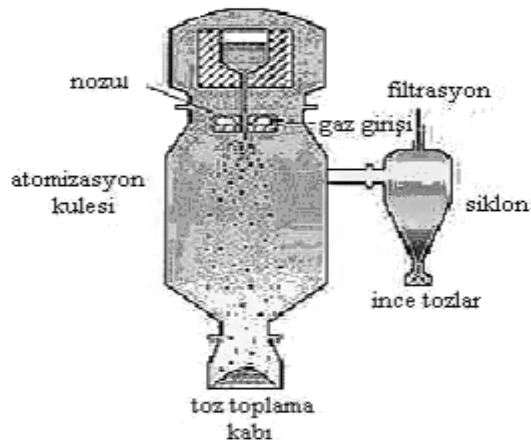
Mekaniksel yöntemde genellikle lamel şekilli tozlar kullanılır. Mekanik kuvvetler altında deformasyona uğrayan parçacıkların davranışı tamamen malzeme özellikleriyle ilgilidir. Kırılgan ve sünek karakterdeki tozların davranışı çok farklıdır. Kırılgan karakterli yapıların mekanik kuvvetlerin etkisiyle toz haline getirilmesi çok kolayken, sünek karakterli malzemelerin öğütülmesi özel ekipman ve süreci kontrol altında tutan özel katkıları gerektirmektedir. Gevrek yapıdaki intermetalik alaşımlar mekaniksel olarak bilyeli değirmenlerde öğütülmek suretiyle toz haline getirilmektedir. Şekil 3.1' de mekaniksel yöntem ile toz üretiminin şekli gösterilmektedir.



Şekil 3.1 Mekanik öğütme ile toz üretiminin şematik gösterimi (German 1996)

3.1.4 Atomizasyon Yöntemi

Atomizasyon yöntemi bir sıvıyı damlacıklara ayırma işlemidir (Hausner, 1982). Bu tanıma göre sıvı halde bulunan her metal atomize edilebilirler. Şekil 3.2’ de görüldüğü gibi atomizasyon yöntemi, sıvı metal demetinin basınçlı akışkanlar veya mekanik olarak parçalanması ile oluşan damlacıkların katılaşıp metal tozu haline getirilmesidir. Diğer üretim tekniklerine göre atomizasyon yönteminde tane şekli, tane büyüklüğü ve dağılımı kontrolü çok kolaydır. Özellikle alaşım tozları üretiminde bu yöntem çok uygundur (Kurt 1992). Atomizasyon yöntemi ile metal tozları üretmede kullanılan değişik tekniklerde vardır.



Şekil 3.2 Atomizasyon yöntemi (Turktoz.gazi.edu.tr 2004)

3.2 Metal Tozlarının Özellikleri

Metal tozlarının bazı özellikleri üretim yöntemlerine göre belirlenmektedir. Toz metalürjisi yöntemiyle üretimin başarısı, kullanılan tozların tane olarak ve kütle olarak fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlıdır (Sarıtış 1994).

3.2.1 Kimyasal Özellikler

Kimyasal özellikler tozun bileşimi ve saflığıdır. Kimyasal analiz yöntemleriyle kullanılacak olan tozların bileşimleri ve içerisindeki istenmeyen maddeler tespit edilir. Genellikle tozların içerisinde üretim sırasında kimyasal indirgenme sonucu yabancı partiküller bulunur. Bu durum sıkıştırma esnasında tozların yoğunlaşma davranışını olumsuz yönde etkilediği için istenilmemektedir.

3.2.2 Fiziksel Özellikler

Tozların fiziksel özellikleri; tozun boyutu, tozun şekli, görünür yoğunluk, akış hızı, sıkıştırılabilirlik, ham mukavemet ve sertlik gibi özelliklerdir. Presleme ve sinterleme özellikleri de fiziksel özelliklerle yakından ilgilidir. Toz boyutunun analizi için genellikle elek analizi yapılır. Metal tozlarının en önemli iki temel özelliği toz şekli ve büyüklüğüdür. Toz üretim teknikleri, üretilen tozların şekillerini belirler. Toz şekli tayini ışık ve elektron mikroskopları ile yapılmaktadır. Tozların şekilleri, biçimlendirmede çok etkilidir. Akış, görünür yoğunluk, yoğunlaşma kabiliyeti ve ham mukavemet toz şekline çok bağlıdır (Sarıtış 1994).

3.3 Metal Tozlarının Endüstrideki Uygulama Alanları

Toz metalürjisi kullanım alanı çok yaygındır. Toz metalürjisi kullanım alanı büyük bir gelişme ve farklılık göstermektedir. Tungsten lamba teli yapımı, kendinden yağlamalı yataklar, otomotiv güç aktarma dişilileri, takım çelikleri, elektrik kontakları, nükleer güç yakıt elementleri, türbin parçaları ve dişçilik

amalgamları gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Bunlara ilave olarak metal tozları; boyalar, baskı devreleri, patlayıcılar, kaynak elektrodan örtüsü, katı roket yakıtından, mürekkepler, piller, sert lehim bileşikleri ve katalizörlerde kullanılmaktadır (German 1994).

Sementit karbürlerin ortaya çıkışını takip eden doğal gelişme ise wolframın yüksek elektrik iletkenliği özelliklerine sahip bakır ve gümüş gibi düşük ergime sıcaklıklarına sahip metallere toz metalürjisi teknikleri ile birleştirilip elektrik kontaktör ve elektrot uygulamalarında kullanılması olmuştur (Öveçoğlu 1997).

Endüstriyel toz metalürjisi metotlarının hepsi bileşim esnekliği, alaşım elementlerinin en alt düzeyde ayrışması ve ince taneli mikro yapıların kolayca elde edilmesi gibi özellikler sunarlar. Toz metalürjisinin diğer bir avantajı da, malzeme kullanım oranının %100'lere ulaşılması sayesinde kritik hammadde kayıplarının en az düzeye indirilmesidir. Aynı parçadan çok sayıda üretim söz konusu olduğunda toz metalürjisi en iyi uygulanabilen bir metottur. Boyut kontrolü ve şekil karmaşıklığı toz metalürjisi metotlarının en bariz avantajlarıdır. Tozların sıkıştırıldıktan sonra sinterlenmesi yolu otomotivde, tarımda ve büro donanım elemanları yapımında geniş bir şekilde kullanılmaktadır. Bazı özel bileşimlerde ise, bunlar en iyi toz metalürjisi ile yapılabilmekte ve elde edilen mekanik özellikler elde edilmektedir (Ünal 1995).

3.4 Metal Tozlarının Şekillendirilmesi

Tozu sıkıştırılabilirliğini artırmak ve sinterlemeyi kolaylaştırmak için, sıkıştırma öncesi tozlara belirli özellikler kazandırmak amacı ile bir takım işlemler yapılır. Bunlar;

- Tozun sınıflandırılması
- Harmanlama ve karıştırma
- Yağlayıcı ekleme
- Metal tozlarının preslenmesi

3.4.1 Tozun Sınıflandırılması

Tozun sınıflandırılması işlemi, genellikle eleklerle veya havalı sınıflandırıcılarla yapılmaktadır. Metal tozlarını tane büyüklüğüne göre belirli değerlere ayırma; üretilcek parça için uygun olan aralıklardaki tozları seçme işlemidir. Bazı parçaların üretiminde belli aralıklardaki tane büyüklüğüne sahip aynı metalin tozlarının önceden belirlenmiş oranlarda karıştırılması istenebilir.

3.4.2 Harmanlama ve Karıştırma

Harmanlama; aynı metalin, aynı kimyasal özelliklere sahip farklı tane boyutundaki tozlarını karıştırmak olarak ifade edilir. Karıştırma ise, farklı kimyasal özelliklerdeki tozları homojen olarak birleştirmektir. Harmanlama, presleme öncesi tozların tane boyutu dağılımının kontrolünü sağlamak için kullanılır. Gereğinden fazla uzatılmış karıştırma işlemi ile toz taneleri gerilme sertleşmesine maruz kalacak ve preslemenin zorlaşmasına neden olacaktır. Farklı tane boyutu, şekli ve yoğunluğundaki tozların karıştırılmasından sonra tekrar ayrışma görülebilir. Bu nedenle, karışım tozlarının taşınması sırasında tozları, sarsıntıdan korumak veya tekrar karıştırma işlemine uygulamak gerekebilir.

3.4.3 Yağlayıcı Katma

Toz tanecikleri arasındaki sürtünmeyi ortadan kaldırarak tozların akıcılığını artırmak ve şekillendirilmede meydana gelen enerji kayıplarını azaltmak ve tozun sıkıştırılabilirliğini artırmak için, toz içerisine belirli oranlarda yağlayıcılar katılır. Presleme esnasında toz tanecikleri ve kalıp duvarı arasındaki sürtünme sıkıştırma, basıncının yüksek tutulmasına ve sonucunda kalıp aşınmasına ve yıpranmasına sebep olur. Ayrıca şekillendirilmiş parçanın kalıp içerisinden çıkartılırken, preslenmiş parçanın şekil ve kenarlarının kararlılığını, oluşan sürtünme kuvveti olumsuz yönde etkilemektedir.

3.4.4 Metal Tozlarının Preslenmesi

Metal tozlarının, üretilecek parçanın şekil ve ölçülerine göre hazırlanmış kalıp içerisinde, basınç tesiri altında şekillendirilmiş, yüksek yoğunluklu bir kütle haline dönüştürme işlemidir. Presleme basıncı oluşan tanecikler arası bağ ham mukavemetin yükselmesini sağlar. Deformasyon ile, tanecikler arası ilk değme noktalarında katı ara yüzeyleri yaratılır. Toz taneciklerinin havada çok moleküllü oksit ve gaz tabakalarıyla kaplanması yüzeylerin atomsal olarak bir araya gelmesini engeller. Presleme basıncının artması ile birlikte gevşek tanecik düzeni bozularak gözeneklilik azalmaya başlar. Artan basıncın tesiri altında, birçok taneler birbirine sürtünerek oksit ve gaz tabakalarının yırtılmasını sağlayarak tane yüzeylerinin birbirine teması sağlanır.

3.5 Toz Kaplama

Günümüzde malzemelerin kaplanması büyük bir öneme sahiptir. İlerleyen teknoloji ile birlikte, kullanım sahası hızla gelişmekte olup kaplamayı her alanda görebilmekteyiz. Bunun sebebi kullanım rahatlığı her ortama uyum sağlaması, dayanıklı olması üretim maliyetinin düşük olması gibi genel sebepleri sıralayabiliriz. Bu konuda daha farklı araştırmalar gerek yurtiçi gerekse yurt dışı çeşitli üniversite bünyesinde yoğun bir şekilde çalışmalar sürdürülmektedir, özellikle katı şekillenmiş cisimlerin üzerine kaplama uygulanması değil de, şekil verilmeden önce toz halinde bulunan yapıların çeşitli yöntemlerle;

- Electroless (Elektrik akımsız) Kaplama
- Elektrolizle Kaplama yoluna gidilmektedir.

Karşılaştırma yapmak amacıyla diğer kaplama çeşitlerini şöyle sıralandırılırlar;

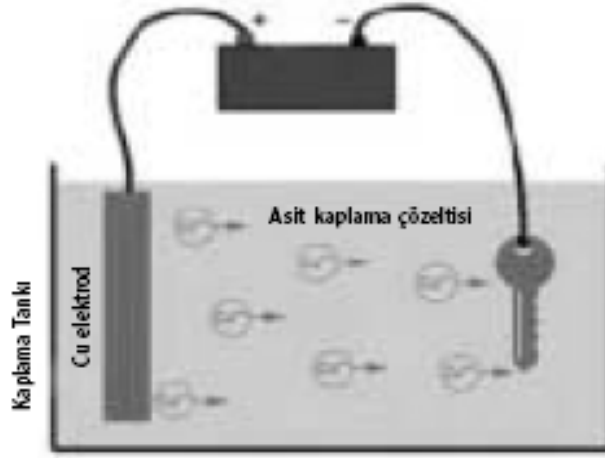
- Sır
- Emaye
- Metallerin plastikle kaplanması
- Metallerin seramikle kaplanması
- Çeşitli boyama şekilleriyle kaplama kapsamına girmektedir.

Belli bir şekle sahip yapı üzerine sonradan ısı yoluyla veya yapıştırma yoluyla kompozit oluşturulduğunda dayanma ömrü kısalmaktadır. Ayrıca sıcaklık, basınç, asit ve bazlara dayanımda söz konusu olduğu için bütün bu koşullar düşünerek olumsuzlukları en aza indirmek, dayanımı arttırmak, kullanım süresini uzatmak için farklı yöntemler denenmeye başlanmıştır. Homojen bir toz karışımının en ideal şekli birçok araştırmacının da belirttiği gibi tozların alaşım bileşiminde homojen olarak kaplanmasıdır. Yapılan bu kapsamlı çalışmada suda çözünebilir formüldeki Nickel chloride, Hydrazine hydrate asitli ortamında tungsten karbür, alüminyum tozlarının belirli oranda karışımı ve sadece tungsten karbür' ün sıcaklık altındaki akımsız nikel kaplanması araştırılmıştır.

3.5.1 Elektrolitik Kaplama

Metallerin elektrolitik kaplanması genellikle elektrolitik hücrelerin dışında gerçekleştirilir. Kullanılan doğru akım, bir pil tarafından sağlanır. Teller, pilin iki terminalinden elektrolitik hücreye uzanır. Tellerden biri anoda, diğeri de katoda bağlıdır. Her iki elektrot, çeşitli pozitif ve negatif iyonlar (yükü atom ve moleküller) içeren sulu bir çözelti içine batırılarak hazırlanır. Şekil 3.3' te elektroliz yoluyla yapılan kaplamanın şematik gösterimi vardır. Elektrolitik kaplamada kaplama kalınlığı, akım şiddeti ve geçen zamana bağlıdır. İşlemin süresi ve verimi, katottaki akımın yoğunluğu ile ters orantılıdır. Bununla beraber akım şiddetinde aşırı bir yükselme, hidrojen iyonlarının oluşmasına yol açarak işlemin verimini düşürür. Dayanıklı bir yapıya sahip olan elektrolitik kaplama daha yüksek iletkenlik katsayısına sahip olmasına karşın, geniş yüzeylere

uygulandığında kırılabilirlik özelliği de artmaktadır. Elektrolitik kaplamanın maliyeti de yüksek olmaktadır.



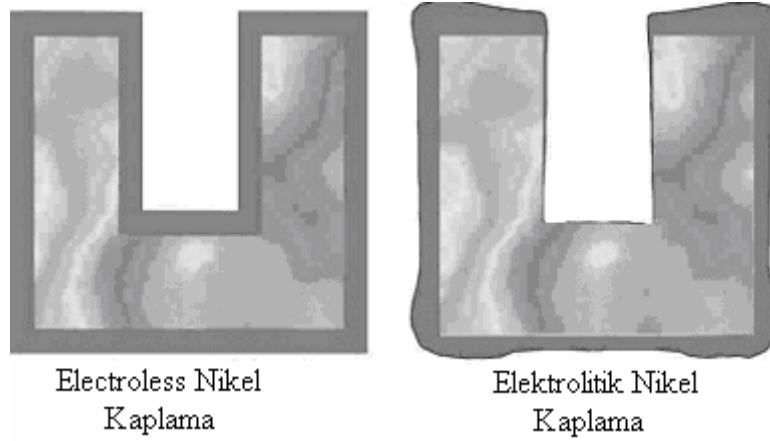
Şekil 3.3 Elektrolitik kaplama banyosu

3.5.2 Electroless (Elektrik Akımsız) Nikel Kaplama

Electroless nikel kaplama yeni bir teknik olmayıp 1950 den beri dünyada endüstrinin çeşitli yerlerinde kullanılmaktadır. Araştırmacılar 1960 dan beri sıkı bir çalışma ile bu tekniği geliştirerek çeşitli kullanım alanları bulmuşlardır. Günümüzde bu gelişen teknolojiler ve ortaya çıkan ihtiyaçlar doğrultusunda nikel kaplama seramik tozların üzerinde de denenmiş ve denenmektedir. Dünyada metal kaplama endüstrisinde electroless kaplama yöntemlerinde büyük artışlar meydana gelmiştir.

Electroless nikel kaplamada kesinlikle elektrik akım olmaksızın kimyasalların birbiri ile girmiş oldukları reaksiyon sonucu meydana gelmektedir. Literatüre bakıldığında yüzlerce bu metotla çalışan kimyasal banyolar bulunmaktadır. Bu çalışmada tam nikel veren fakat kaplama sırasında araştırmacının sağlık koşullarını sağlamasına dikkat etmesi gereken bir metot olan Hydrazine Hydrate banyosu kullanılmıştır.

Electroless nikel kaplama bir mühendislik ortamında uygulanan elektrikli kaplamalara göre bir çok üstünlükleri olan bir işlemdir. Bu kaplama, korozyon direncinin gerekli olduğu alanlarda ve buna benzer birçok yerlerde kullanılır. Bu işlemin en büyük avantajı bir parçanın bütün yüzeyinin eşit olarak kaplanmasını sağlamaktadır. Elektrolitik kaplamada en iç kısımlar ve erişilemeyen kısımların kaplanması zordur. Şekil 3.4' te Electroless nikel kaplama ile elektrolitik nikel kaplama arasındaki fark gösterilmiştir.



Şekil 3.4 Electroless nikel kaplama ile elektrolitik nikel kaplama arasındaki fark (Aclassmetal.com 2004)

Elektrik motorlarla iç kaplama yaratmak genellikle kurulması yüksek maliyetli olan karışık anot düzenlemesi gerektirmektedir. Aynı durumda Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama ile başarmak mümkündür. Metal kalıplar Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplandığında, kaplama sonucunda kaplanmış çeliğin yüzeyi önceki orijinal halinden daha kaygan ve pürüzsüzdür. Dolayısıyla daha çok faydalıdır. Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama ile metal kalıp korunduğundan tamir masrafı da en az seviyeye iner.

Brenner ve Riddel isimli araştırmacılar ilk olarak 1946 yılında çalışmalarında Wolframı nikel kaplamışlardır. Daha sonraki 25 yıl içerisinde bu kaplama metodunu geliştirerek geniş bir alana yaymışlardır. Hatta çalışmalarında galvanizleme ile kıyaslanarak nikel kaplamanın daha avantajlı ve ekonomik olduğunu belirtmişlerdir.

Bu avantajları şu şekilde sıralayabiliriz;

- Üstün kimyasal ve atmosferik korozyon direnci
- İyi aşınma direnci
- Porozitesiz
- Kontrolü sertlik ısıtma işlemi ile 65 ,69 HRC sertliği
- Çok defa kullanım ve yardımcı elimine etmek
- İyi bir şekilde uniform olması ve herhangi bir kenar birikme bulundurmaması
- Lehimlenebilirlik,hafif metaller için sert kaplama
- Tabii yağlayıcı, çok iyi özellikler sağlaması
- Kalıp operasyonlarında kendi kendine parlatma sağlaması
- Birleşen metal yüzeylerinde dökülmeye karşı dirençli olması
- Nihai bitirme işlemleri için temel bir kaplama oluşturması
- Karışık makine parçaların veya aşınmaya maruz kısımlarda kısmi kaplaması
- Düşük maliyetli Electroless nikel kaplanmış yumuşak çelikler paslanmaz çeliklere benzer performans (Erol 2000)

3.6 Sinterleme

Sinterleme işlemi, farklı metal tozlarından hazırlanan karışımda bulunan en yüksek ergime sıcaklığına sahip olan tozun, ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta yapılır. Sinterleme, bir seramik bünyede birbirleriyle temas halinde bulunan tanelerin yüksek sıcaklıklarda birbirine kaynarak yapışması prosesi ve böylece bünyenin yoğunluk ve boyutlarında meydana gelen değişimdir. Tozlar arasında sinterleme sırasında oluşan bağlar nispeten yüksek sıcaklarda gerçekleşir. Ancak uygulanan yüksek sıcaklık malzemenin fiziksel özellikleriyle ilgilidir. Bir çok metal ve seramik sistemde parçacıklar arası bağlanma katı hal difüzyonu ile gerçekleşir. Sıvı faz sinterlemesinde ise ısıtma çevrim sırasında sıvı-katı karışımı oluşur. Böyle bir durumda oluşan sıvı faz

oluşan kılcal kuvvetlerin de etkisiyle katı hal yayınına kıyasla daha hızlı bir kütle iletimi sağlar. Diğer bazı sinter tekniklerinde, parçacık deformasyonu ve bağlanma eşzamanlı olarak gerçekleşir. Sıcak izostatik presleme (HIP), basınç destekli sinterlemenin en popüler olanı olup akma ve yayınma bu süreçte aynı anda gerçekleşir. Bu konuda geliştirilen yeni teknikler ise, karışık tozlar arasındaki reaksiyonları içermektedir. Bir çok intermetalik bileşikler ve borür, karbür, oksit ve nitrürler bu şekilde üretilmektedir (German 1996).

Sinterleme sürecinde meydana gelebilecek değişiklikler ve üzerinde durulması gereken noktalar şunlardır;

- Bünye pekişir ve mukavemet artar,
- Büzülme meydana gelir,
- Porların şekli değişir, küçülür veya tamamen kaybolur,
- Ortalama tane boyutu büyür.

Prosesi etkileyen faktörler:

- Hammaddelerin özellikleri,
- Şekillendirme koşulları,
- Safsızlıklar veya katkı maddeleri,
- Sinterleme süresi,
- Sinterleme sıcaklığı,
- Sinterleme atmosferi

Sıcaklık ve sürenin etkileri ise şöyledir:

- Büzülme hızı geçen süreyle birlikte gittikçe azalır,
- Yoğunluk, limit değerine doğru yaklaşır,
- Sinterleşme hızı sıcaklıkla birlikte artar,

Sinterleme sıcaklığı kesinlikle sistem bileşenlerinin özellikleri göz önünde bulundurularak tespit edilmelidir. Öncelikle sistemde mevcut ya da olası fazların yüksek sıcaklık davranışları faz diyagramlarından faydalanılarak tespit edilir. Bileşenler arasında metaller arası bileşik oluşumu, fazlar arası çözünürlük ve sıvı oluşumları, sıcaklığa ve atmosfer koşullarına bağlı olarak tetkik edilir. Yapılan bu ön çalışmalardan sonra sinterleme işleminin sıcaklığına, atmosferine ve süresine karar verilir. Sinterleme işlemi, sinterlenen malzemeye göre değerlendirildiğinde katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesi gibi sınırlandırıldığı gibi sinterlenen ortam koşullarının etkisi göz önünde bulundurularak basınçlı ya da basınçsız, gaz altı ve vakum sinterlemesi olarak adlandırılabilir. Genellikle bünyedeki fazlardan birinin sıvı oluşturduğu bir sıcaklıkta sinterleme gerçekleştirilir. Sıvı faz sinterleme olarak tanımlanan bu sinterleme de ise oluşan sıvı fazın geçici ya da sürekli olmasına bağlı olarak farklı tanımlamalar yapmak mümkündür. Sinterleme işlemi ısıtmanın türüne göre de sınıflandırılabilir. İndüksiyon akımlarıyla ısıtma, mikro dalga ısıtması, plazma ısıtması, elektrik boşalım ısıtması ve lazer ısıtması bu kapsamda örnek olarak verilebilir.

3.6.1 Katı Hal Sinterleme

Katı hal sinterleme işleminde iç yapıda sıvı faz oluşmaz. Ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta katı halde difüzyon ile tanecikler arasında bağ oluşmaktadır. Eğer bileşenlerin ergime sıcaklıkları çok farklı değilse sinterleme sıcaklığı bütün bileşenlerin ergime sıcaklıklarından düşük olmalıdır.

Katı hal sinterlemesi sırasında aşağıdaki aşamalar gerçekleşir:

- Parçacıklar arasında ilk bağın oluşması
- Boyun büyümesi
- Gözenek kanallarının kapanması
- Gözeneklerin yuvarlaklaşması
- Yoğunlaşma ya da gözeneklerin küçülmesi

3.6.2 Sıvı Faz Sinterlemesi

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

Geçici sıvı faz sinterlemesine benzeyen diğer bir sinterleme yöntemi de reaktif (reaksiyonlu) sinterlemedir. Bu yöntemde farklı metal tozları arasında difüzyonla sıvı faz oluşumu ile birlikte ekzotermik bir reaksiyon meydana gelir. Yüksek reaksiyon ısısı hızlı bir sinterlemeye neden olur. Hanyaloğlu (1988)'nin yaptığı çalışmada $AlN + AlNi$ seramik kompozit malzemeyi $640^{\circ}C$ 'de sinterlendiğini belirtmiştir. Sıvı faz sinterlemesi ana grupların içinde malzeme özelliklerine bağlı olarak ortaya çıkan bazı durumlar vardır. Örneğin katı, oluşan sıvı içinde çözünür veya çözünmeyebilir. Bu farklılık sinterleme hızını ve mikro yapı oluşumunu büyük ölçüde etkiler. Diğer önemli faktörler sıvı ve katı fazlar arasındaki ara yüzey enerjisi (ıslatma veya ıslatma durumu) ve sıvı fazın katı-katı tane sınırlama girmesi durumu ile ilgilidir. Bu değişkenler parçacık boyutu, sinterleme sıcaklığı ve süresi, sinterlemem atmosferi ve ham yoğunluk gibi işlem parametreleri ile birlikte oluşacak iç yapıyı önemli ölçüde etkiler. Bütün bu faktörlerin karşılıklı etkileşimleri sıvı faz sinterlemesini daha da karmaşık hale getirirler. Bu değişkenlik sıvı faz sinterlemesini hem metal hem de seramikler için esnek bir üretim yöntemi haline getirir. İkili faz diyagramları ve sinterleme işlemi arasında önemli ilişki vardır.

3.6.2.1 Sürekli Sıvı Faz Sinterlemesi

Bu yöntemde sinterleme işleminin yüksek sıcaklık aşamasında iç yapıda sürekli olarak bulunan sıvı faz sürekli yoğunluk artışı ve tane büyümesine neden olur. Başlangıçta katıyı ıslatan sıvının katı parçacıklar üzerine uygulandığı kapiller kuvvetler yardımıyla parçacıkların yeniden düzenlenmesi ile hızlı bir yoğunluk artışı olur. Yeniden düzenleme ve erişilecek yoğunluk artışı, oluşan sıvı faz miktarına, parçacık büyüklüğüne ve katının sıvı fazda çözünürlüğüne bağlıdır. Sıkıştırılmış kütle içindeki gözenek miktarlarının azalması sıvı faz akışını güçlendirir. Bu nedenle yoğunlaşma hızı giderek azalır. Belirli bir aşamadan sonra çözünürlük ve difüzyon daha etkin hale gelerek, çözünme ve tekrar çökeltme safhasına geçilir. Alaşım oluşumu ile ergime sıcaklığının düşmesi sinterleme özelliğinin iyileştiğinin bir göstergesidir. Sürekli sıvı faz sinterlemesinin başarılı olması bazı kriterlerin yerine getirilmesine bağlıdır. Normal olarak toz karışımını sıvının olduğu sıcaklığa ıslatırken ön alaşımli tozlar solidüstü (süper solidüs) sıcaklığa ısıtılarak hızlı sinterleme gerçekleştirilir.

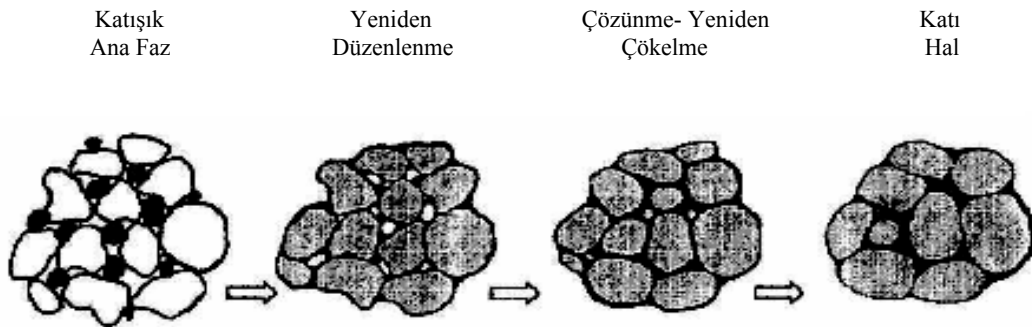
Başarılı sinterlemelerde oluşan sıvı faz, katı fazı ıslatır ve aynı zamanda katıyı çözer. En başarılı sürekli sıvı faz sinterlemesi özelliği gösteren sistemler ötektik sistemlerdir. Solidüstü sinterlemede ön alaşımli toz solidüs -likidüs sıcaklıkları arasındaki bir sıcaklıkta sinterlenir. Sıvı oluşumu ile birlikte yoğunluk artışı çok hızlı olmakta ve artan sıvı oranıyla artmaktadır (German 1994).

Solidüstü sinterleme yüksek alaşımli malzemelerin yüksek yoğunlukta sinterlenmeleri için çok uygundur. En önemli avantajlarından bir tanesi de iri boyutta tozların kullanılmasının mümkün olmasıdır. Diğer taraftan hızlı karıştırılmış ince taneli yüksek alaşımli malzemelerin tam yoğunlukta sinterlenmeleri için uygun yöntemdir. Sinterlenmiş yoğunluk ve çekme miktarı artan sıvı faz miktarı ile artar. Yüksek sinterleme sıcaklıklarında sıvı faz miktarı arttığı için preslenmiş kütlede şekil bozulması ve iri taneli mikroyapı oluşur. Solidüstü sinterlemede karşılaşılan bazı önemli problemler vardır. Sinterleme sıcaklığına ısıtma sırasında oluşan katı hal sinterlemesi parçacıklar arasında bağ oluşturularak yeniden düzenlemeyi zorlaştırabilir. Ayrıca sinterleme

sıcaklığı toz bileşimine bağlı olduğundan sıkı bir şekilde kontrolü gerekir. Sıvı oluşumundan sonra sinterleme hızı çok yüksektir. Bu durum boyut ve mikroyapı kontrolünü zorlaştırmaktadır. Gözeneklerde gaz hapsolmesini önlemek için sinterleme daha başarılı olmaktadır (Lee vd. 1993).

Genellikle sıvı faz, sinterleme esnasında parçacıklar arası bağ oluşumunu artırır. Tek bir unsurdan oluşan malzemelerin katı hal sinterlemesi en iyi bilinen sinterleme şeklidir. Katı hal sinterlemesi yine de en iyi bilinen ve anlaşılan yöntem olmasına karşın, bir anlamda bu yöntemle rekabet eden sıvı faz sinterlemesi daha büyük endüstriyel kullanım alanı bulmuştur. Ancak büyük ölçüdeki bu kullanıma karşın bu sinterleme şekli iyi bir şekilde anlaşılamamıştır (Eremenko vd. 1970).

Geleneksel sıvı faz sinterleme süreçleri birbiri üzerine binen üç aşama ile açıklanır. Şekil 3.5' de bu aşamaların şematik gelişimini göstermektedir. İlk olarak karışık tozlar bir sıvının olduğu sıcaklığa kadar ısıtılır. Sıvı oluşumu ile katı parçacıklar üzerinde ıslatıcı sıvının ortaya koyduğu kuvvete bağlı olarak hızlı başlangıç yoğunlaşması söz konusudur. Sistem yüzey enerjisini en düşük konuma indirmeye çalışırken gözeneklerin giderilmesi gerçekleşir. Yeniden düzenlenme boyunca bünye kılcak hareketine doğru viskoz bir katı olarak davranır. Gözeneklerin giderilmesi sinterlenen numunenin viskozitesi ile artar. Sonuç olarak yoğunlaşma hızı sürekli olarak azalır.



Şekil 3.5 Sıvı faz sinterlemesinde aşamaların gelişiminin gösterimi (Eremenko vd. 1970).

Yeniden düzenlenme ile yoğunlaşma yavaşladıkça, çözünürlük ve yayınma etkileri baskın hale gelir. Geleneksel sıvı faz sinterlemesinin ikinci aşaması çözünme-yeniden çökme olarak bilinir. Çözünme-yeniden çökmenin genel katkısı mikroyapısal irileşmedir. Bir tanenin onu çevreleyen sıvı içerisindeki çözünürlüğü tane boyutu ile ters orantılıdır. Küçük taneler büyük tanelere oranla daha yüksek bir çözünürlüğe sahiptir. Sıvı faz sinterlemesinin son aşaması katı hal kontrollü sinterlemedir. Katı iskelet yapısının varlığı sebebiyle yoğunlaşma bu aşamada yavaştır. Bu aşamada baskın olan süreçler aslında, tüm sıvı faz sinterleme çevrimi boyunca da aktiftirler, fakat yavaş oluşumları sebebiyle katı-hal sinterlemesi, sinterleme çevriminin son kademelerine kadar önem teşkil etmez.

Sıvı faz sinterlemesi elektronik seramikler, abravizler, ferritler, yüksek sıcaklık seramikleri, elektrik kontak malzemeleri, sinterlenmiş karbürler, bronz yataklar, süper alaşımlar, otomotiv yapı parçaları gibi birçok uygulamada kullanılmaktadır. En önemli avantajı sinterlemeyi hazırlamasıdır. Sıvı fazda difüzyon hızlı olur ve ıslatan sıvının oluşturduğu kapiler çekme kuvveti hızlı yoğunluk artışı sağlar. Sıvı faz parçacıklar arası sürtünmeyi azaltarak yeniden düzelmeyi hızlandırır. Katı parçacıkların sivri uçları sıvı tarafından çözündürüldüğü için parçacıkların daha iyi yerleşmesini sağlar. Tane büyüklüğünün kontrolü mümkündür.

3.6.2.2 Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesinin değişik bir uygulaması da geçici sıvı faz sinterlemesidir. Sinterleme sırasında oluşacak olan denge fazı katı ise sıvı faz difüzyon homojenizasyonu ile katılaşarak kaybolur. Bu yöntemde sıkıştırılabilirliği yüksek, saf element tozları kullanılabilir ve sürekli sıvı faz sinterlemesinde görülen tane irileşmesi olmaz. Ancak oluşan sıvı faz miktarı bazı işlem parametrelerine bağlı olduğundan bu yöntem sinterleme şartlarına çok duyarlıdır.

Geçici sıvı faz sinterlemesine örnek olarak civa ve gümüş esaslı diş amalgamları, gözenekli bronz yataklar, demir esaslı yapı alaşımları, magnetik malzemeler ve alümina esaslı malzemeler verilebilir. Geçici sıvı faz sinterlemesinin uygulanabilmesi için bileşenlerin birbiri içerisinde çözünebilmesi ve son bileşimin tek faz bölgesinde olması gerekir. Başlangıçta ergime noktası düşük olan bileşenin oluşturduğu sıvı-katı parçacık sınırlarına nüfuz ettikçe yerlerinde boşluk oluşur. Gözenekli bronz yatak uygulamalarında faydalı olan bu durum yapı parçalan için zararlıdır. Oluşan sıvı katıyı ıslatmalı ve difüzyon hızını arttırmalıdır. Eğer artan alaşım oranı ile ergime sıcaklığı düşüyorsa ve bileşenler birbirleri içerisinde çözülüyorsa bu şart sağlanmış olur. Sıvı faz oluştuktan sonra hızlı bir sinterleme oluşur. Sinterlemede parçacık büyüklüğü, katkı metal oranı ısıtma hızı ve sinterleme sıcaklığı etkili olur. Yoğunluk artışı oluşan sıvı miktarına ve sıvının iç yapıda bulunması süresine bağlıdır. Eğer sistemde metaller arşı bileşik oluşuyorsa şişme olması beklenir. Ergime noktası yüksek bileşik karşılıklı difüzyona ve ötektik oluşumu engelleyebilir.

3.6.2.3 Reaksiyonlu Sinterleme

Reaksiyonlu (reaktif) sinterleme geçici sıvı faz sinterlemesine benzer. Toz karışımı karşılıklı difüzyonla sıvı fazın olduğu sıcaklıkta sinterlenir. Oluşan sıvı fazın olduğu sıcaklıkta sinterlenir. Oluşan sıvı faz geçici olup son ürün bir metaller arası bileşiktir. Bileşenler arasındaki reaksiyon çoğunlukta ekzotermiktir. Sıvı oluşumu ve ekzotermik reaksiyon sonucu ısınma ile birlikte hızlı bir sinterleme gerçekleşir. Özellikle karşılıklı difüzyon hızlarının farklı olması ve bileşiğin teşekkül ısısının yüksek olması durumunda sinterleme sırasında pışme olur. Gözenek oluşumu da söz konusudur. Sıvı akışı ve homojen bir iç yapı oluşumu için reaksiyon sıcaklığının ötektik sıcaklığın üzerinde olması gerekir.

Deneysel çalışmalarda anlatılacağı gibi bu çalışmada reaksiyonlu sinterleme yöntemi kullanılmış, hazırlanan numune 1150 °C' de 1 saat bekletildiğinde sinterlendiği görülmüştür.

3.7 Toz Metalurjisi Uygulamaları

Talaşlı imalat gerektirmeyen makine parçalarında, döküm zorlukla ve önemli kayıplarla yapılıyorsa ve döküm ile elde edilen malzemelerin sıcakta dövülmesi imkansızsa, T/M yöntemleri ile, sinterlemeden sonra, talaş gerektirmeden, son presleme ile malzeme istenilen boyuta getirilir. Böylece malzemedeki tasarruf sağlanarak ve talaşlı imalat maliyetini ortadan kaldırarak parçaların ekonomik olarak üretilmesi sağlanır (Sarıtaş 1994).

Sinterlenmiş sert alaşımlar, ergime sıcaklıkları yüksek karbürler ve birleştirici rolü oynayan demir gurubundan bir metal veya metaller alaşımından meydana gelen sinterlenmiş mamullere denir. Toz metalurjisi yöntemi ile üretilen sert metaller; kesici takımlarda, madenleri delme aletlerinde, aşınmaya dayanıklı takımlarda kullanılır. Sert alaşımlar yüksek sertlik, aşınmaya mukavemet, ısıya mukavemet, işlenen metalle kaynama, tatminkar çekme mukavemeti gibi özelliklerinden dolayı kesici takım olarak kullanılır. Elektrik kontakları için kullanılan malzemelerin büyük bir kısmı metalik tozlardan hazırlanır.

4. KOMPOZİT MALZEMELER

Birbirlerinin zayıf olan yönünü düzelterek, üstün özellikler elde etmek amacıyla bir araya getirilmiş değişik tür malzemelerden veya fazlardan oluşan malzeme sistemine kompozit malzeme denir. Kompozit; çok kristalli bir çok metal ve metal olmayan parçanın bir arada toplanması olarak ifade edilir. Kompozit malzemeyi meydana getiren bileşenlerin her biri, kimyasal olarak birbirinden farklıdır. Kompozit malzemeleri meydana getiren bileşenler birbiri içinde çözülemez. Kompozit malzeme üretimi ile malzemelerin aşağıdaki özellikleri geliştirilebilmektedir;

- Dayanım
- Korozyon direnci
- Aşınma direnci
- Termal iletkenlik
- Ses yalıtımı
- Yorulma ömrü
- Sıcaklığa bağlı davranışı
- Isı yalıtımı
- Ağırlık

Genel olarak kompozit malzemelerin avantajları, standart-hafif/yüksek mukavemet özellikli malzemelere, daha hafif/daha yüksek mukavemet alternatifini getirmesidir. Buna ilave olarak üretimlerindeki esneklik, iyi korozyon ve aşınma dirençleri, uzun yorulma ömürleri ve düşük ısı iletkenlikleri ile birçok uygulama alanında geleneksel malzemelere oranla üstünlük sağlamaktadırlar. Kompozit malzemelerin geleneksel malzemelere göre üstünlükleri ise; Dizayn estetiği, küçük üretim alanı, ürünlerdeki kıymet artışı gibi üstün özelliklerdir. Kompozit malzemelerin diğer malzemelere oranla daha pahalı olmaları, en büyük dezavantajlarıdır. Bu da, bu tip malzemelerin yeni olmaları ve dolayısıyla üretim yöntemlerinin yerleşmemiş ve üretimlerinin yüksek üretim oranlarına erişememiş olmasından kaynaklanmaktadır.

4.1 Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemeler kullanılan matriks malzemesine göre üç ana sınıfa ayrılmaktadır. Bu sınıflar:

1. Polimer Matriksli Kompozit Malzemeler
2. Seramik Matriksli Kompozit Malzemeler
3. Metal Matriksli Kompozit (MMK) Malzemeler

4.1.1 Polimer Matriksli Kompozitler

Polimerler, metal ve seramiklere göre çok daha fazla karmaşıktır. Matriks olarak kullanılan polimerler ucuz ve kolaylıkla çalışılabilir malzemelerdir. Polimer matriksli kompozit malzemelerin kullanıldığı yerlerde en önemli faktörler sıcaklık ve nemdir. Özellikle bu iki faktörün de etkin olduğu şartlarda mekanik özelliklerde düşüşler meydana gelmektedir. Polimer matriksli kompozitlerin üretilmesinde en çok bilinen ve en fazla kullanılan metotlar; elle sıvama, telle sarma, takviyeli reaksiyon enjeksiyon kalıplama ve ekstrüzyon metotlarıdır. Polimerlerde kullanılan takviye malzemelerinden en önemli olanları ise, cam fiber, kevlar fiber, boron fiber ve karbon fiberlerdir.

4.1.2 Seramik Matriksli Kompozitler

Seramik malzemeler çok sert ve kırılgan bir yapıya sahiptir. Bunun yanında yüksek sıcaklıklar da bile yüksek elastik özellikleri gösterirler. Seramik malzemeler termal şok direnci ve tokluğun düşük olduğu malzemelerdir. Dolayısıyla kullanım sırasında ani hasara uğradıklarında çeşitli tehlikelere yol açacak özelliktedirler. Seramik malzemelerin seramik fiberler ile takviye edilmesi durumunda ani kırılmalara karşı dayanım artarken tokluklarının da artırılması amaçlanmaktadır.

4.1.3 Metal Matriksli Kompozitler (MMK)

Metal matriksli kompozitler (MMK) elastik modüle, yüksek çekme, basma ve kayma mukavemetine sahiptirler. Toz metalürjisi yöntemiyle elde edilen yapının mekanik özellikleri daha iyidir. Sac levha destekli metal matris kompozitler; ekstrüzyon, dövme, haddelme gibi alışılmış yapım yöntemleriyle tekrar şekillendirilebildikleri gibi talaşlı yapımlar da mümkündür. Son yıllarda MMK malzemelerinin üretilmesinde ve daha pratik olarak uygulamaya aktarılmasında süresiz olarak takviye edilmiş malzemeler tercih edilmiştir. Bunun sebebi, takviye malzemelerinin kolay üretilebilmeleri ve kolay temin edilebilmeleridir. Süresiz olarak takviye edilmiş MMK 'lerin kolay üretilebilir olmalarından dolayı son yıllarda çok değişik alanlarda kullanılmaktadır (Yılmaz ve Akbulut 1994).

Metal matriksli kompozitler genelde iki bileşenden meydana gelmektedir. Bunlardan biri metal matriks (genelde bir metal alaşımıdır) diğeri ise takviye malzemesidir (genel olarak bir metaller arası bileşik bir oksit, bir karbür veya bir nitrit). Kompozitin üretilmesinde matriks ve takviye malzemesi beraber olarak karıştırılırlar. Bir kompoziti elde etmek için başlangıçta farklı bileşenler seçilir. Tüm durumlar için matriks bir metaldir. Genelde matriks bir metal veya metal alaşımıdır.

4.1.3.1 Partikül Takviyeli MMK Malzemelerin Üretim Yöntemleri ve Avantajları

Metal matriksli kompozit malzemelere son zamanlarda büyük ilgi duyulmaktadır. Bu büyük ilginin nedenlerinden birisi de, ekonomik ve yüksek kaliteye sahip malzeme üretim yöntemlerinin geliştirilmesidir. MMK üretim yöntemleri:

- Sıvı faz üretim yöntemleri
- Katı faz üretim yöntemleri
- Reaksiyonla üretim yöntemleri

Metal matriksli kompozit malzemelerin üretimi üzerine yapılan ilk çalışmalar Al ve Ti matriksler üzerine olmuştur. Bu malzemeler fiberlerle takviye edilmiş, üstün özellikli kompozitlerdir. Fiber takviyeli kompozitlerin maliyeti çok yüksektir. Çok kaliteli laboratuvar malzemeleri gerektirir. Süreksiz olarak takviye edilen MMK'ler partikül ve visker ilaveli olabilirler. Viskerler de çok pahalı ve kanserojendir. En yaygın kullanım alanına sahip ve kullanılması düşünülen partiküllerin, çeşitli avantajları aşağıda verilmektedir:

- Fiyat olarak düşük ve birbirinin yerine kullanılabilen çeşitli tipte takviye malzemesinin elde edilebilirliği,
- Yeniden üretilebilir yapı özellikleri ile MMK üretimi için başarılı üretim yöntemlerinin geliştirilmesi,
- MMK oluşturmayı kolaylaştıran standart ve standarda yakın metal işleme metotlarının mümkün olması.

Bunlara ilave olarak MMK üretiminde sürekli fiberler kullanılırken ortaya çıkan; fiber hasarı, mikroyapısal homojensizlik, fiber-fiber teması ve büyük miktarlarda ara yüzey reaksiyonları gibi sorunlar süreksiz olarak takviye edilen Metal Matriksli Kompozitler' de görülmez.

4.1.3.2 Metal Matriksli Kompozit Malzemelerin Özellikleri ve Kullanım Alanları

Sürekli fiberlerle takviye edilmiş MMK' ler yüksek mukavemet, düşük yoğunluk ve darbelere karşı direnç gibi özellikleri bir araya getiren malzemelerdir. Grafit ve SiC gibi partikül takviyeli Al esaslı MMK' lerin aşınma özellikleri, işlenebilme kabiliyetleri ve dayanımları arttırılmasına karşın süneklik ve kopma özellikleri kötü yönde etkilenmektedir (Yılmaz ve Altıntaş 1997).

MMK malzemelerin akma ve çekme gerilmesi değerlerini etkileyen faktörlerin başında matriks malzemesi gelmektedir. Alaşımlar yüksek akma ve çekme gerilmesi değerleri göstermelerine karşın deformasyon kabiliyetleri düşüktür. Bu durum ısıtılı işlemlerle giderilmektedir. MMK malzemelerde elastik modül takviye

fazının ilavesiyle önemli oranda ve sürekli olarak artmaktadır. Buna bağlı olarak elastik modülün değeri ölçüm yöntemine bağlı olarak değişebilir. Dinamik ölçüm, gerilme-genleşme eğrisinden elde edilen statik değerden yüksek bir değer verebilir. Ayrıca, statik değerın çekme yada basma deneyiyle elde edilmiş olması da farklılık yaratabilir. Elastik özellikler, MMK' lerde üzerinde oldukça fazla çalışılan mekanik özelliklerden birisi olmuştur. Kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan modellerden biri olan karışımlar kuralı, sürekli fiber takviyeli kompozit malzemeler için iyi sonuçlar vermekte iken, partikül takviyeli kompozit malzemelerde kullanımı pek uygun olmamıştır.

Metal matriksli kompozit malzemelere son zamanlarda büyük ilgi duyulmaktadır. Bu büyük ilginin nedenlerinden birisi de, ekonomik ve yüksek kaliteye sahip malzeme üretim yöntemlerinin geliştirilmesidir. Teknolojik uygulamalarda kullanılan malzemelerde, ağırlığın düşük buna karşın mukavemet/yoğunluk(spesifik mukavemet) oranının yüksek olması istenmektedir. Çünkü bu oran, mühendislik malzemelerin elastik modül, mukavemet, korozyon, oksidasyon, termal kararlılık, sürünme, aşınma ve yorulma uygulamalarında en önemli parametrelerdendir (Akbulut 1995).

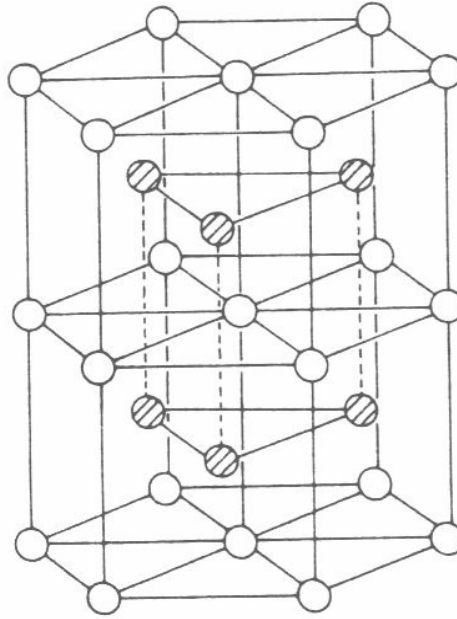
MMK üretiminin ana nedeni, kullanılan matriks alaşımının mukavemet ve elastik modülünü arttırmaktır. Ayrıca matriks malzemesi olarak çok farklı alaşımlar kullanılabilirdi için, farklı elastik modüle, mukavemete ve termal genleşme katsayısına sahip kompozit malzemeler üretilebilmektedir. MMK malzemelerin yüksek aşınma dirençleri ve mekanik özelliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilme yetenekleri, aşınma ve yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanımlarını yaygınlaştıran önemli etkenlerden bazılarıdır.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1 Kullanılan Malzemeler

5.1.1 Tungsten Karbür (WC)

Bu çalışmada, 7 µm tane boyutuna sahip, Johnson Matthey Materials Technology firmasından sağlanan tungsten karbür tozu kullanılmıştır. Kullanılan tungsten karbür tozu % 99,5' lik bir saflığa sahiptir. Tungsten karbürün, erime ve kaynama sıcaklıkları yüksektir. Tungsten karbürün kristal yapısı, hexagonal sıkı pakettir (Şekil 5.1). Tungsten karbürün genel olarak özellikleri ise Tablo 5.1' de verilmiştir.

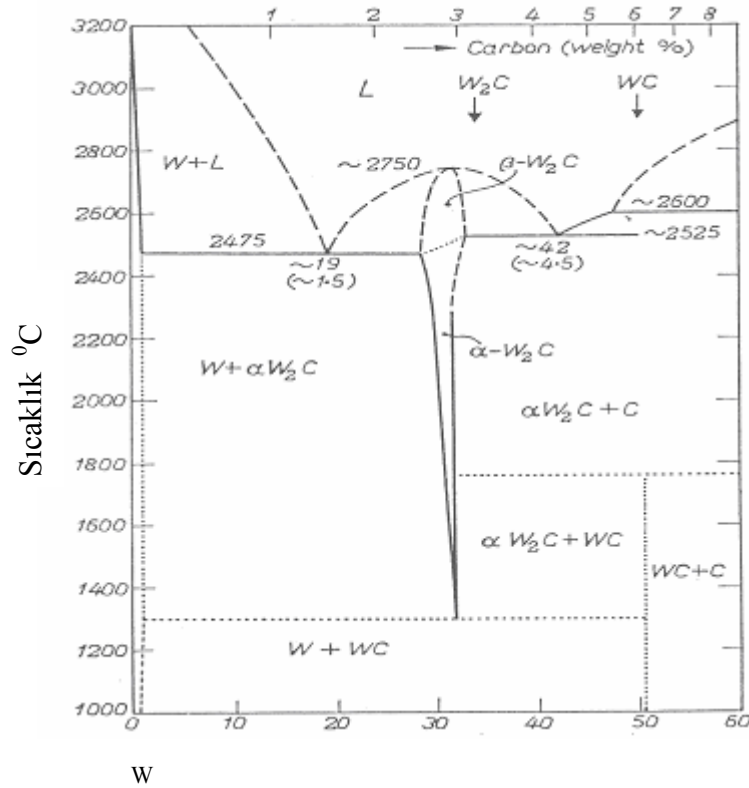


Şekil 5.1 Tungsten karbür' ün hexagonal kristal yapısı ○: W ●: C (Toth 1971)

Tablo 5.1 Tungsten karbürün (WC) özellikleri

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

Tungsten karbür, yüksek ısıda tungsten ve hidrokarbonun karışımı sonucu oluşmaktadır. Tungsten karbür bileşimi, yüksek ısıda karbon ve tungsten karbür içinde ayrılmakta ve karbür iki şeklin karışımıyla oluşmaktadır. Diğer biçimleri ise W_3C ve W_3C_4 ile oluşturulmaktadır. Tungsten karbür bileşiminde bulunan karbon oranı kaynama noktasını değiştirmektedir. %C değeri %2' de kaynama noktası 2710 °C iken, %C oranı % 3,5 olduğunda kaynama noktası 2760 °C olmaktadır (Kosolapova 1971). Şekil 5.2' de tungsten karbürün denge diyagramı gösterilmiştir.



Şekil 5.2 W- C denge diyagramı (Rieck 1967)

Tungsten karbür, düşük sıcaklıkta katı kobaltda yalnızca %1 oranında çözünürken, nikelde %25 ve demirde %5 oranında çözünmektedir. Nikel ve demirde, tungsten karbürün yüksek katı çözünürlüğü, gevrekliği artırıcı bir etki yapar. Kobalt miktarının artışıyla tokluğun artmasına karşılık sertlik, basma mukavemeti, elastik modül ve abrasif direnç azalır (Culp 1997)

Kesici takımlarda abrasif eleman olarak tungsten karbür (WC) ile beraber titanyum karbür (TiC), tantalyum karbür (TaC) ve niobyum karbür (NbC) de mikroyapıda yer alabilir. Bu tür ilave karbürlerin, difüzyona direnç gösteren bir ara tabaka meydana getirmelerinden dolayı kesici takımlarda karşılaşılan önemli hasar türlerinden biri olan kraterleşme engellenmektedir (Schey 1987).

Bazı özel sert metallerde sert faz olarak krom karbür, molibden karbür ve bağlayıcı metal olarak nikel bulunabilir. Sade tungsten karbürü kaliteli dökme demir, östenitik çelik, demir dışı ve metal dışı malzemelerin işlenmesinde kullanılırken tungsten karbür yanında titanyum ve tantalyum karbür de ihtiva eden kaliteler ise ferritik çeliklerin işlenmesinde kullanılırlar. Tungsten karbür daha çok sıcaktan ayrılan parçaları, dayanıklı parça ve tabakaların kesici aletleri kesmek için kullanılıyor. Semente karbürlerin yüksek sıcaklık mukavemeti, karışık karbür miktarının artışı ile artmasına karşılık, kobalt miktarının artışı ile azalır (tokluk için bu ilişki terstir). Sinterlenmiş karbürlerin çok iyi takım performansı, yüksek sertlik ve yüksek basma mukavemetinden ileri gelir (Avner 1987)

Tungsten' in en çok kullanılan Stellite olarak adlandırılan Co-Cr-W alaşımının genel bileşimi; %38-46 Co, %25-35 Cr, %4-25 W ve %1-3 C şeklindedir (Rieck 1967). Alaşımın sertliği, tungsten ve karbon oranına bağlı olarak 40-60 HRC arasında değişir. Isıl işlem uygulanmasına gerek yoktur. Mikroskobik olarak alaşım, tungsten esaslı bileşikler ve toplam miktarı %45 mertebesinde karbürlerden ibarettir. Bu alaşımın özelliği; yüksek sertliği, yüksek aşınma, oksidasyon ve korozyon direnci ve mükemmel kızıl sertliğidir. Bu özelliklerin kombinasyonu, bu alaşımı kesme uygulamaları için uygun kılmaktadır. Dökme alaşımlar, kesici uçta hasar olmaksızın yüksek hız çeliklerinden daha yüksek sıcaklıklarda çalışabilmektedir. Yumuşama yavaş bir şekilde meydana geldiği

için, daha yüksek kesme hızlarında çalışmak mümkündür; fakat, bu sırada süneklik azalır. Stellite kesici takım olarak uygulanabilirliği yüksek hız çeliklerinden daha sınırlıdır. Bundan dolayı döküm alaşımları daha gevrek ve takım dizaynı sınırlıdır. Ayrıca maliyeti de daha yüksektir. Stellite metal kesme takımları yaygın olarak çelik, dökme demir, dökme çelik, paslanmaz çelik, pirinç ve bazı diğer işlenebilir malzemelerin işlenmesinde kullanılır. Çoğunlukla tek noktalı torna tezgahlarında, şekillendirici takımlarda ve freze bıçağında kullanılmaktadır.

5.1.2. Nikel (Ni)

Nikel cevheri, sülfürlü, oksitli ve arsenikli olmak üzere üçe ayrılır. Kanadaki Sudbury cevherleri sülfürlüdür ve dünya nikel üretiminin %90' nı kadarı bu yataklardan elde edilmektedir. Bu çalışmada ise nikel eldesi Merck firmasından sağlanan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Nickel chloride) dan elde edilmiştir. Yapılan hesaplamalarda 1gr $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Nickel chloride)' dan yaklaşık 0,25 gr Nikel elde edilmektedir.

Nikel, gümüş beyazı renkte $8,9 \text{ gr/cm}^3$ yoğunlukta $1452 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta eriyen hemen her ortamda korozyona direnci çok yüksek olan bir metaldir. Manyetiktir, ısı iletkenliği yüksektir. Isıl işleme sertleştirilemez. Bilinen en özlü metaldir. Dayanım ve serliği soğuk işlemeyle yükseltmek mümkündür. Sıfır altı sıcaklıkta sertlik ve dayanım daha da yükselmektedir.

Nikel petrol endüstrisinde, kimya endüstrisinde, gıda endüstrisinde, mutfak takımlarında, kağıt endüstrisinde, çatı kaplama işlerinde, korozyondan korunması istenen metallerin kaplanmasında ve daha ucuz kullanma alanlarına sahiptir. Nikel sıcak ve soğuk olarak biçimlendirilebilmektedir. Nikel oksit, bilimsel ve dekoratif amaçlarla, cama renk vermek için kullanılmaktadır. Aşınmadan korunmak için bazı metallerin yüzeyi ince bir nikel katman ile kaplanır.

5.1.3 Alüminyum (Al)

Bu çalışmada kullanılan Johnson Matthey Materials Technology firmasından sağlanan alüminyum tozu; %99 saflıkta ve tane boyutu 20µm dur. Alüminyum gümüş beyazı renginde, 2.707g/cm³ yoğunlukta, 660 °C sıcaklıkta ergiyen bir metaldir. Alüminyum oksijene karşı olan yüksek afinitesi nedeni ile yüzeyde havanın teması sonucu ince fakat yoğun bir oksit tabakası (Al₂O₃) teşekkül eder. Bu tabaka alüminyumu diğer etkilere karşı korur; ancak bazlar ve bazı asitlerle tuzlar tabakayı çözerler. Yani alüminyum bu maddelere karşı dayanıklı değildir.

5.2 Numunelerin Hazırlanması

5.2.1 Electroless (Elektrik Akımsız) Nikel Kaplama İşlemi

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

- Banyo ısısı
- pH
- Nikel oranı(Nikel klorür)
- İndirgeme konsantresi
- Banyonun yoğunluğu

Bu çalışmada, iki farklı toz karışımı hazırlanmıştır. Bu toz karışımlarından ilkinde belirli oranlarda homojen olarak karıştırılan tungsten karbür (WC), alüminyum (Al) tozlarıdır. Kaplama için nikel, NiCl₂.6H₂O (Nickel chloride) elde edilmiştir. Hazırlanacak numune için kullanılan tozlar ve banyo kimyasallarının oranları Tablo 5.2' de verilmiştir. Ayrıca yaklaşık olarak 1 gr nikel elde etmek için, 4 gr NiCl₂.6H₂O (Nickel chloride) gerekmektedir.

Tablo 5.2 WC+ Al tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları

<u>Kimyasallar</u>	<u>Ağırlık(gr)</u>
Tungsten Karbür (WC)	28
Alüminyum (Al)	6
Nickel Chloride (NiCl ₂ .6H ₂ O)	32
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30
Saf Su	70
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	9

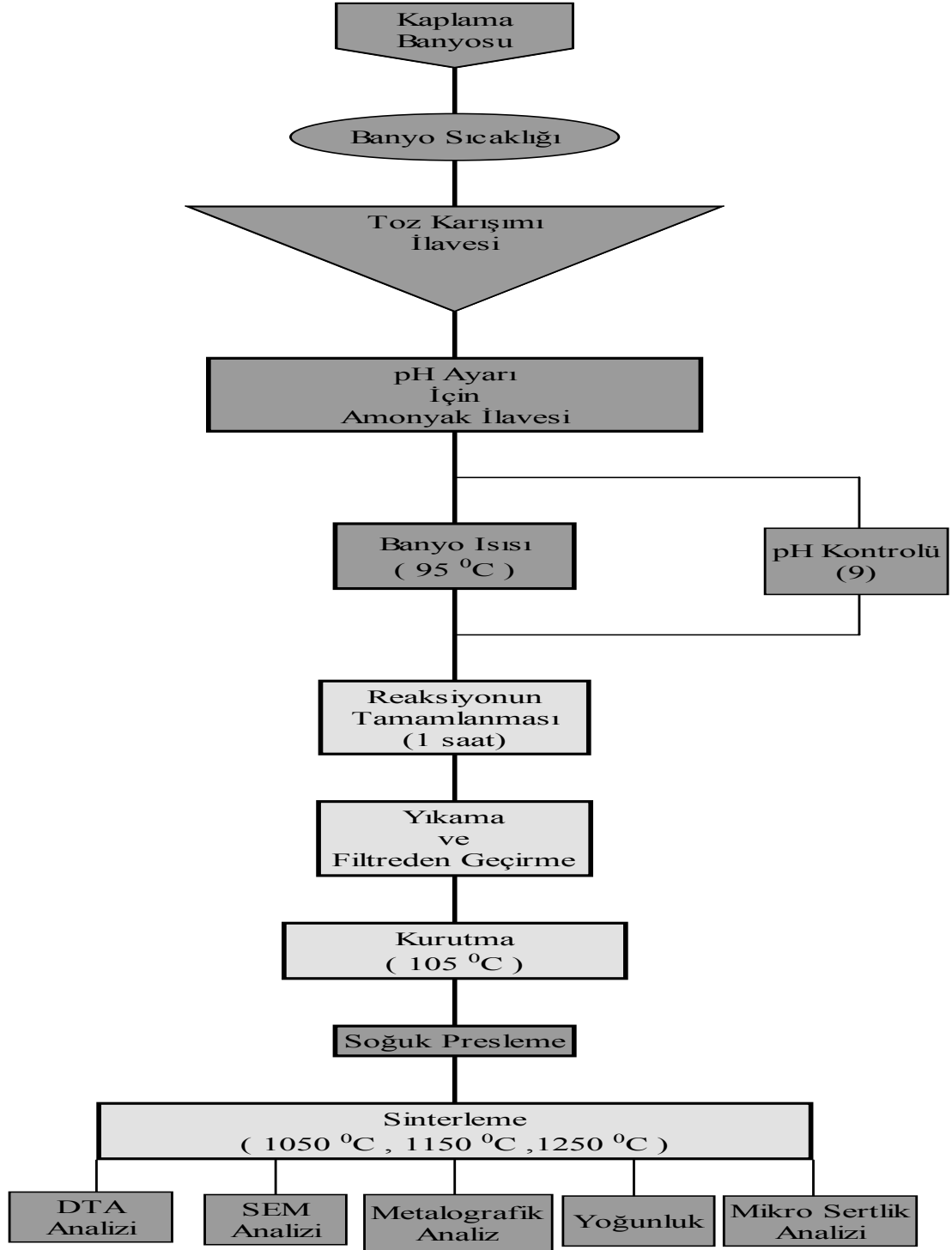
İkinci olarak hazırlanan toz karışımında ise % 70 oranda tungsten karbür (WC) tozu ve kaplamadan gelecek nikel oranı %30 olarak düşünülmüştür. Böylece çok seramik az metal tozu karışımında seramik- metal kompoziti hedeflenmektedir. Hazırlanacak numune için kullanılan toz ve kimyasalların oranları Tablo 65.3’ de verilmiştir.

Tablo 5.3 WC tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları

<u>Bileşik</u>	<u>Ağırlık(gr)</u>
Tungsten Karbür (WC)	14
NiCl ₂ .6H ₂ O (Nickel chloride)	24
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30
Saf Su	70
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	9

İlk kaplama banyosu için, gerekli olan kimyasallar ve oranları hazırlandıktan sonra, yaklaşık 800ml lik bir beher içerisine sırasıyla Hydrazine hydrate (% 30) + saf su (% 70), NiCl₂6H₂O (32 gr) konularak ortama ısı verilmeye başlanır. Banyo sıcaklığı 30- 40 °C olduğunda homojen şekilde karıştırılan tungsten karbür (WC) ve alüminyum (Al) tozları ile saf su eklenir ve karıştırılmaya başlanır. Banyonun sıcaklığı 95 °C ‘ ye ulaştığında pH’ ı 9’ a ayarlamak için amonyak ekleyerek reaksiyonun başlaması sağlanır. Yaklaşık 60 dakika süren bir zamanda reaksiyon tamamlanarak kaplanmış numuneler banyodan alınır. İlk önce birkaç kez saf su’ da daha sonra aseton’ da ve son olarak ta tekrar saf su’ da filtreden geçirilerek yıkanır. Daha sonraki aşamada yıkanmış olan tozlar kurutma fırınında kurutularak bir sonraki

aşamaya hazır hale getirilmiştir. İkinci hazırlanan tungsten karbür (WC) tozu ise yukarıdaki gibi basamaklar tekrarlanarak kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Buradaki fark sadece tungsten karbür (WC)' ün nikel kaplama işlemidir. Yani alüminyum (Al) tozları kullanılmamıştır.



Şekil 5.3 Deney akım şeması

5.3. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

5.3.1 Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

Bilgisayar kontrollü Linseis DTA-TG cihazı 0,1-50 °C/dk ısıtma hızları ile 1500 °C ye kadar çıkabilmektedir. Bir malzemenin sıcaklık artışı ile bünyesinde meydana gelen değişimleri belirlemekte kullanılır. Malzeme bünyesinde meydana gelen ağırlık değişimleri termogravimetre (TG), ekzotermik yada endotermik reaksiyonlar sonucu meydana gelen sıcaklık değişimleri diferansiyel termal analiz (DTA) ile tespit edilir.

Diferansiyel termal analizde test yapılacak madde ile referans maddenin birlikte ısıtılması sırasında ikisi arasında sıcaklık farkı tespit edilir. Referans olan madde inert adı verilen kalsine edilmiş kaolen veya $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dür. Test edilen maddenin ısı farkı referansa göre ilerde veya geride bulunması ısıl reaksiyonun ekzotermik veya endotermik olduğunu gösterir. Bu reaksiyonlar termal analiz cihazında bir takım pikler verir. Bu piklerin, ısı dereceleri pik şekil ve alanları test edilen maddenin mineral cinsini bazen miktarını da belirleyebilmektedir.

Zaman ve sıcaklığa bağlı DTA çıktısındaki değerlerin diferansiyeli alınarak DTA diyagramı elde edilir. TG ve DTA cihazları bir arada kullanılırsa buna Simultane Termal Analiz (STA) denir.

DTA cihazının uygulama alanları;

- Dönüşüm entalpilerinin tayininde,
- Faz dönüşüm sıcaklıkları tayininde,
- Kristalizasyon davranışı tayininde,
- Parçalanma reaksiyonlarında,
- İlavelerin etkilerinin tayininde

5.3.2 Presleme

Bu çalışmada kullanılan ilk olarak elde edilen kaplanmış tungsten karbür (WC) alüminyum (Al) tozlarından 3 adet numune preslenmiştir. Presleme soğuk olarak hidrolik preste (Şekil 5.4), 140 bar altında yapılmıştır. Preslenen numuneler sinterleme öncesi 2,4 gr, 2,22 gr ve 1,9 gr ağırlığında ve 3 mm kalınlık, 13 mm çapında silindirik şekildedir. Kaplanmış tungsten karbür (WC) tozundan ise 5 adet numune preslenmiştir. Presleme yine aynı şekilde soğuk olarak hidrolik preste 140 bar altında yapılmıştır. Numuneler yine silindirik kalıpta preslenmiştir.



Şekil 5.4 Hidrolik pres

5.3.3 Sinterleme

1. grup deney numuneleri, bunlar soğuk preslenerek hazırlanan nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) + alüminyum (Al) numunelerinden, argon gazı ortamında 750 °C'de ısıtma hızı 10°C / dk ve max. sıcaklıkta 1 saat bekletilerek tüp fırında (Şekil 5.5) sinterlenmiştir. Diğer numune ise herhangi bir koruyucu atmosfer kullanmadan tüp fırında 1100°C'de ısıtma hızı 10°C / dk ve max. sıcaklıkta 1 saat bekletilerek sinterlenmiştir.

Çalışmada 2. grup deney numuneleri, yani nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) tozları soğuk preslenerek 1050, 1150 ve 1250 °C' de sinterlemeye çalışılmıştır.

Yine bu grupta da iki farklı sinterleme ortamı tercih edilmiştir. Bunlar; normal ortam (koruyucu gazsız) ve Argon gazı korumalı ortamdır.



Şekil 5.5 Tüp fırın

5.3.4 Yoğunluk Hesabı

Bu çalışmada kullanılan electroless (elektrik akımsız) nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) tozlarından 5 adet numunenin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunlukları hesaplanmıştır.

5.3.5 Ark Fırını

Preslenen, nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) + alüminyum (Al) numunelerinden biri, normal ortamda 1100 °C ' de 1 saat bekletilerek, diğer numune ise argon gazı ortamında 750 °C' de sinterlenmeye çalışılmıştır. Bu sinterlemeye çalışılan numunelerin sinterlenemediği gözlemlenmiştir. Çalışmada ark fırınında ergitme yöntemi alternatif yöntem olarak kullanılmıştır. Kullandığımız ark fırının kapasitesi 50 gr' dır(Şekil 5.6) Kullanılan voltaj yaklaşık 50 volt olarak ayarlanmıştır. Ergitme usulü bakımından kullanabilecek en basit yöntemlerden biridir.



Şekil 5.6 Ark fırını

Elektrot üzerindeki soğuk nokta ile parça üzerinde bulunan sıcak nokta arasında yaklaşık olarak 2300 °C civarında bir ısı ile malzeme ergitilir. Ergitme sırasında ortaya çıkan ısı kullanılan akım ve amper ile direkt ilişkilidir. Aynı zamanda durağan olmayan sistemlerde kaynak hızı ile de direkt ilgilidir. Ergitme işlemi sırasında malzeme kaybı oldukça az olup bu daha çok kullanılan argon gazının saflığına bağlıdır. Ergitme sırasında ergiyik metalini havanın kötü etkisinden kurtarmak için koruyucu ortamda ergitme yapılır. Esas olarak bu koruyucu ortamda CO₂ de olabilir ancak yüksek ısı nedeniyle çok çabuk parçalanan CO₂ malzeme içindeki oksijen dengesini çok çabuk değiştirdiği için çok sık kullanılmazlar. Ancak düşük karbonlu çeliklerin ergitmesinde bu gaz kullanılır. CO₂ ayrıca ortam ısısının aşırı yükselmesine de sebep olur. Bu soğutma gereken yerlerde pek istenmemektedir. Argon ise daha kolay tutuşma ve uygun ark sağladığından tercih edilmiştir.

5.3.6 Metalografik Analiz

5.3.6.1 SEM- EDX Analizi

Elektron ışını kullanan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), çok daha derin incelemeler için tercih edilen bir analiz cihazıdır. Optik mikroskopla

kıyaslanmayacak kadar yüksek büyütmeleme çıkma özelliğine sahip bu cihaz detaylı malzeme karakterizasyonları için tercih edilen bir cihaz haline gelmiştir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ' nda mevcut olan yüksek çözünürlükten dolayı malzemenin parlatılması inceleme açısından avantaj sağlamaktadır. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ' nda incelenecek numunelerin en önemli özelliklerinden biri iletken olmalarıdır. Eğer incelenecek malzeme iletken değilse nanometre mertebesinde iletken bir filmle numune kaplanarak iletken hale getirilmelidir.

EDX (Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi), elektron bombardımanı sonucunda x- ışınlarının bir arada toplanması ile elde edilen bilgilerin değerlendirilmesinde kullanılan spektrometredir. Farklı x- ışınlarının birbirinden ayrılması EDX (Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi) sistemlerinde silisyum- lityum detektörü ile sağlanmaktadır. Birçok SEM ve TEM (Transmission Electron Microscope) cihazlarında EDX bulunmaktadır (Turan 1998).

Nikel kaplanan tozlar ile sinterlenen numuneler ve ark fırınında ergitilen numunelerden elde edilen parçalar SEM- EDX analizlerine tabi tutulmuştur. LEO 1430 VP markalı SEM ve RÖNTEC markalı EDX cihazlarıyla yapılan bu analizler Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi' nde yapılmıştır.

5.3.6.2 Optik Mikroskop

Sinterleme sonrası ve ark fırınında ergitilerek elde edilen numuneler optik mikroskop analizi için önce bakalite alınmıştır. Bakalite almaktaki amaç; küçük ve biçimsiz numuneleri parlatma esnasında kolayca tutmaktır. Zımparalama işlemi için Met-kon marka zımparalama cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz hareketli iki diski ile devir hızı ayarlanabilen zımparalama ve parlatma işlemlerini gerçekleştirebilmektedir (Şekil 5.7).



Şekil 5.7 Numune zımparalama ve parlatma cihazı

Bu çalışmada sırasıyla 120, 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1100 ve 1200 no' lu zımparalar ve elmas macun kullanılmıştır. Sinterleme sonrası ve ark fırınında ergitilerek elde edilen numunelerin mikroyapısının analizi AKÜ Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü Laboratuvarında bulunan Olympus marka BX60 Model, alttan ve üstten aydınlatmalı otomatik fotoğraf sistemli optik mikroskopla incelenmiştir(Şekil 5.8).



Şekil 5.8 Optik mikroskop

Metal mikroskopları numunelerin, numune tablasına yerleştirilmelerine göre alttan bakışlı (inverted) ve üstten bakışlı (upright) olmak üzere iki türde olabilirler. Optik mikroskop görüntü oluşturmak için beyaz ışını kullanır ve çeşitli merceklerin kombinasyonu olan bir görüntü sistemidir. Çok düşük büyütmelerde güneş ışığı ile de görüntü elde etmek mümkün olabilir. Numuneler mutlaka

numune hazırlama işlemlerinden geçmelidir ve incelenecek numune yüzeyi parlatılmış olmalıdır. Parlatma kalitesi önemli kriterdir. Sağlıklı bir görüntü eldesi için numune yüzeylerinin birbirine paralel olması büyük öneme sahiptir. Özellikle metal ve seramik malzemeler rahatlıkla optik mikroskop kullanılarak incelenebilir.

5.3.7 Mikro Sertlik Analizi (Vickers Sertlik Analizi)

Mikroyapı incelemeleri için hazırlanan numuneler üzerinde aynı zamanda mikro sertlik ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Her bir numune üzerinden 5 farklı yerden alınan sertlik değerlerinin ortalaması alınarak yapılmış olup, sertlik testleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi' nde bulunan Shimadzu HMV 2 L mikro sertlik cihazı ile yapılmıştır.

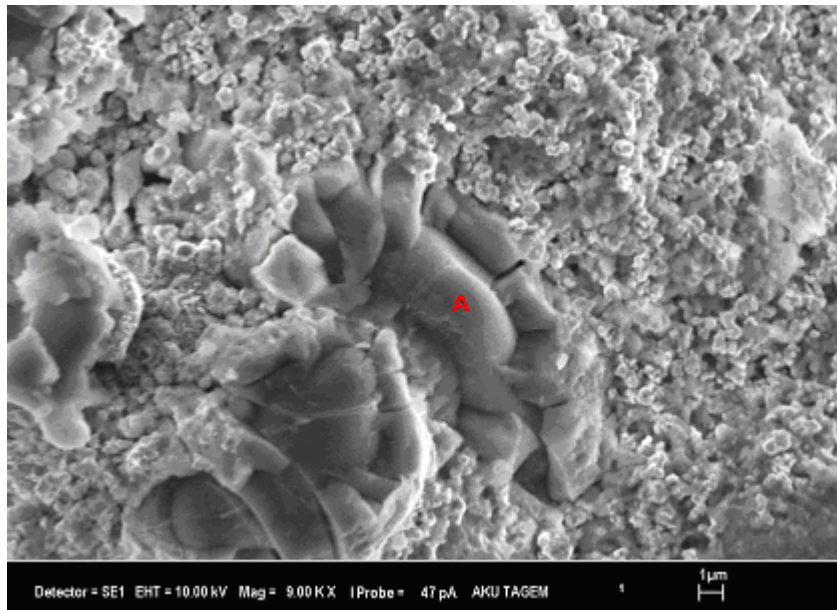
6. DENEYSEL SONUÇLAR

Bu bölümde ağırlıkça, yaklaşık % 80 oranında tungsten karbür ile % 20 oranında alüminyum tozlarından hazırlanan karışım ve yine ağırlıkça %70 oranında tungsten karbür tozunun nikel kaplama işlemi ve sonrası özelliklerin incelenmesi için yapılan deneyleri kapsamaktadır.

6.1 Nikel Kaplanmış % 80 Tungsten Karbür + % 20 Alüminyum Tozlarının Deneysel Sonuçları

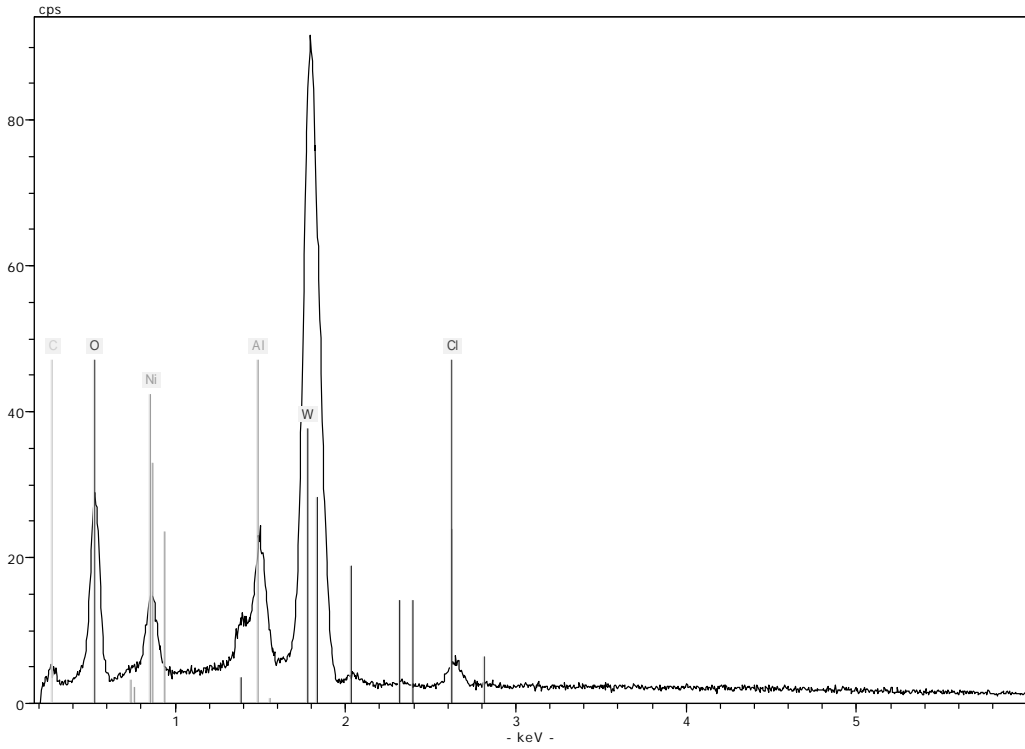
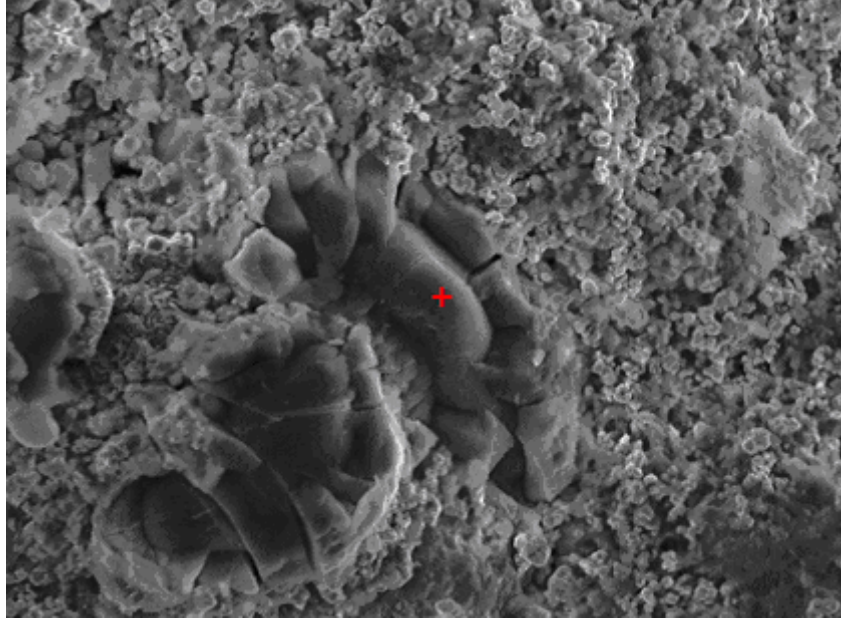
6.1.1 Sinterleme Öncesi SEM- EDX Analizi

Ağırlıkça, % 80 tungsten karbür ve % 20 alüminyum tozlarından hazırlanan karışım Bölüm 5.2.1’ de verilen kaplama tekniği ve kaplama banyosu ile kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplama sonrası numunenin SEM fotoğrafı Şekil 6.1’ de gösterilmektedir. SEM fotoğrafında görüldüğü gibi tungsten karbür ve alüminyum tozları üzerine nikel partikülleri olmakla beraber “A” noktasının EDX analizinde (bkz. Şekil 6.2) tungsten karbürün, reaksiyonun tam olarak tamamlanmamasından dolayı tamamen kaplanmadığı gözlemlenmiştir.



Şekil 6.1 Nikel kaplanmış tungsten karbür ve alüminyum tozlarının SEM görüntüsü

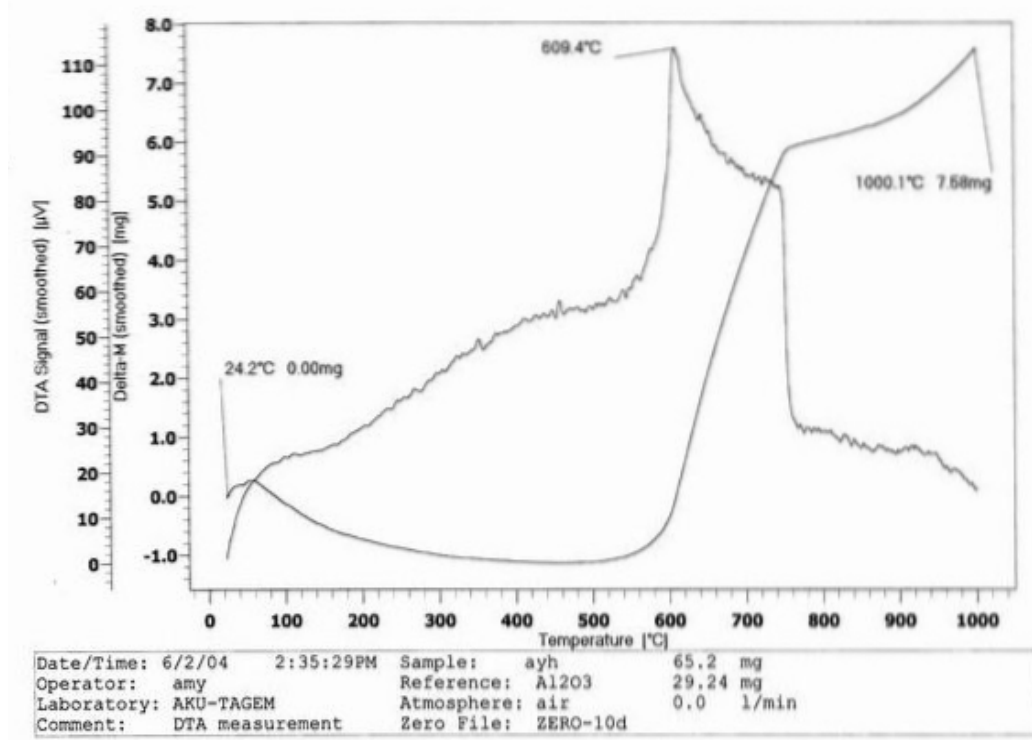
Yine aynı numunenin EDX analiz sonuçlarına bakıldığında kaplamada kullanılan tungsten karbür, alüminyum ve nikel elementleri tespit edilerek kaplamanın gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Bu numune için EDX sonuçları Şekil 6.2' de gösterilmektedir.



Şekil 6.2 Nikel kaplanmış tungsten karbür ve alüminyum tozlarının EDX analizi

6.1.2 DTA Analizi

Nikel kaplanmış WC+ Al tozlarından alınan örnek, DTA analizinde normal atmosferde 1000 °C ‘ ye kadar ısı altında tutulmuş ve elde edilen reaksiyonlar Şekil 6.3’ te gösterilmiştir.



Şekil 6.3 Nikel kaplanmış tungsten karbür ve alüminyum tozlarının DTA analizi

DTA grafiğinde numunenin ısı altında gösterdiği davranışlar gözlemlenmiştir. Buna göre 570 °C’ den sonra TG eğrisinde önemli bir pik elde edilmiş olup bunun oksidasyondan kaynaklandığı düşünülmektedir. DTA eğrisine bakıldığında ise 609 °C’ de büyük ekzotermik reaksiyon tespit edilmiştir. Bu reaksiyonun alüminyumun ergimesi nedeni ile oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca 700 °C’ de ise endotermik reaksiyon oluşarak küçük pikler gözlemlenmiş olup bu reaksiyonun alüminyumun nikel ile bileşik oluşturduğunun göstergesidir. Yine bu sıcaklıkta TG grafiğinde yükselme devam etmektedir. Kompozisyonda bulunan alüminyum ve nikelin oksidasyonu sonucu Al₂O₃ ve NiO oluştuğu düşünülmektedir. Maksimum sıcaklık olan 1000 °C ‘ de numune 7, 58 mg ağırlık

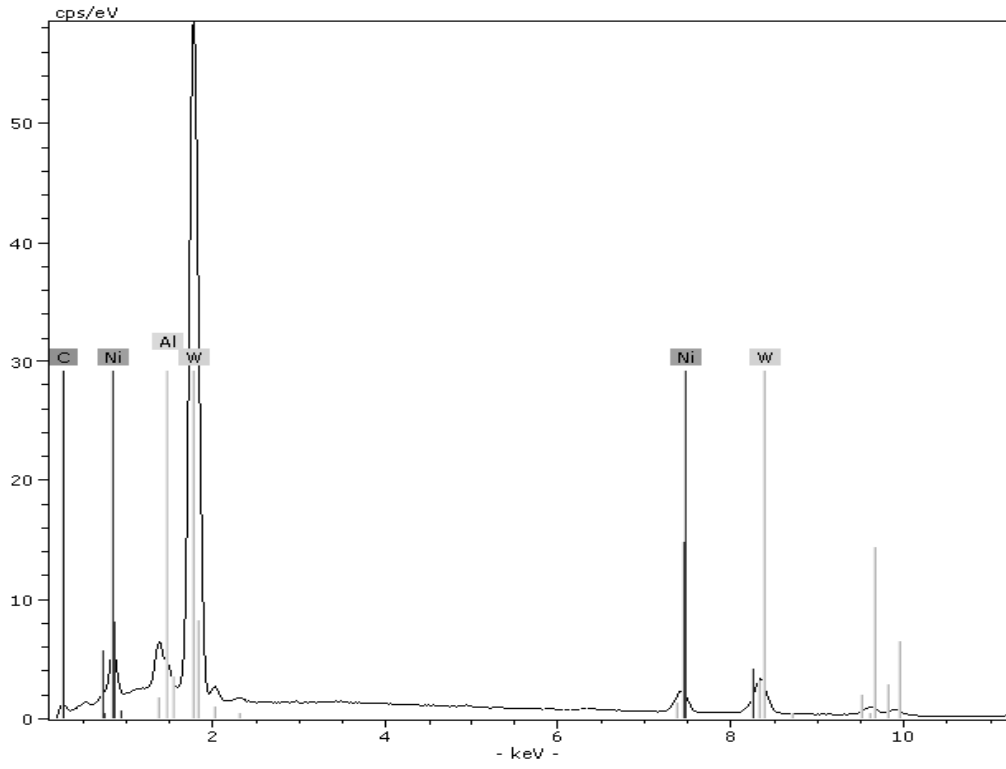
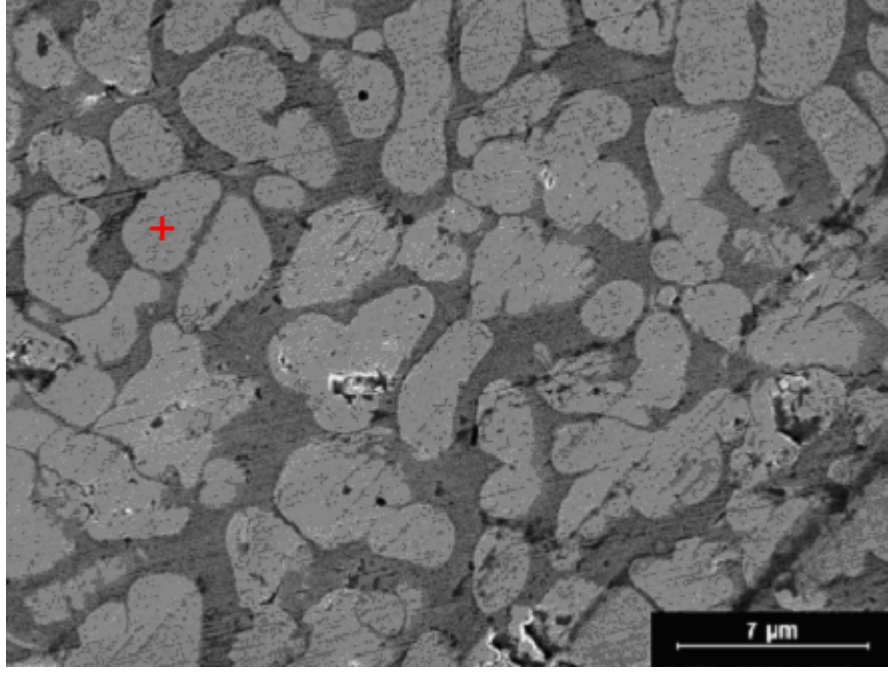
kazanarak ilk ağırlığı 65,2 mg' dan DTA sonrası 72,78 mg ağırlığa ulaşmıştır. Referans malzeme olarak Al₂O₃ 29,24 mg kullanılmıştır.

6.1.3 Sinterleme

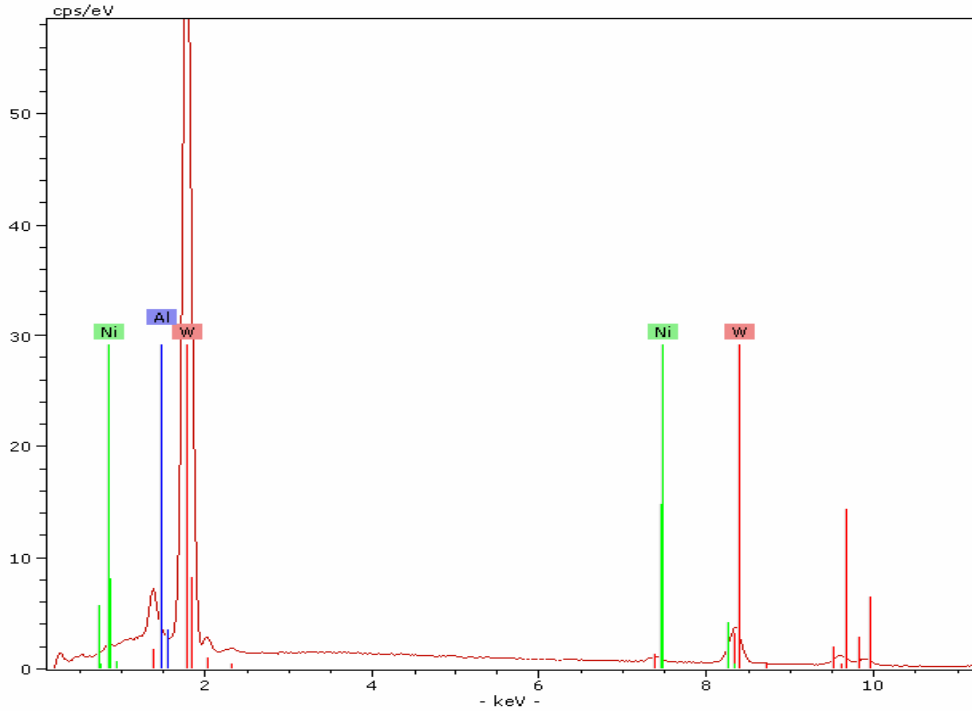
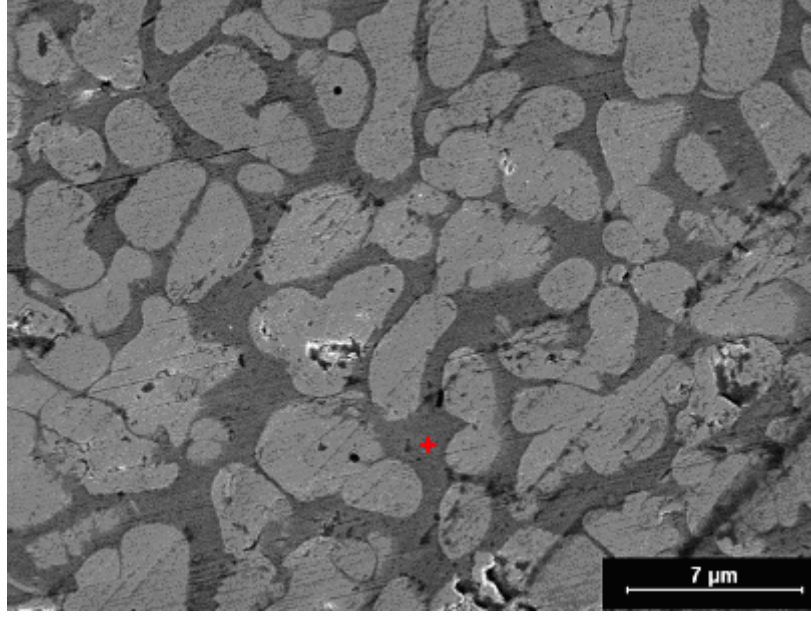
Nikel kaplanmış WC+ Al tozları 1100 °C ' de tüp fırında argon gazı altında sinterlenmeye çalışılmıştır. Sinterleme tekniği olarak sıvı faz sinterlemesi tercih edilerek sinterleme sıcaklığında 1 saat tutulan numunenin soğuma sonrası istenilen mukavemette olmadığı gözlemlenmiş ve bu yüzden hazırlanan aynı karışım 140 bar' da soğuk preslendikten sonra ark fırınında ergitmeye çalışılmıştır. Buradaki amaç alüminyumun nikel ile oluşturacağı sıvı fazın seramik tungsten karbürü ıslatarak kompozit oluşturmasıdır.

6.1.4 Ark Fırınında Ergitme

Nikel kaplanan WC+ Al tozlarından soğuk preslenerek hazırlanan 2,5 gr ağırlığında silindirik numune Şekil 5.6' da gösterilen ark fırını cihazında 50 volt' ta ve argon gazı korumalı atmosfer altında ergitilmiştir. Ergitme sonrası SEM ve EDX analiz sonuçları Şekil 6.4 ve Şekil 6.5' te gösterilmektedir.



Şekil 6.4 Ark fırınında ergitilen tungsten karbür ve alüminyum tozlarının SEM ve EDX analiz sonuçları



Şekil 6.5 Ark fırınında ergitilen tungsten karbür ve alüminyum tozlarının SEM ve EDX analiz sonuçları

SEM fotoğrafına bakıldığında analiz sonucu 3 farklı yapı gözlemlenmiştir. Parlak açık rengin Ni_xAl_y , gri rengin WC' e, siyah rengin ise küçük homojen olarak dağılmış gözeneklere ait olduğu tahmin edilmektedir. Ergitme sonrası SEM fotoğrafından da anlaşılacağı gibi iyi bir WC+ Al_xNi_y kompoziti olduğu ve sertlik testi ile, ortalama 732,8 HV sertlik değerine sahip olduğu tesbit edilmiştir.

6.1.4.1 Mikro Sertlik Analizi (Vickers Sertlik Analizi)

Ark fırınında ergitilen numune bakalite alınıp gerekli parlatma işlemi sonrası mikro sertlik analizi için vickers sertliği ölçülmüştür. Numune üzerinden 5 farklı bölgeden alınan sertlik değerleri Tablo 6.1' de verilmiştir.

Tablo 6.1 Ark fırınında ergitilen numunenin mikro sertlik değerleri

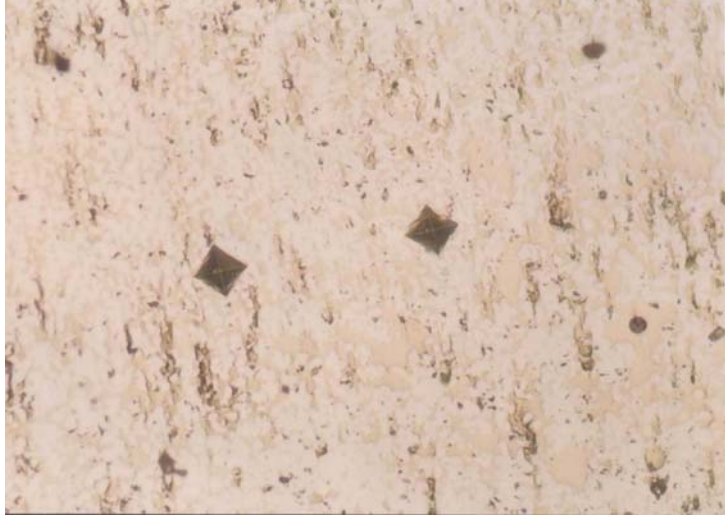
	HV	HRC
1	748	62
2	785	63,4
3	702	60,2
4	710	60,5
5	719	60,9
Ort.	732,8	61,4

Numune üzerinden alınan sertlik değerlerinin ortalaması 732,8 HV veya 61,4 HRC' dir. Literatüre bakıldığında tungsten karbürün sertlik değerinin altında olan bu değer bize metal alaşımının tungsten karbürün sertliğini düşürerek elastikiyetini arttırdığını söyleyebiliriz (Gidikova et al. 1997).

Yine tabloda yer alan sertlik değerlerine bakıldığında 1 ve 2 no' lu bölgede sertliğin daha yüksek olduğu görülmekte bunun nedeni olarak bu bölgelerin tungsten karbürün yoğun olduğu bölge olarak tahmin edilmektedir.

7.1.4.1Optik Mikroskop Analizi

Ark fırınında ergitilerek hazırlanan WC+AlNi kompozitinin optik mikroskopla değişik büyütmelelerdeki görüntüleri Şekil 6.6, Şekil 6.7 Şekil 6.8' de verilmiştir.



Şekil 6.6 Ark fırınında ergitilen numunenin optik mikroskop fotoğrafı (100X)



Şekil 6.7 Ark fırınında ergitilen numunenin optik mikroskop fotoğrafı (200X)



Şekil 6.8 Ark fırınında ergitilen numunenin optik mikroskop fotoğrafı (500X)

Şekil 6.8’ de vickers indentinin (piramit uc’ un) köşegenlerine bakıldığında herhangi bir çatlığa rastlanmaması numunenin tokluğu hakkında bize bilgi vermektedir.

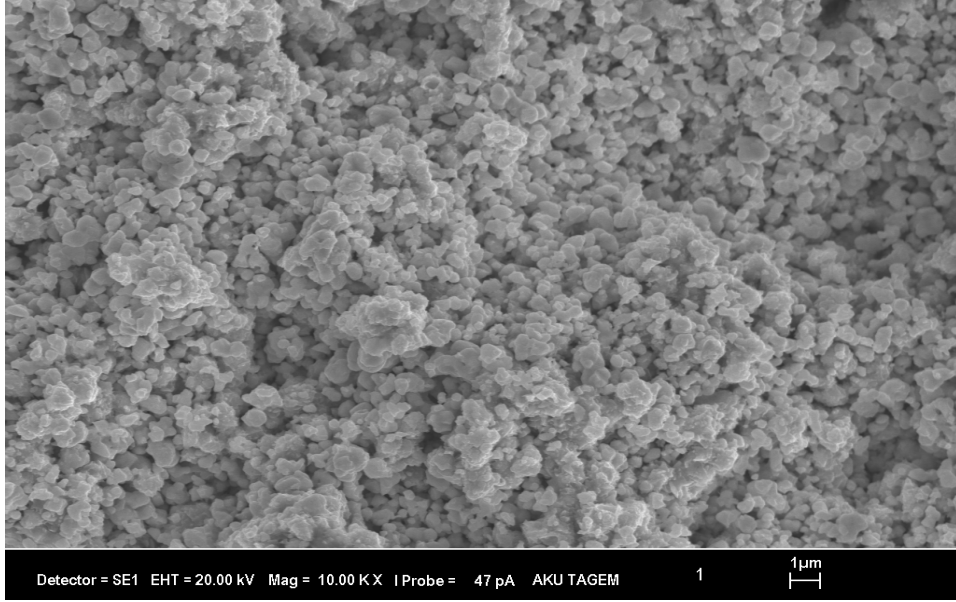
6.2 Nikel Kaplanmış Tungsten Karbür Tozunun Deneysel Sonuçları

6.2.1 Sinterleme Öncesi SEM- EDX Analizi

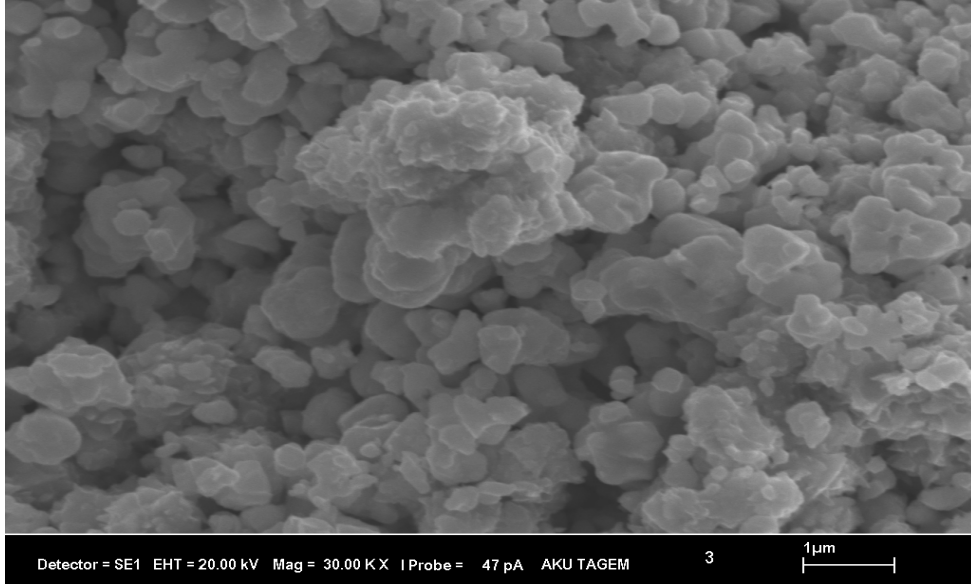
Tungsten karbür tozlarını electroless nikel kaplama yöntemiyle nikel kapladıktan sonra hazırlanan numunenin farklı büyütmelelerdeki SEM fotoğrafları Şekil 6.9 ve Şekil 6.10’ da gösterilmektedir. Bu çalışmada, tungsten karbür tozunun kaplanması incelenmiştir. Bölüm 5.2.1’ de verilen kaplama banyosu kullanılarak tungsten karbür tozunun tamamen kaplanması amaçlanmıştır. Yapılan SEM- EDX analizlerine göre istenilen kaplama gerçekleşmiştir. Bu numune için Şekil 6.11’ de gösterilen EDX sonuçlarında da kaplamanın gerçekleştiği görülmektedir.

Bu noktada şu sonucu vurgulamak gerekirse ilk deneyde Al ve WC tozlarının nikel kaplanması ile ilgili SEM fotoğrafında reaksiyonun tam olarak bitmediği ve WC ile Al partiküllerinin kaplanmadığı görülmekteydi. Ancak bu kısımda yapılan

kaplama işleminin iyi sonuç verdiği yine SEM, EDX analizlerinden anlaşılmaktadır.



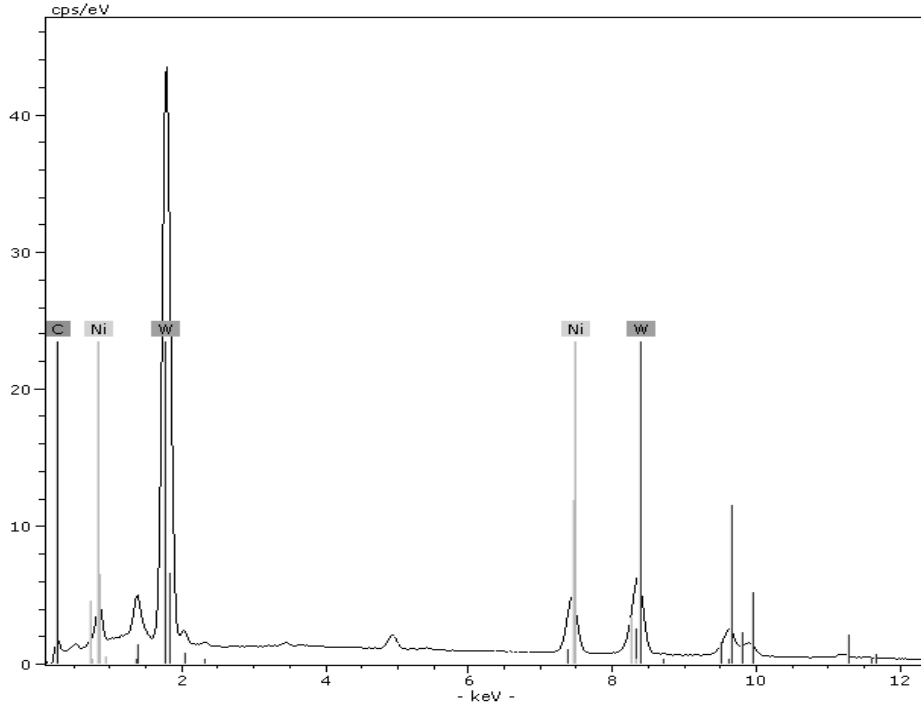
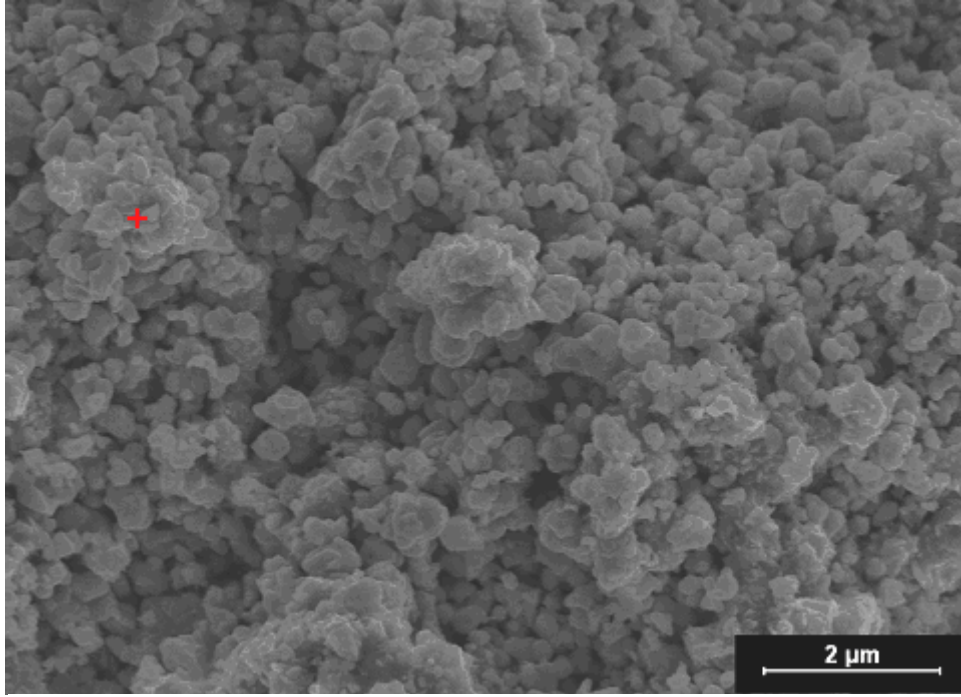
Şekil 6.9 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının SEM görüntüsü (10.000X)



Şekil 6.10 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının SEM görüntüsü (30.000X)

SEM fotoğraflarda belirtilen tane boyutuna bakıldığında nikel partiküllerinin yaklaşık olarak 0,5 µm boyutunda olduğu söylenebilir. Bu da bize kimyasal kaplamanın tane boyutları üzerine de etkisini ortaya koymaktadır. 7 µm olan

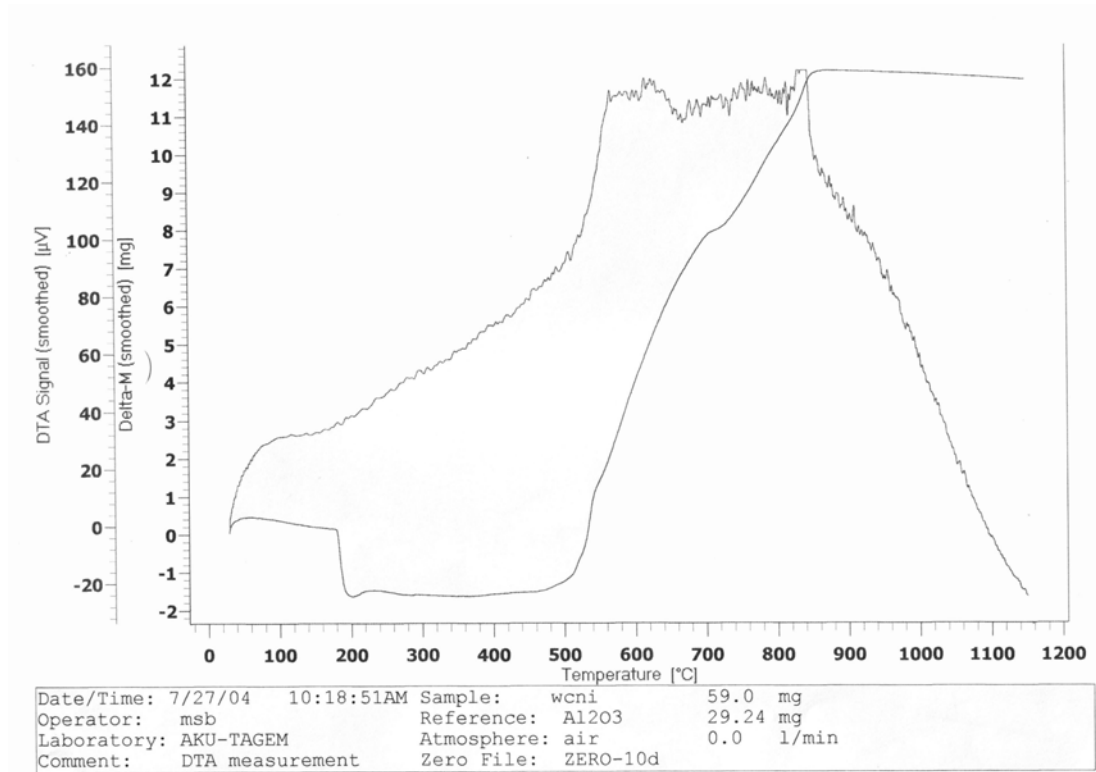
tungsten karbür tozlarının üzerine 0,5 µm kalınlığında bir tabaka olduđu gözlemlenmiştir. Bu kaplama metodunun diđer kaplama teknikleriyle kıyaslanması halinde her bir tanenin bu şekilde nikel ile çevrelendiđi düşünülürse sinterleme işleminde avantaj olarak karşımıza gelecektir.



Şekil 6.11 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının EDX analizi

7.2.2 DTA Analizi

Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından alınan 59 mg'lık numune normal atmosferde yani herhangi bir koruyucu gaz kullanmadan 1150 °C'ye kadar ısıtılarak DTA analizine tabi tutulmuştur. Uygulanan bu max. sıcaklığa kadar olabilecek reaksiyonlar ısı altında gerçekleşen reaksiyonlar Şekil 6.12' de DTA grafiğinde görülmektedir.



Şekil 6.12 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarının DTA Analizi

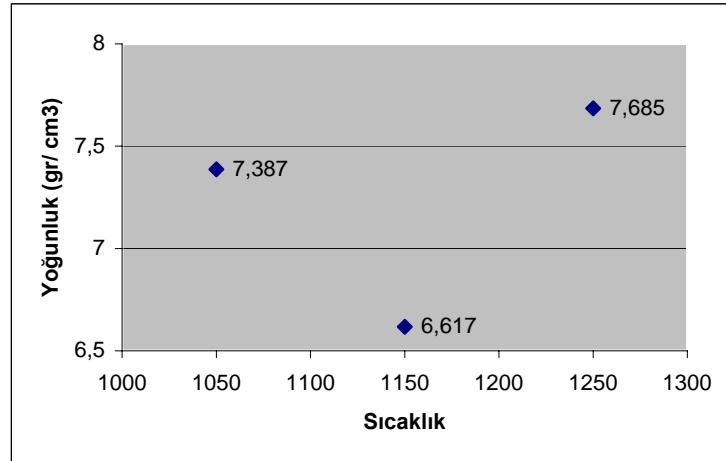
Şekil 6.12' de gösterilen analiz sonucuna göre yaklaşık 500 °C' de TG çizgisinde oluşan artış, ağırlık artışı olduğunu ve oksidasyonun meydana geldiğini göstermektedir. Bu sonuç beklenen sonuç olarak bilinmektedir. DTA eğrisinde ise 540 °C' de başlayan ve 860 °C' ye kadar süren kısım arasında ekzotermik reaksiyonun olduğu gibi bu iki nokta arasında zaman zaman küçük endotermik reaksiyonların gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Bu iki nokta aralığında WC- Ni arasında bir etkileşim sonucu WC_x Ni_y gibi fazların oluşabileceği W- Ni faz diyagramından yararlanılarak ifade edilebilir.

6.2.3 Sinterleme Öncesi Ham Yoğunluk ve Sinterleme Sonrası Yoğunluk Değişim Sonuçları

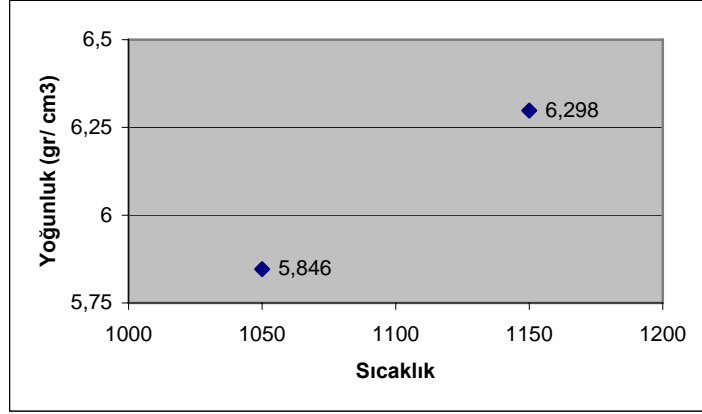
Hazırlanan kompozisyondan preslenerek elde edilen farklı ölçülere sahip 5 tane numunenin, farklı sıcaklıklar uygulanacak sinterleme işleminden önce ve sinterleme sonrası numunelerin her birinin ölçüleri ve yoğunlukları hesaplanmıştır. Sinterleme öncesi hazırlanan numunelerin boyutları ve yoğunlukları Tablo 6.2’ de ve bu değerler için hazırlanan grafikler Şekil 6.13 ve Şekil 6.14’ te gösterilmiştir.

Tablo 6.2 Sinterleme öncesi numunelerin boyutları ve yoğunlukları

<u>Sıcaklık</u>	<u>Ortam</u>	<u>Çap (cm)</u>	<u>Yükseklik (cm)</u>	<u>Ağırlık (gr)</u>	<u>d (gr/ cm³)</u>
1050 °C	Normal	1,3	0,3	2,94	7,387
1150 °C	Normal	1,3	0,41	3,6	6,617
1250 °C	Normal	1,31	0,17	1,76	7,685
1050 °C	Argon	1,34	0,26	2,14	5,846
1150 °C	Argon	1,33	0,3	2,62	6,298



Şekil 6.13 Normal atmosferde sinterlemek için hazırlanan numunelerin yoğunlukları

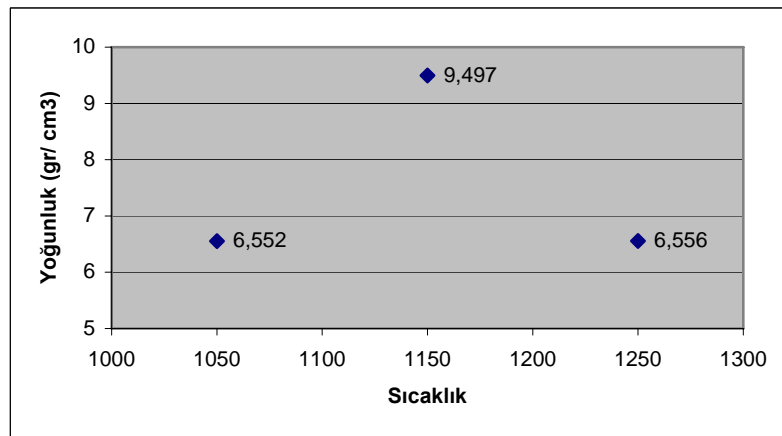


Şekil 6.14 Argon gazında sinterlemek için hazırlanan numunelerin yoğunlukları

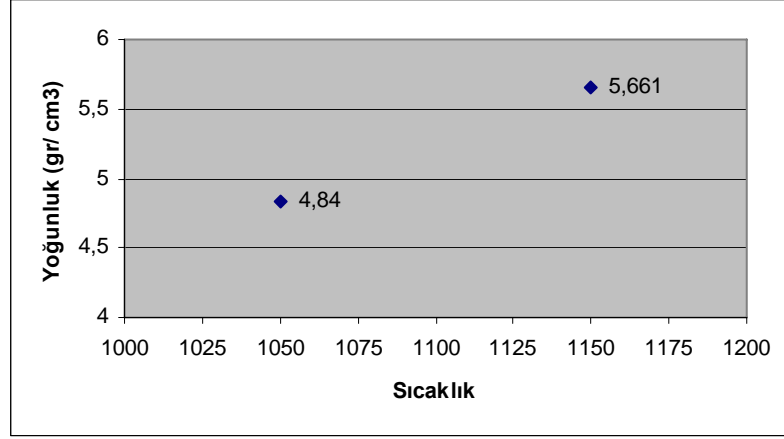
Farklı sıcaklık ve atmosferde sinterlenen numunelerin, sinterleme sonrası boyut ve yoğunlukları Tablo 6.3’ te verilmiştir. Elde edilen bu değerlerden hazırlanan grafikler ise Şekil 6.15 ve Şekil 6.16’ te gösterilmiştir.

Tablo 6.3 Sinterleme sonrası numunelerin boyutları ve yoğunlukları

Sıcaklık	Ortam	Çap (cm)	Yükseklik (cm)	Ağırlık (gr)	d (gr/ cm³)
1050 °C	Normal	1,34	0,34	3,14	6,552
1150 °C	Normal	1,14	0,37	3,58	9,497
1250 °C	Normal	1,38	0,2	1,96	6,556
1050 °C	Argon	1,3	0,33	2,12	4,840
1150 °C	Argon	1,26	0,37	2,61	5,661



Şekil 6.15 Normal atmosferde sinterlenen numunelerin yoğunlukları

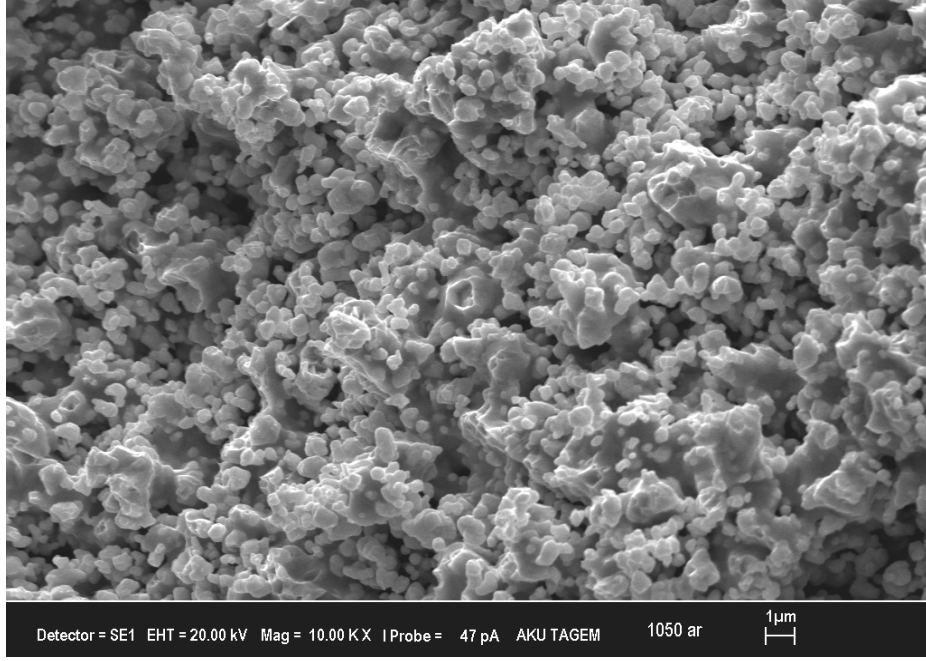


Şekil 6.16 Argon gazında sinterlemek için hazırlanan numunelerin yoğunlukları

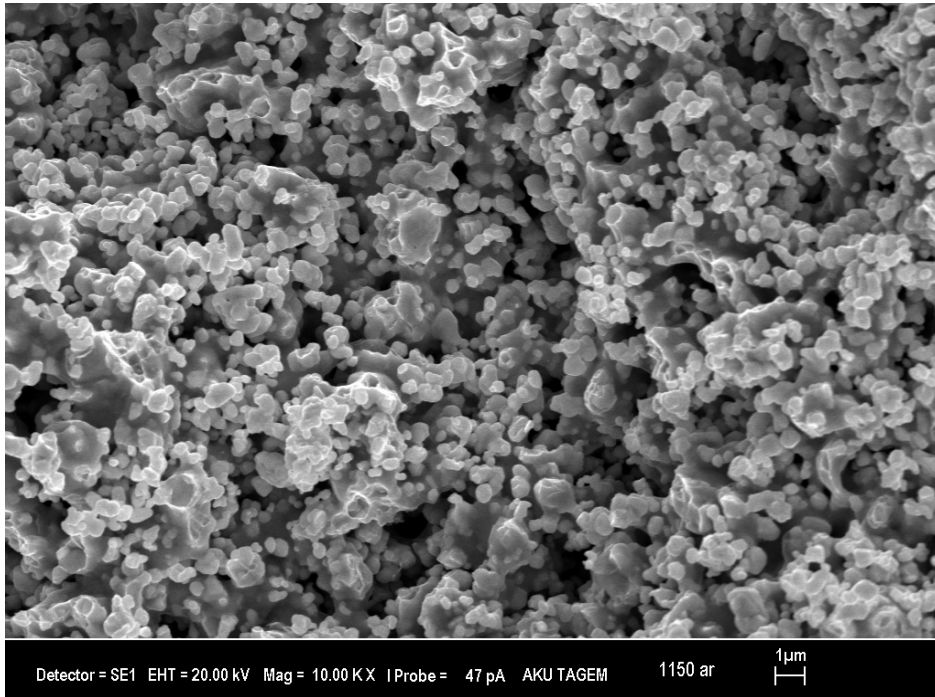
6.2.4 Sinterleme

Electroless (Elektrik Akımsız) nikel kaplama yöntemiyle nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından DTA analizi ve literatür bilgileri ışığında (Vélez 1999) belirlenen üç ayrı sıcaklıkta numuneler sinterlenmeye çalışılmıştır. Bu sıcaklıklar 1050, 1150 ve 1250 °C' dir. Bu belirlenen sıcaklıklarda, normal ortamda ısıtma hızı 10°C / dk ve max. sıcaklıkta bekleme süresi 1 saat seçilerek sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası elde edilen sonuçlarda; 1050 ve 1250 °C' de tüp fırında, normal atmosferde sinterlemeye çalışılan numunelerin, oksitlenerek sinterlenemediği görülmüştür. Ancak 1150 °C' de diğer numunelerden farklı olarak numunenin sinterlendiği görülmüştür. Daha sonra tüp fırında argon gazı altında, 1050 ve 1150 °C sıcaklıkları uygulanarak sinterleme işlemi yapılmıştır. Bu işlemde iki farklı sıcaklıklardaki numunelerin sinterlendiği görülmüştür.

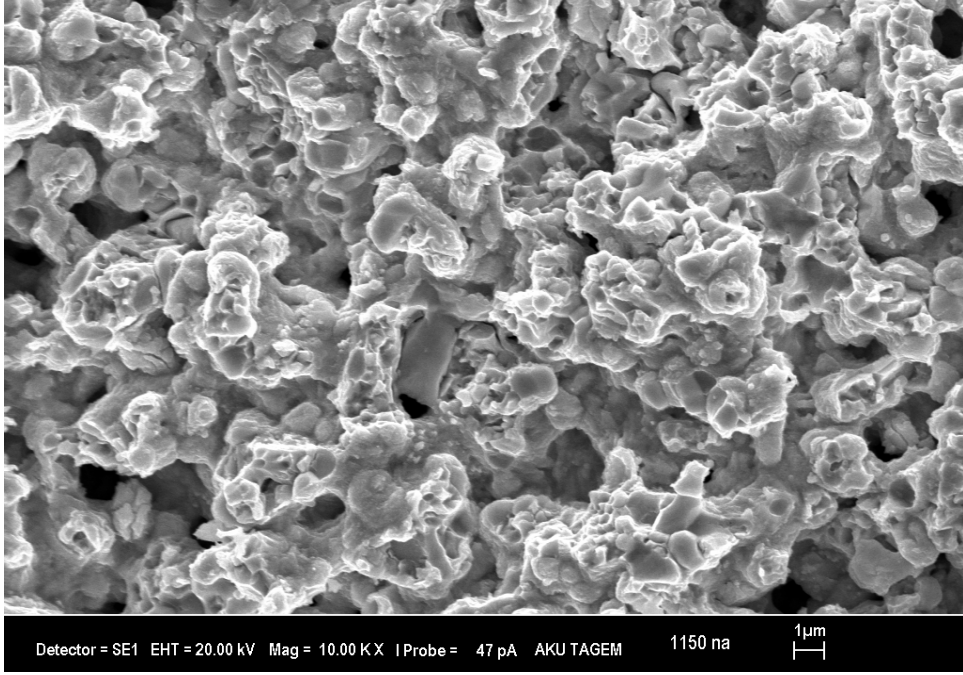
1250 °C' de sinterlemeden vazgeçilme nedeni olarak 1150 °C' nin literatürde kesin sinterleme sıcaklığı olduğu ve çalışmanın bir amacının da ekonomik kompozit malzeme üretimi gösterilebilir. Farklı sıcaklık ve ortamda sinterlenmiş olan numunelerin SEM ve EDX analizleri yapılmıştır. SEM fotoğrafları Şekil 6.17, Şekil 6.18 ve Şekil 6.19' de verilmiştir. EDX analizi sonuç grafiği ise Şekil 6.20, Şekil 6.21 ve Şekil 6.22' de verilmiştir.



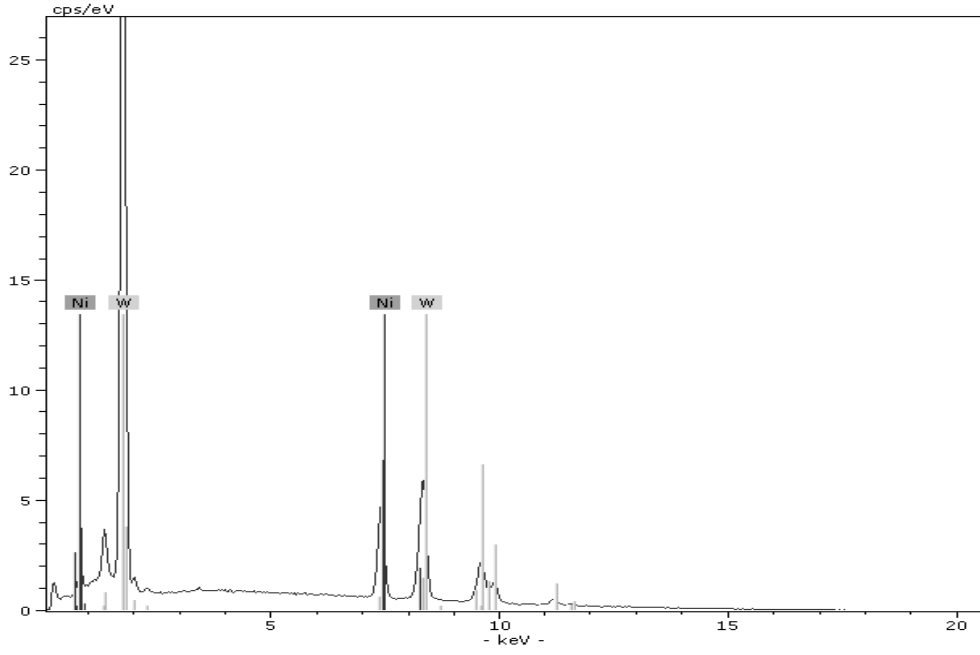
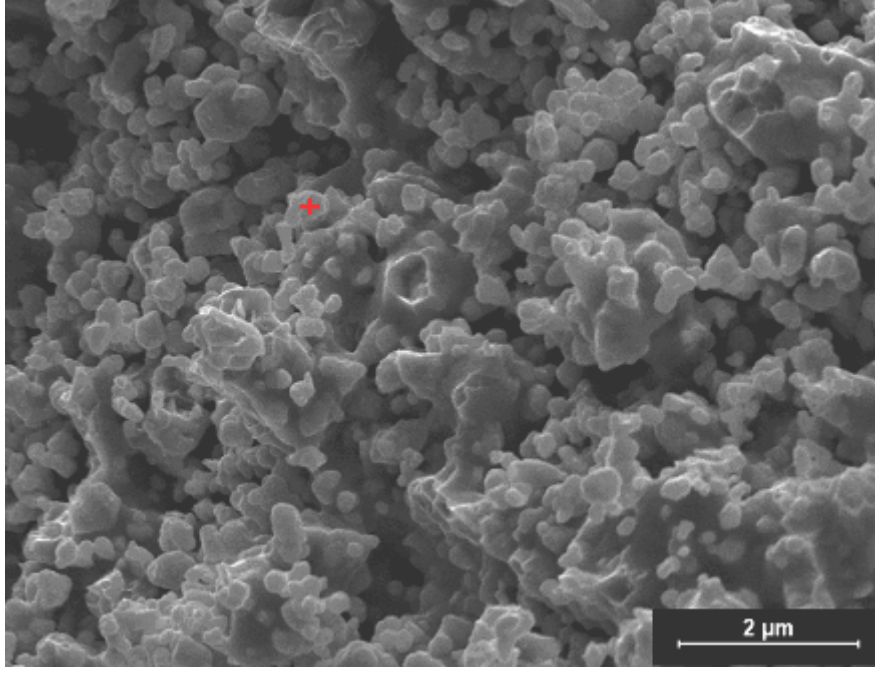
Şekil 6.17 1050 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş WC-Ni tozları (10.000X)



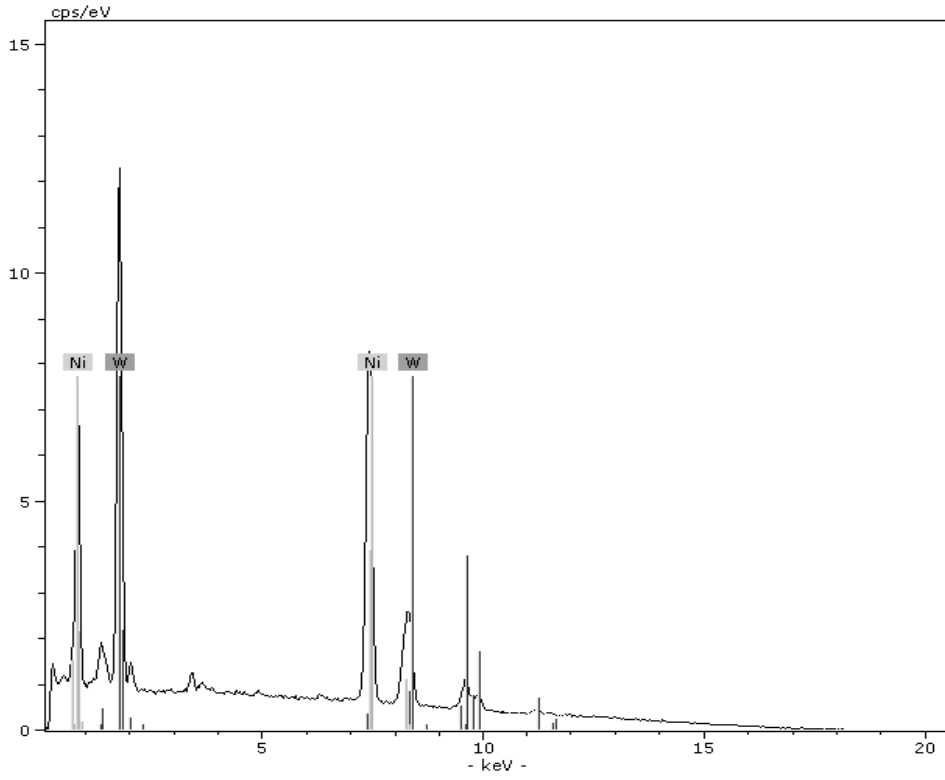
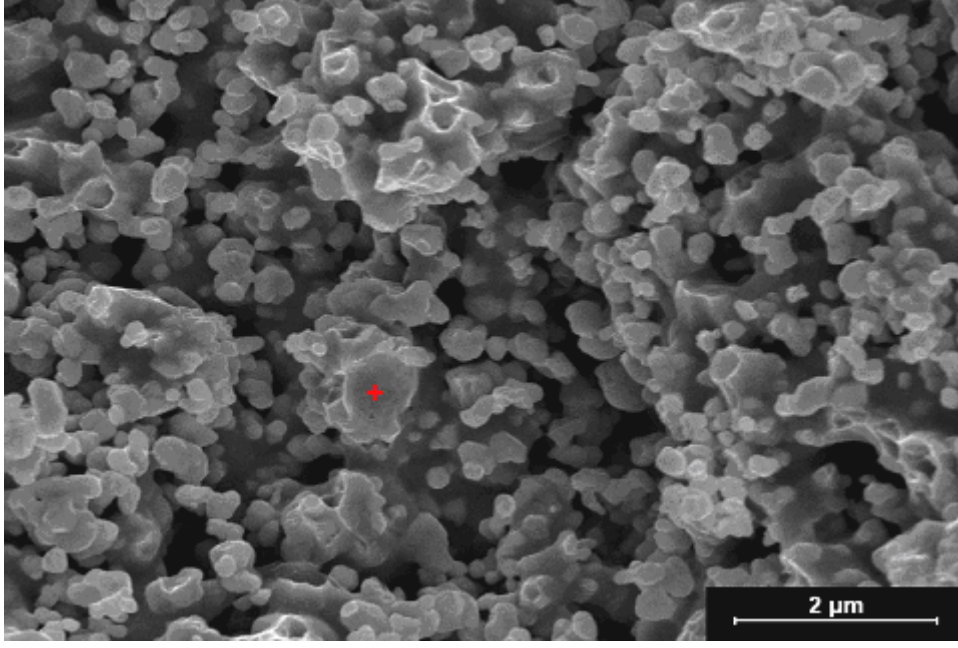
Şekil 6.18 1150 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş WC-Ni tozları (10.000X)



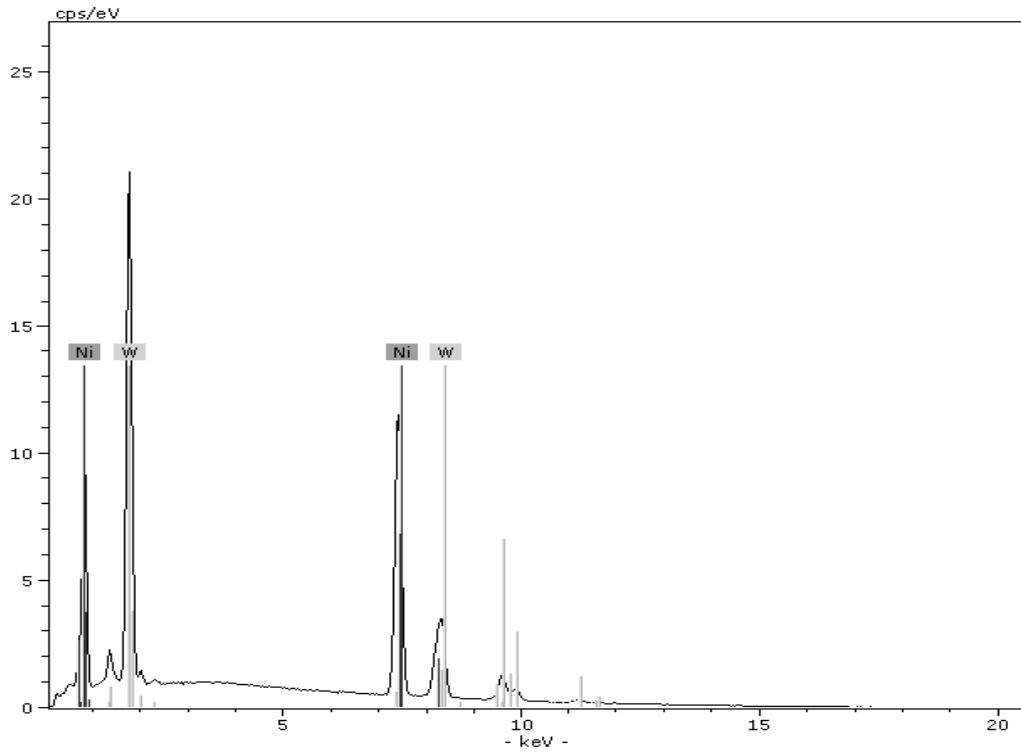
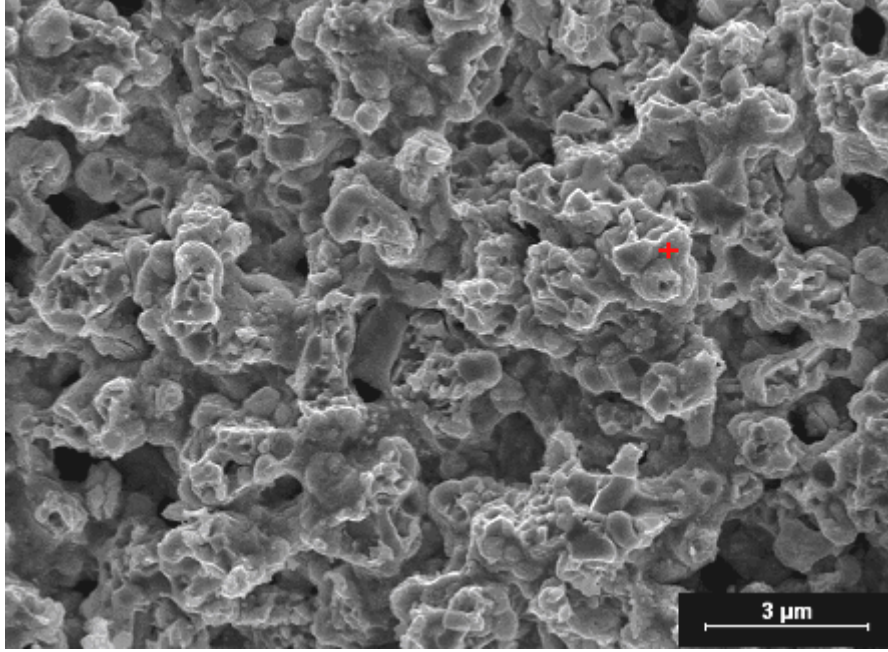
Şekil 6.19 1150 °C’ de koruyucu gazsız ortamda sinterlenmiş WC-Ni tozları (10.000X)



Şekil 6.20 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından hazırlanan 1050 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş numunenin EDX analizi



Şekil 6.21 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından hazırlanan 1150 °C' de argon gazı altında sinterlenmiş numunenin EDX analizi



Şekil 6.22 Nikel kaplanmış tungsten karbür tozlarından hazırlanan 1150 °C’ de normal atmosferde sinterlenmiş numunenin EDX analizi

Sinterlenmiş olan numunelerin SEM fotoğraflarından da anlaşılacağı gibi 1150 °C’ de argon gazı altında belli bir miktar ve bu sinterlemenin sıvı faz oluştuğu geçici sıvı faz sinterlemesiyle olduğu gerçekleşmiştir. Burada küçük parçacıkların sıvı faz

oluşturup birleşerek tanelerde büyümeye neden olmuş ve tanelerin boyutları yaklaşık olarak 4µm olarak hesaplanmıştır.

6.2.5 Mikro Sertlik Analizi (Vickers Sertlik Analizi)

İkinci kompozisyonda hazırlanan ve farklı sıcaklıklarda sinterleme yapılan numuneler bakalite alınıp gerekli parlatma işlemi sonrası mikro sertlik analizi için vickers sertliği ölçülmüştür. Sinterleme sıcaklıkları farklı olan numuneler üzerinden 5 farklı bölgeden alınan sertlik değerleri Tablo 6.4' de verilmiştir.

Tablo 6.4 Farklı sinterleme sıcaklığındaki numunenin mikro sertlik değerleri

	1050⁰C (ArgonAtmosfer) HV	1150⁰C (Argon Atmosfer) HV	1150⁰C (Normal Atmosfer) HV
1	115	142	233
2	110	158	227
3	113	178	267
4	114	146	242
5	116	175	230
Ort.	113,6	159,8	239,8

7. TARTIŞMA ve SONUÇLAR

Yapılan bu çalışmada ilk olarak “Tungsten karbür ile alüminyum tozlarının nikel kaplanması” üzerine deneysel çalışmalar yapılmıştır. Burada kullanılan electroless(elektrik akımsız) nikel kaplama yönteminde, kullanılan banyo kimyasallarının oranları ile banyo sıcaklığı ve pH değerinin iyi ayarlanması, reaksiyonun tam olarak gerçekleşmesi gerektiği kanısına varılmıştır. Bu ilk kompozisyonun kaplama işlemi sonunda yapılan SEM analizinde WC+ Al tozlarının nikel kaplanmasının tam olarak gerçekleşmediği görülmüştür (Şekil 6.1). Bunun nedeni ise reaksiyonun tam olarak tamamlanmaması olarak açıklanabilir. Bu hazırlanan kompozisyon ilk olarak denen 750 °C’ de daha sonra 1100 °C’ de sinterlenemediği için alternatif olarak ark fırınında ergitme yöntemi seçilmiştir. Ergitme işlemi sonucu ortalama 732,8 HV sertliğe, tok bir yapıya sahip olan intermetalik bir malzeme elde edilmiştir.

İkinci olarak “Tungsten karbür tozunun nikel kaplanması” üzerine yapılan çalışmada yine electroless(elektrik akımsız) nikel kaplama yöntemi kullanılmıştır. Bir önceki kaplamaya göre daha homojen ve istenilen bir kaplama elde edildiği SEM ve EDX analizlerinden gözlemlenmiştir(Şekil 6.9 ve Şekil 6.11). Hazırlanan bu kompozisyon DTA analizi ve literatür bilgileri göz önünde tutularak 1050, 1150 ve 1250 °C sinterleme sıcaklığı seçilmiştir. Bu sıcaklıklarda normal atmosfer ve argon gazı korumalı atmosferde sinterleme işlemleri gerçekleşmiştir. Bu farklı sinterleme sıcaklıkları birbiri ile kıyaslandığında kompozitin en iyi normal atmosfer ve argon gazı korumalı atmosferde 1150 °C’ de sinterlendiği, 1050 °C’ de argon gazı korumalı atmosferde de kompozitin sinterlendiği ancak yapılan mikrosertlik analizi sonucu diğer sıcaklıklara göre düşük olduğu gözlemlenmiştir. Seramik tozlarının kimyasal yöntemle nikel kaplanarak üretilen seramik metal kompozitinin mekaniksel özelliklerinin incelenmesi sonucu bu yöntemin birçok avantajlarının olduğu gözlemlenmiştir.Yapılan bu çalışmalar gösteriyor ki toz metalurjisi metodu kullanılarak üretilen metal seramik kompozitlerinde nikel kaplama alternatif bir metot olarak kullanılabilirliğini kanıtlamıştır. Seramik malzemelerin metallerle kompozit oluşturarak düşük yoğunluk, yüksek elastik

modülü ve yüksek kırılma tokluğu gibi iyi mekanik özelliklerin elde edildiği gözlemlenmiştir.

Kimyasal metotla nikel kaplanmış WC-Al tozlarının geçici sıvı faz sinterlemesi , gerekli deneylerin yapılarak sonuçlarının analiz edilmesi bu çalışmanın genel amacı olarak belirlenmiştir. Literatüre bakıldığında kimyasal nikel kaplama ile ilgili birçok çalışma bulabiliriz. Bunlardan AlN+ Al tozlarının nikel kaplanarak sinterlenmesi gerçekleştirilmiştir. Hatta oluşan ekzotermik reaksiyonla sinterleme sıcaklığı 640 °C olarak belirtmiştir(Hanyaloğlu 1996).

Kaplama tekniklerinden kimyasal kaplama tekniği yine literatürde birçok araştırmacı tarafından kullanılmıştır. Ancak kullanılan kaplama banyoları yapılan bu tez çalışmasından farklıdır. Örneğin Sharma ve arkadaşları tungsten karbür(WC)' ü nikel kaplamaya çalışmışlar ve kaplamadan kaynaklanan Ni₃P elde etmişlerdir.

Bu çalışmada kullanılan kaplama tekniğinde NiCl₂.6H₂O (Nickel chloride)' ın yanı sıra Hydrazine Hydrate (N₂H₄.H₂O) kullanılarak tam nikel elde edilmiştir. Bu da sinterleme için büyük bir avantaj olmuştur. Sinterleme sıcaklığına ve tekniğine bakıldığında çalışmada geçici sıvı faz sinterlemesi ve oluşabilecek ekzotermik reaksiyonlar göz önünde tutularak literatürde de belirtildiği üzere 1150 °C' de sinterleme gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sıcaklığı üzerinde Velez ve arkadaşları WC kompozitinin sıvı faz ile farklı sıcaklıklarda sinterleme yapmışlar ve 1150 °C uygun sıcaklık olarak tespit etmişlerdir. Bu sıcaklıkta elde ettikleri fazın Ni₂W₄C şeklinde olduğunu Gidikova ve arkadaşlarının çalışmasını referans göstererek ispatlamışlardır.

Surender ve arkadaşlarının elektroliz yoluyla yapmış oldukları nikel kaplama sonucunda WC toz tanecikleri üzerinde yaklaşık 0,2 A/cm² boyutlarında nikel parçacıkları elde ettikleri bilinmektedir. Bizim yaptığımız çalışmada da nikel tanecik boyutlarının yaklaşık 0,5 µm olarak tespit etmiş bulunmaktayız. Bu da

gösteriyor ki kimyasal metotla nikel kaplama sonucu tane boyutu standartlarda elde edilmiştir.

Bu tez çalışmasında 1150 °C sinterleme sıcaklığı olarak seçilmiş ve yeni bir faz elde edilmiştir. Fazın tam olarak Ni₂W₄C olduğunu ancak X ışını analizi ile söylemek mümkün olduğundan çalışmada bunu yapamadığımızı belirtmemiz gerekir. Ancak SEM-EDX analizleri ve malzemenin sertliği sinterlemenin bu yönde olduğunu göstermektedir.

Yukarıda belirtilen araştırmacılar SEM analizinde 3 farklı faz elde ettiklerini ki bunlar (Şekil 6.5) parlak beyaz kısımlar nikel, gri kısımlar tungsten karbürü ve siyah kısımlar gözeneklerin olduğunu bizim çalışmada da bu 3 fazın elde edildiğini SEM fotoğrafıyla görmekteyiz.

Tüm bu bilgiler ışığı altında yapılan deneysel sonuçlar bize şu sonuçları vermiştir;

- Tungsten karbür tozları electroless nikel kaplama yöntemiyle nikel kaplanmıştır.
- Hydrazine hydrate banyosu pür nikel elde etmemizi sağlamıştır.
- Nikel kaplanan WC+Al tozlarının analizler sonucu kaplama işleminin gerçekleştiği, ancak reaksiyonun tam olarak bitmemesinden dolayı homojen olarak kaplama gerçekleşmemiştir.
- Kaplanan WC+Al tozlarının sinterleme işleminde uygulanan sıcaklıkların yeterli olmamasından dolayı alternatif yöntem olarak ark fırınında ergitme yöntemi seçilmiş ve ergitme sonrası elde edilen numunenin ortalama sertlik değeri 732,8 HV olarak ölçülmüştür.
- Kaplama sonrası toz tane boyutu mikron derecesinde elde edilmiştir.
- Nikelin tane boyutları 0,5µm düzeyindedir.
- Geçici sıvı faz sinterleme metodu ile 1150 °C' de nikel kaplanmış tungsten karbür tozları sinterlenmiştir.
- Sinterleme sonucu Ni₂W₄C fazı elde edilmiş olacağı düşünülmektedir.

- Sinterleme argon gazı altında yapılarak oksidasyon önlenmiştir (Şekil 6.11).
- Normal atmosfer altında sinterleme oksidasyonu ve genel olarak NiO meydana getirdiği, numunenin koyu gri rengi sinterleme sonucu yeşilimsi renge dönüşerek tesbit edilmiştir.
- DTA analizinde TG eğrisi bize numunenin 7,58 gr oksit kazandığını göstermiştir. Bu sonuç bize sinterleme işleminin kesinlikle koruyucu gaz altında yapılması gerektiğini göstermiştir.
- Sinterleme sonrası malzemenin yoğunluğunda bir düşüş elde edilmiş bunun reaksiyon esnasında çıkan gazların oluşturduğu (kaplama sonrası uzaklaştırılmayan kimyasallar) tespit edilmiştir.
- Sinterleme sonrası en uygun sıcaklık olan 1150 °C' de normal atmosfer altında 239,8 HV ortalama sertlik değeri elde edilmiştir.
- Üretilen kompozitin sertlik değerinin düşüşünün, nikel metalinin ortama girmesi sonucu elde edilmiştir.
- Kimyasal yöntemle nikel kaplanmış olan tungsten karbür tozlarından hazırlanan numunelerin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunlukları ile sinterleme sonrası sertlik değerleri istenilen değerlerde çıkmamıştır. Bunun nedenleri ise, çalışmada uygulanan tek eksenli soğuk presleme sonucu oluşan gözenekli bir yapının olması, preslemede kullanılan tozların tane boyutlarının aynı olması olarak düşünülmektedir.

7.1 Öneriler

- Şekillendirmenin tek eksenli soğuk presleme yerine soğuk izostatik presleme ile yapılması presleme sonucu yapıdaki gözenekliliğin ortadan kalkmasını sağlayabilir.
- Yine gözenekliliğin oluşmaması için kuru preslemede aglomerasyonun yapılması gerekmekte ve toz granülometresi ayarlaması yapılmalıdır.
- Sinterleme kesinlikle koruyucu gaz atmosferinde gerçekleştirilmeli ve sinterleme sıcaklığında bekleme süresi dikkate alınmalıdır.

- Saęlık aısından kaplama esnasında gerekli koruyucu önlemler kesinlikle alınmalıdır.
- Tozların nikel kaplama sonrası yıkama işlemine önem verilmeli ve gerekirse yıkama defalarca tekrarlanmalıdır.

KAYNAKLAR

- Akbulut, H., 1995, "Alümina Fiber Takviyeli Al-Si Metal Matriksli Kompozitlerin Üretimi ve Mikroyapı-Özellik İlişkilerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Avner, S. H., 1974, "Introduction to Physical Metallurgy", Book Comp., New York, pp.472-477.
- Baksan, B., Gürler, R., "Toz Metalurjisinin Savunma Sanayiinde Uygulanması" Osmangazi Üniversitesi, Metalurji Enstitüsü, Eskişehir.
- Chen, Y., Cao, M., Xu, Q., ve Zhu, J., 2003."Electroless Nickel Plating on Silicon Carbide Nanoparticles", Surface and Coatings Technology, pp. 90-94.
- Culp, N.J., Huffman, D.D. ve Henry, R.J., 1997, "Tools Materials, Metals Handbook", Desk Edition, ASM, Ohio.
- Di Giampaolo, A., R., Ordonez, J., G., Gugliemacci J., M., ve Lira, J., 1997, "Electroless Nickel- Boron Coatings on Metal Carbides", Surface and Coatings Technology, pp.127- 131.
- Dowson, G., 1990, "Powder Metallurgy- The Process and its Products", IOP Publishing Ltd., pp. 1- 5, Bristol.
- Eremenko, A., P., Naidich, V., Y., ve Lavrinenko, I., A., 1970," Liquid- phase sintering", Consultants Bureau, pp. 1-36, New York- London.
- Erol, A., 2000 , "The electroless nickel plating of silicon carbide and aluminium powder mixtures", Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Dergisi, 2 (1) s.135-142

German, R., M., 1994, "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, pp. 83-184, New York.

German, R., M., 1994, "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, pp. 442, New York.

German, R., M., 1996, "Sintering Theory and Practice", John Wiley & Sons, Inc, pp. 8-13, New York.

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

Gidikova, N., Simenova, Y., Assenova, E., Dannev, K., R., 1997, Proceedings of the Conference World Tribology Congress, London, UK, Sept. pp.490.

Hanyaloglu, S.C., Kotroczo. V., and McColm, I.J., 1993, "Preparation of AlN-Ni₃Al Composites by Reactive Arc Melting", Proceedings of 3rd Euro-Ceramics, Madrid, P.D. and J.F. Fernandez, Vol:1, pp. 907.

Hausner, H. H. Ve Mal, M. K. 1982, Handbook of Powder Metallurgy, Chemical Pub. Co.

http://www.aclassmetal.com.au/plate_nickol.htm, 19.05.2004

<http://www.eng.ku.ac.th/~mat/Binary%20phase/pages/Ni-W%5B1%5D.htm>, 19.05.2004.

<http://www.turktoz.gazi.edu.tr/makale.htm>, 10.4.2004.

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

- Kretz, F., Gacsi, Z., Kovacs, J., ve Pieczonka, T., 2004, "The Electroless Deposition of Nickel on SiC Particles for Aluminum Matrix Composites", Surface and Coatings Technology, pp. 575- 579.
- Kurt, A., 1992, "Toz Metal Bronz Yatak Malzemelerinin Özellikleri" Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Lee, J., S., Kim, T., H., ve Kang., T., G., 1993, "Enhanced Sintering of Microhomogeneous W- Cu Composite Powders", Powder Metallurgy World Congress, Kyoto 12-15 July, pp 365-368.
- Lenel, F., V., 1980, "Powder Metallurgy Technology Principles and Applications", Metal Powder Industries Federation, pp. 13- 19, New Jersey.
- Malecki, A., ve Micek-Ilnicka, A., 2000, "Electroless Nickel Plating From Acid Bath", Surface and Coatings Technology, pp. 72- 77.
- Öveçoğlu, M., L., 1997, "Toz Metalurjisi: Tarihsel Gelişim, Üretim Aşamaları ve Yeni Eğilimler", 9. Uluslararası Metalurji Ve Malzeme Kongresi, s 449-475, İstanbul.
- Rieck, G., D., 1967, "Tungsten and its Compounds", Pergamon Pres Oxford.
- Sarıtaş, S., 1994, "Toz Metalurjisi", Makine Mühendisleri El Kitabı, 2. Baskı, Cilt 1, s 65-70.
- Sarıtaş, S., 1995, "Powder Metallurgy Processed Materials, Metallurgy and Materials", Gazi Üniversitesi Müh. Mim. Fak., pp. 437-445, Ankara.
- Schey, J.A., 1987, Introduction to Manufacturing Processes, Second Edition, McGraw-Hill Book Comp., New York, pp.472-477.

- Sharma, A., K., Suresh, M., R., Bhojraj, H., Narayanamurthy, ve H., Sahu, R., P., 1998, "Electroless Nickel Plating on Magnesium Alloy", Metal Finishing, Mar, pp 10- 18.
- Surender, M., Balasubramaniam, R., ve Basu, B., 2004,"Electrochemical Behavior of Electrodeposited Ni- WC Composite Coatings", Surface and Coatings Technology.
- Toth, L., E., 1971,"Transition Metal Carbides and Nitrides", Academic Press,New York and London.
- Turan, S., 1998, "Taramalı Elektron Mikroskobu ve Uygulamaları", Seramik Araştırma Merkezi, Anadolu Üniversitesi Seramik Mühendisliği Bölümü, Eskişehir.
- Upadhyaya, G., S., 1997, " Powder Metallurgy Technology", Victorire Pres, s 34, Cambridge.
- Ünal, R., 1995, "Gaz Atomizasyonu ile Metal Tozu Üretim Değişkenlerinin Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Velez, M., Quinones, H., Di Giampaolo, A., R., Lira, J., ve Grigorescu, I., C., 1999," Electroless Ni±B Coated WC and VC Powders as Precursors for Liquid Phase Sintering", International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, pp. 99- 102.
- Wu, P., Du, H., M., Chen, X., L., Li, Z., Q., Bai, H., L., ve Jiang, E., Y., 2004,"Influence of WC Particle Behavior on the Wear Resistance Properties of Ni- WC Composite Coatings", Wear.

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

Yılmaz, M., Altıntaş, S., 1997, “Al-SiC_p Kompozitinin Isıl Çevrim Koşulu Altında Davranışının Teorik ve Deneysel İncelenmesi”, 9. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, s 721-726, İstanbul.

TEŐEKKÜR

Hazırladığım bu tez çalışmasında, benden yardımını ve desteğini esirgemeyen danışmanım ve değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL' a en derin teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Deneysel çalışmalarım sırasında yakından ilgilenen Yrd. Doç. Dr. Şükrü TALAŐ' a, Öğr. Grv. Serhat BAŐPINAR' a ve Teknisyen Birol EROL' a, bana her anlamda destek olan bütün hocalarıma ve arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Teşekkürlerin en büyüğü ise, daima bir evlattan önce “insan” yetiştirme çabası içinde olan, her türlü özveri ve desteklerini esirgemeyen anne ve babama, daha sonra kardeşime ve arkadaşım Yeliz' e sabır ve destekleri için sonsuz teşekkür ederim.

ÖZGEÇMİŞ

1980 yılında İzmir'in Bergama ilçesinde doğdu. İlköğrenimini Bergama Zafer İlkokulu ve Ali Rıza Erođlu Ortaokulu'nda, ortaöğrenimini Bergama Endüstri Meslek Lisesi Metal İşleri bölümünde 1997 yılında tamamladı. Lisans Eğitimi Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Öğretmenliği bölümünde 2002 yılında tamamladı. Aynı yıl Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi A.B.D' de yüksek lisansına başladı ve 2004 yılında yüksek lisansını tamamladı.