

592785

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ PROGRAMI

YAĞ ATOMİZASYONU YÖNTEMİYLE METAL TOZU ÜRETİMİNİN  
İNCELENMESİ

Yük. Lis.(Mak.Müh.) Ahmet ONUR

57795

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce  
"Doktor"

Ünvanı Verilmesi için Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 12.01.1996  
Tezin Sözlü Savunma Tarihi : 01.04.1996

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Fazlı ARSLAN

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Y. Müh. Metin Yılmaz GÜRLEYİK

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Fazlı ARSLAN

Ocak 1996

TRABZON

## ÖNSÖZ

Toz metalurjisi ile üretim şekli günümüzde oldukça değer kazanmış olup klasik metodlarla imal usullerine alternatif olarak, çok değişik parçaların üretiminde kullanılmaktadır. Bunun için toz metalurjisinde kullanılan tozlar üzerinde araştırmalar yapılmış olup, düşük maliyet, daha iyi işlem kontrolü, kaliteli metal tozu üretimi ve imalatı düşünülen parça için en uygun toz şekli gibi konular üzerinde de yoğun çalışmalar yapılmaktadır.

Bu çalışmada ticari bir metod olarak da bilinen su ve gaz atomizasyonuna ek olarak, günümüzde çok yeni ve deneme safhasında bulunan yağ atomizasyonuyla metal tozu üretimi için, deney düzeneği olarak tasarlanan ve K.T.Ü. Makina Mühendisliği Malzeme Bilimleri Laboratuvarında imal edilen atomizörde değişik atomizasyon parametreleri incelenmiş ve toz özelliklerini araştırılmıştır.

Doktora tezi danışmanlığını üstlenerek her türlü destek ve yardımlarını esirgemeyen sayın hocam Prof. Dr. Fazlı ARSLAN'a teşekkürü borç bilirim. Ayrıca bu çalışma sırasında yardımlarını gördüğüm Teknisyen arkadaşlarımı ve yapılan çalışmayı 1991. 112. 002. 3 kod numaralı proje ile destekleyen, K.T.Ü. Araştırma Fonu yetkililerine teşekkür ederim.

Trabzon, Ocak 1996

Ahmet ONUR

## İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET.....	VI
SUMMARY.....	VII
ŞEKİL LİSTESİ.....	VIII
TABLO LİSTESİ.....	XII
SEMBOL LİSTESİ.....	XIV
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. T/M İle Parça Üretimi.....	1
1.3. Toz Üretim Yöntemlerinin Etkisi.....	5
1.4. Toz Üretim Yöntemleri.....	6
1.4.1. Kimyasal Yöntemler.....	7
1.4.1.1. Metal Oksitlerinin İndirgenmesi.....	7
1.4.1.1.1. Demir Tozları İmalatı.....	7
1.4.1.1.2. Demirdışı Metallerde İndirgeme.....	8
1.4.1.2. Bir Sıvı veya Gazdan Çökeltme.....	8
1.4.1.3. Taneler Arası Korozyonu.....	9
1.4.1.4. Isıl Ayırıştırma.....	9
1.4.2. Elektrolitik Yöntem.....	10
1.4.3. Mekanik Yöntemler.....	11
1.4.3.1. Talaş Kaldırma .....	11
1.4.3.2. Kırmá.....	11
1.4.3.3. Öğütme.....	12
1.4.4. Atoñizasyon Metodu İle Toz Üretimi.....	13
1.4.4.1. Santrifüj Atomizasyonu .....	13
1.4.4.1.1. Dönerer Elkektrod Atomizasyonu.....	13
1.4.4.1.2. Diğer Santrifüj Atomizasyon Metodları.....	12
1.4.4.2. Vakum Atomizasyonu.....	15
1.4.4.3. Ultrasonik Gaz Atomizasyonu.....	16
1.4.4.4. Gaz Atomizasyonu.....	17
1.4.4.4.1. Gaz AtomizasyonundaAtomizasyon Prametreleri.....	18
1.4.4.4.2. Tane Boyutu ve Şekli.....	20

1.4.4.5. Su Atomizasyonu.....	22
1.4.4.5.1 Atomizasyon Parametreleri.....	23
1.4.4.5.1.1. Atomizasyon Sıvısının Basıncı .....	25
1.4.4.5.1.2. Atomizasyon Sıvısının Debisi.....	25
1.4.4.5.1.3. Sıvı Metalin Debisi.....	26
1.4.4.5.1.4. Sıvı Metal Yüzey Gerilimi.....	26
1.4.4.5.2. Diğer Faktörler.....	27
1.4.4.5.3. Su Atmizasyonunda Önemli Problemler... .....	27
1.4.4.5.4. Boru Donanımı ve Nozular.....	29
1.4.4.5.5. Fırın ve Tandış.....	37
1.5. T/M Yöntemlerinde Kullanılan Tozların Özellikleri.....	38
1.5.1. Kimyasal Özellikler.....	38
1.5.1.1. Yabancı Tanecikler.....	38
1.5.1.2. Metal Taneciklerinin İçindeki Yabancı Parçacıklar.....	39
1.5.1.3. Yüzey Filmleri Şeklindeki Yabancı Maddeler.....	39
1.5.1.4. Taneler İçinde Metalle Bileşik Haldeki Yabancı Maddeler.....	39
1.5.1.5. Kimyasal Özelliklerin Kalite Kontrolü.....	40
1.5.2. Fiziksel Özellikler.....	40
1.5.2.1. Tane Boyu.....	40
1.5.2.2. Parçacık Şekli.....	45
1.5.2.3. Parçacık Şekillerinin Tozların Özelliklerine Etkileri.....	46
1.5.2.4. Birim Yüzey Alanı.....	47
1.5.2.5. Görünür Yoğunluk ve Vurgu Yoğunluğu.....	48
1.5.2.6. Akış Hızı.....	50
1.5.2.7. Sıkıştırılabilirlik.....	51
1.5.2.8. Yanıcılık ve Zehirleyicilik.....	52
1.5.3. Metalografik Özellikler.....	53
1.5.3.1. Parçacık İç Yapısı.....	56
1.6. Yağ Atomizasyonu.....	57
1.6.1. Yağ Atomizasyonunda Kullanılacak Yağda Aranan Özellikler.....	59
1.6.2. Literatür Özeti ve Çalışmanın Amacı.....	61
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	62
2.1. Deneylerde Kullanılan Metal ve Alaşımalar .....	62
2.2. Deneysel Çalışmada Kullanılan Alet ve Cihazlar.....	62
2.2.1. Deney Düzeneği (Atomizör) Tasarım ve İmalatı.....	62

2.2.1.1. Atomizasyon Ünitesini Oluşturan Kısımlar.....	63
2.2.1.2. Yağ Tankı.....	65
2.2.1.3. Yağ Pompası.....	66
2.2.1.4. Boru Dönanımı ve Nozullar.....	66
2.2.1.5. Atomizasyon Odası.....	67
2.2.1.6. Toz Toplama Kabı.....	67
2.2.1.7. Fırın ve Tandış.....	68
2.2.2. Eleme Cihazı ve Elekler.....	70
2.2.3. Fırınlar.....	70
2.2.4. Mikroskaplar.....	72
2.2.5. Deneylerde Kullanılan Diğer Cihazlar.....	72
2.3. Deneylerin Yapılışı.....	72
<b>3. DENEY SONUÇLARI.....</b>	<b>75</b>
3.1. Kalayın Atomizasyonunda Atomizasyon Basıncının Etkisinin İncelenmesi.....	75
3.2. Alüminyum Alaşımlarının Atomizasyonunda Atomizasyon Basıncının Etkisi.....	94
3.3. Jet Uzunluğunun Etkisi.....	103
3.4. Nozul Açısının Etkisi.....	104
3.5. Aşırı Isıtmanın Etkisi.....	105
3.6. Tandış Nozul Çapının Etkisi.....	107
3.7. Toz Özelliklerinin İncelenmesi.....	108
3.7.1. Tozların Oksitlenme Durumu.....	108
3.7.2. Akış Hızı ve Görünür Yoğunluk.....	109
3.7.3. Tozların İç Yapısı ve Yağ Atomizasyonunda Soğuma Hızı.....	110
3.8. Yağ Atomizasyonu ile Üretilen Tozların Tane Şekli.....	117
3.9. Yağ Atomizasyonu ile Üretilen AA2014 Tozundan Parça İmali.....	128
<b>4. İRDELEME.....</b>	<b>131</b>
<b>5. SONUÇLAR.....</b>	<b>134</b>
<b>6. KAYNAKLAR.....</b>	<b>136</b>
<b>7. ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>142</b>

## ÖZET

### Yağ Atomizasyonu Yöntemiyle Metal Tozu Üretiminin İncelenmesi

Atomizasyon yöntemiyle metal tozu üretimi, toz metalurjisinde en yaygın olarak kullanılan yöntemlerden bir tanesidir. Bu çalışmada tasarım ve imalatı gerçekleştirilen atomizasyon ünitesinde, atomizasyon akışkanı olarak yağ kullanılmak suretiyle, saf kalay, alüminyum alaşımıları (AA 2011, AA 2014) ve ZnAl 27 alaşımı tozlarının üretiminde çeşitli atomizasyon parametrelerinin etkileriyle, üretilen tozların özellikleri incelenmiştir.

Bulunan sonuçlar atomizasyon parametrelerinin etkilerinin genel olarak su atomizasyonuna benzemekle birlikte bazı farklılıklar olduğunu ortaya koymuştur. Üretilen tozların tane şekli, yüzeyde oksit filmi oluşmaması nedeniyle, daha düzenli olmakta ve özellikle kalay tozları arasında küresel taneciklere rastlanmaktadır. Atomize edilen metal veya alaşına göre tozun tane şekli bir miktar değişmektedir.

Yağ atomizasyonuyla üretilen tozlarda oksijen oranının çok düşük olduğu görülmüştür.

Alüminyum alaşımı tozlarında sekonder dendrit kol aralığı ölçmelerinde, toz tane boyutuna bağlı olarak  $1.8 \mu\text{m}$  ile  $4.95 \mu\text{m}$  arasında olduğu belirlenmiştir. Buna göre yağ atomizasyonunda soğuma hızları tane boyutuna bağlı olarak  $10^2$ - $10^4 \text{ }^\circ\text{K/s}$  arasında değişmektedir. Bulunan bu sonuçlar hızlı karışmanın gerçekleştiğini göstermektedir.

**Anahtar kelimeler:** Toz metalurjisi, yağ atomizasyonu, metal tozu üretimi.

## SUMMARY

### Investigation of Metal Powder Production by Oil Atomization.

The production of metal powders by two-fluid atomization is one of the most widely used method in powder metallurgy. In this study, an experimental oil atomization unit was designed and constructed. Atomization parameters in production of tin, aluminum alloys (AA 2011 and AA 2014) and zinc alloy (ZnAl 27) powders were studied. Properties of the produced powders were also investigated.

The results show that the process operates in a rather similar manner to water atomization in terms of atomization parameters. However, there are important differences. Particle shapes tend to be more rounded and oxygen pick up is very low.

The results of this investigation demonstrates that oil atomization is a suitable method of producing rapidly solidified powders. The secondary dendrite arms spacing was between  $1.8 \mu\text{m}$  and  $4.95 \mu\text{m}$  in oil atomized aluminum alloy powders. This means that cooling rates were between  $10^2 - 10^4 \text{ }^\circ\text{K/s}$  according to powder particle sizes.

**Key words:** Powder metallurgy, oil atomization, metal powder production.

## ŞEKİL LİSTESİ

- Şekil 1. T/M ile Parça üretimi akış diyagramı
- Şekil 2. Alüminyum ve alaşımları için T/M ile Parça üretimi akış diyagrama
- Şekil 3. 285 $\mu$ m küresel bronz tozların kompaktlanmasında, presleme basıncının etkisi
- Şekil 4: T/M ürünlerinde çekme mukavemetinin % teorik yoğunlukla değişimi
- Şekil 5: Aynı boyutta(106-125 $\mu$ m) sünger demir, düzensiz paslanmaz çelik ve küresel bakır tozlarının, preslenmesinde porozitenin presleme basıncıyla değişimi.
- Şekil 6. Çeşitli yöntemlerle imal edilen tozlar.
- Şekil 7. Elektroliz yöntemi ile metal tozu üretimi.
- Şekil 8. Bilyalı öğütücü ile öğütme.
- Şekil 9. Döner elektrod metodu
- Şekil 10. Anodda sıvı metal filminin santrifüj etkiyle koparak küresel toz oluşumu.
- Şekil 11. Santrifüj atomizasyon çeşitleri.
- Şekil 12. Vakum atomizasyonu.
- Şekil 13. Ultrasonik gaz atomizasyonu.
- Şekil 14. Gaz atomizasyonu ünitesi.
- Şekil 15. Gaz atomizasyonu nozul ve sıvı metal geometrisi.
- Şekil 16. Cu-Be2 tozlarının atomizasyon ortamına göre görünür yoğunlıklarının değişimi.
- Şekil 17. Su atomizasyonu geometrisi.
- Şekil 18. Atomizasyon parametreleri.
- Şekil 19. Sekiz nozullu halka şeklinde manifold.
- Şekil 20. Nozul detay resmi.
- Şekil 21. Dörtlü nozul sistemi.
- Şekil 22. Su atomizasyonunda jet açısı.
- Şekil 23. Su atomizasyonu ile farklı metal tozu üretiminde basınçca göre tane boyutu değişimi.
- Şekil 24. Değişik jet açılarının ortalama tane büyüklüğüne etkisi.
- Şekil 25. Atomizasyonda su jeti ön ve yan görünüşü.
- Şekil 26. Su atomizasyonunda kullanılan jet sistemleri.
- Şekil 27. Takım çeliğinin su ile atomizasyonunda su debisi/metal debisi oranının görünür yoğunluğa etkisi.
- Şekil 28. Düzensiz şekilli parçacıkta parçacık çapının, iki farklı yöntemle belirlenmesi.

- Şekil 29. Çeşitli numune bölgüleri
- Şekil 30. Dörtleme yöntemi ile numune hazırlama.
- Şekil 31. Tane boyutu dağılımı kümülatif eğrisi
- Şekil 32. Tane boyutuna göre toz % ağı. dağılımı(histogram).
- Şekil 33. Toz parçacık şekilleri.
- Şekil 34. Atomizasyon yöntemiyle üretilen tozlarda büyüklüklerine göre parçacık şekilleri.
- Şekil 35 316 Paslanmaz çeliğin değişik metodlardaki toz üretiminde tane boyuna göre görünür yoğunluk değişimi.
- Şekil 36. Dolgulama faktörünün artırılması.
- Şekil 37. Hall akış deneyi düzeneği.
- Şekil 38. Alüminyum ve bakır alaşımları ile çeliklerde katılma hızıyla dendrit kol aralığının değişimi.
- Şekil 39. Ultrasonik gaz atomizasyonuyla üretilen AA2014+Li alüminyum alaşımında toz tane boyutuyla dendrit kol aralığının değişimi.
- Şekil 40. Dendritik yapı.
- Şekil 41. Çentik darbe enerjisinin oksijen miktarı ile değişimi.
- Şekil 42. Su ve yağ atomizasyonu ile aynı şartlarda imal edilen tozlarda ortalama tane boyutu.
- Şekil 43. Dökme demirin değişik yöntemlerle atomizasyonunda toz tane boyutuyla soğuma hızının değişimi.
- Şekil 44. Atomizasyon ünitesi.
- Şekil 45. Yağ atomizasyon ünitesinin şematik görünüşü.
- Şekil 46. Toz toplama kabı.
- Şekil 47. Tandış, nozul ve tıkaç geometrisi.
- Şekil 48. Fırın, tandış ve tıkaç geometrisi.
- Şekil 49. Vakum fırını.
- Şekil 50. Atmosfer kontrollü fırın.
- Şekil 51. 0.5 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Sn)
- Şekil 52. 0.5 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyülüklüğü dağılımı.
- Şekil 53. 1.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Sn).
- Şekil 54. 1.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyülüklüğü dağılımı.

Şekil 55. 1.5 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Sn).

Şekil 56. 1.5 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyülüklüğü dağılımı.

Şekil 57. 2.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Sn).

Şekil 58. 2.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyülüklüğü dağılımı.

Şekil 59. 3.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Sn).

Şekil 60. 3.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyülüklüğü dağılımı.

Şekil 61. Değişik basınçlarda üretilen kalay tozlarında verimliliğin basınçla değişimi.

Şekil 62. Değişik basınçlarda üretilen kalay tozlarında basıncın tane boyutuna etkisi.

Şekil 63. 0.5 MPa ve 3MPa basınçta üretilen kalay tozlarında toz tane boyutu dağılımı

Şekil 64. 2.0 MPa basınta yapılan atomizasyonda AA2014 alaşımı tozu toz parçacık büyülüklüğü dağılım kümülatif eğrisi.

Şekil 65. 2.0 MPa basınçta yapılan atomizasyonda toz tane büyülüklüğü dağılımı(AA2014).

Şekil 66. 2.0 MPa basınçta yapılan atomizasyonda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(AA2011).

Şekil 67. 2.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyülüklüğü dağılımı(AA2011).

Şekil 68. 2.0 MPa basınçta yapılan atomizasyonda toz parçacık büyülüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Zn Al27).

Şekil 69. 2.0 MPa basınçta yağ atomizasyonu tane büyülüklüğü dağılımı(ZnAl27).

Şekil 70. Kalay ve alüminyum AA2014 alaşımının atomizasyonunda ortalama tane büyülüğünün atomizasyon basıncı ile değişimi.

Şekil 71. Nozul açısının ortalama toz tane boyutuna etkisi.

Şekil 72. Sıvı metal huzme çapının ortalama tane boyutuna etkisi.

Şekil 73. Yağ atomizasyonu ile üretilen tozların mikro yapıları.

Şekil 74. Yağ atomizasyonu ile üretilen tozların mikro yapıları

- Şekil 75. AA2014 alaşımının yağ ile atomizasyonunda toz tane boyutlarına göre dendrit kol mesafesi değişimi.
- Şekil 76. Alüminyum alaşımlarında soğuma hızına göre dendrit kol mesafesi değişimi.
- Şekil 77. AA2014 tozlarında tane boyuna göre mikro sertlik değerleri.
- Şekil 78. Değişik yöntemlerle atomize edilmiş kalay tozları.
- Şekil 79. Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozlarının azalan tane boyutlarına göre tane şekilleri.
- Şekil 80. Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozlarının azalan tane boyutlarına göre tane şekilleri.
- Şekil 81. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozları.
- Şekil 82. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozları.
- Şekil 83. Yağ atomizasyonu ile üretilen AA2011 ve AA 2014 alaşımı tozları.
- Şekil 84. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen AA2011 alaşımı tozları.
- Şekil 85. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen AA2011 alaşımı tozları.
- Şekil 86. Yağ atomizasyonu ile üretilen ZnAl27 alaşımı tozları.
- Şekil 87. Yağ atomizasyonu ile üretilen değişik metal ve alaşım tozları.
- Şekil 88. Haddelenmiş ve AA2014 tozlarında sıcak dövme yöntemi ile imal edilmiş parçaların yaşlandırma eğrileri.

## TABLO LİSTESİ

- Tablo 1. Dökme demirin azot ile Atomizasyonunda Değişik Jet Uzunlıklarının ortalama tane büyüklüğüne, verimliliğe ve standart kaymaya etkisi.
- Tablo 2. Dökme demirin azot ile atomizasyonunda basınç değişimlerinin ortalama tane büyüklüğüne ve verimliliğe etkisi.
- Tablo 3. Bazı metallere göre K değerleri.
- Tablo 4. En önemli atomizasyon parametreleri
- Tablo 5. Değişik metallere göre A parametresi
- Tablo 6. Dunkley tarafından değişik metaller için verilen K değerleri
- Tablo 7. AISI 4620 Çeliğinin su ile atomizasyonunda değişik nozul açılarına göre toz üretimi
- Tablo 8. Parçacık boyu ölçüm metodları.
- Tablo 9. Değişik metodlarla üretilen tozlarda özgül yüzey alanları.
- Tablo 10. Ticari metal tozları Görünür yoğunlukları.
- Tablo 11. Bazı elementlerin aluminyumdaki çözünürlüklerinin hızlı katılıştırma nedeniyle değişimi.
- Tablo 12. Yağ ve su atomizasyonu ile imal edilen değişik metal tozlarındaki okisit ve karbon miktarı.
- Tablo 13. İncelenen metal ve alaşımının kimyasal bileşimleri
- Tablo 14. Değişik basınçlara göre debi ve hız değerleri.
- Tablo 15. Shell Voluta F yağı kimyasal bileşimi.
- Tablo 16. Yağ atomizasyonu ile 0.5 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 17. Yağ atomizasyonu ile 1.0 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 18. Yağ atomizasyonu ile 1.5 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 19. Yağ atomizasyonu ile 2.0 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 20. Yağ atomizasyonu ile 3.0 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 21. Yağ atomizasyonunda basınçca göre verim değişimi.
- Tablo 22. Ortalama toz tane boyutunun atomizasyon basıncıyla değişimi.

- Tablo 23. Kalayın yağ atomizasyonunda basınçlara göre standart sapma değerleri.
- Tablo 24. Yağ atomizasyonu ile 2.0 MPa basınçta üretilen AA2014 alaşımı tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 25. 2.0 MPa basınçta üretilen AA2011 alaşımı tozu elek analizi sonuçları.
- Tablo 26. 2.0 MPa basınçta üretilen ZnAl27 alaşımı tozu elek analizi.
- Tablo 27. Yağ atomizasyonunda değişik jet uzunlıklarının kalay tozu üzerindeki etkileri.
- Tablo 28. Nozul açısının ortalama toz tane boyutuna etkisi.
- Tablo 29. Kalayın farklı sıvı metal sıcaklığında yağ atomizasyonu
- Tablo 30. Kalayın su ve yağ atomizasyonda aşırı ısıtmanın oksijen miktarına etkisi.
- Tablo 31. Yağ atomizasyonu ile kalay tozu üretiminde tandış nozul çapının ortalama toz tane boyutu ve verime etkisi.
- Tablo 32. -125/45  $\mu\text{m}$  boyutundaki kalay ve AA2011 alaşımı tozlarında oksijen miktarı.
- Tablo 33. Değişik üretim metodlarına göre metal tozu akıcılığı.
- Tablo 34. Yağ atomizasyonu ile üretilen metal tozlarının görünür yoğunluklarının tane büyüklüğü ile değişimi.
- Tablo 35. Tane boyutlarına göre dendrit kolları arası meafelerin değişimi.
- Tablo 36. AA2014 Alüminyum alaşımına 150 °C de uygulanan yaşlandırma sertleşmesi sırasında sertlik değişimi.

## SEMBOL LİSTESİ

$d_m$ : Ortalama Tane Boyutu ( $\mu\text{m}$ )

P: Atomizasyon Basıncı (MPa)

F: Gaz/Metal Oranı (kg/s : kg/s)

$V_m$ : Sıvı Metal Hızı (m/s)

C: Deliğin Durumuna Bağlı Sabit

g: Yer Çekilimi İvmesi ( $\text{m/s}^2$ )

$P_1$  : Sıvının Çıkış Basıncı ( $\text{kg/m}^2$ )

$P_2$ : Atmosfer Basıncı ( $\text{kg/m}^2$ )

$\rho$ : Yoğunluk ( $\text{kg/m}^3$  , gr/ $\text{cm}^3$  )

Q: Hacimsel Debi ( $\text{m}^3/\text{s}$ )

A: Alan ( $\text{m}^2$ )

$V_s$ : Jet Hızı (m/s)

$\alpha$ : Nozul Açısı ( $^{\circ}$ )

$2\alpha$ : Tepe Açısı ( $^{\circ}$ )

$w_i$ : İlk Ağırlık (gr)

$w_s$ : Son Ağırlık (gr)

$\sigma$ : Standart Sapma

t: Toz Akış Zamani (s)

DF: Dolgulama faktörü

W: Toz Kütlesi (g)

R: Yüzey Pürüzlülük faktörü

S : Birim yüzey alanı ( $\text{cm}^2/\text{gr}$ )

K: Oran Sabiti

d : Tane boyutu ( $\mu\text{m}$ )

$\rho_g$ : Görünür Yoğunluk (gr/ $\text{cm}^3$ )

$\rho_t$ : Teorik Yoğunluk (gr/ $\text{cm}^3$ )

$\rho_h$ : Ham Yoğunluk (gr/ $\text{cm}^3$ )

$\lambda$ : Dendrit Kol Mesafesi ( $\mu\text{m}$ )

B, n: Sabit

$\epsilon$ : Soğuma Hızı ( $^{\circ}\text{K/s}$ )

K: Mutlak sıcaklık ( $^{\circ}\text{K}$ )

## **1. GENEL BİLGİLER**

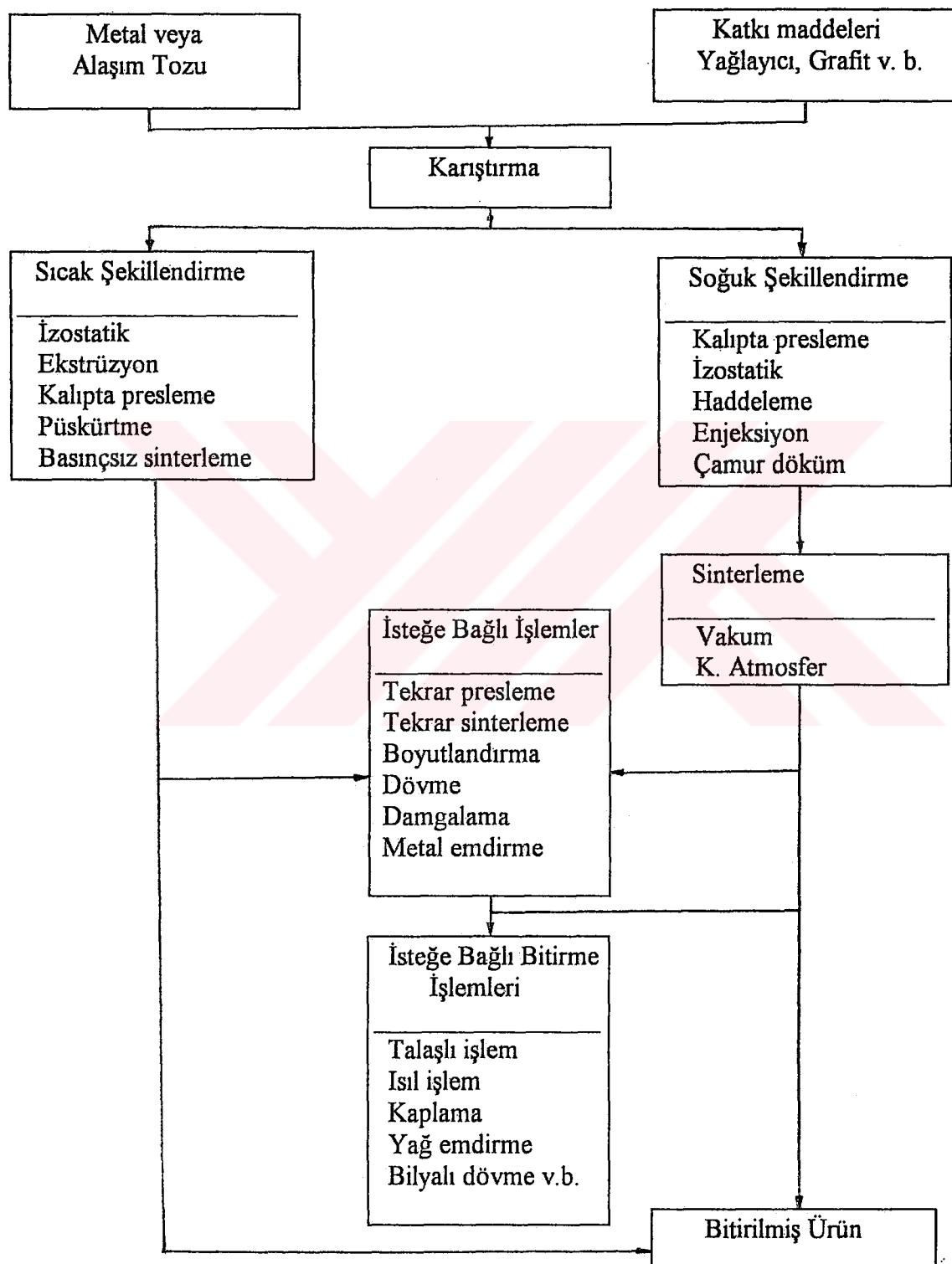
### **1. 1. Giriş**

Toz Metalurjisi (T/M) ile üretim metodu çok eski yıllarda bilinmesine rağmen ilk olarak elektrik lambası için tungsten flaman yapımı, toz metalurjisinin önemini ortaya çıkarmıştır[1]. T/M geçen on yıl içerisinde önemli gelişmeler göstermiş ve alışlagelmiş klasik şekillendirme yöntemlerine alternatif olarak kabul edilmiştir [2]. Döküm veya klasik metodlarla şekillendirilmesi mümkün olmayan parçaların yapımı T/M medoduyla gerçekleştirilmiş olup, bu özelliğinden dolayı T/M üzerinde üretimin, istenilen özelliklere uygun, daha kaliteli ve ucuz olabilmesi için, değişik toz üretim metodları denenmiştir. T/M uygulamaları ile yüksek ergime sıcaklığına sahip Tungsten, Molibden, Tantal, Titanyum, Zirkonyum ve alaşımları gibi metaller daha kolay şekillendirilmiş ve sert metal karbür parçalarının yapımı T/M ile gerçekleştirılmıştır [3, 4]. Ayrıca sıvı halde birbirine karışmayan gümüş-grafit gibi elektrik kontaklarının yapılması, iyi bir gözenek kontrolü sağlayarak gözenekli yatakların ve metal filtrelerin yapımı, elektrik ve elektronikte kullanılan termal genleşme ile devreyi açıp kapayan bimetal kontakların yapımı , metal-ametal karışımı parça üretimi ve süper alaşım yapımı T/M ile gerçekleştirılmıştır [5,6,7]. Kısaca klasik yöntemlerle üretimi sağlanamayan veya ekonomik ve çok miktarlarda yapımının mümkün olmadığı alanlarda T/M bir çözüm yolu olarak endüstriye kendini kabul etirmiş bir üretim yöntemidir. Üretilmesi istenen parçağa göre imal usullerinden birini seçmek teknolojinin kaçınılmaz unsurudur. Bu bakımdan geneleksel işleme yöntemleriyle üretimi zor veya mümkün olmayan bir parçanın üretiminde T/M bir avantaj sağlamaktadır bunun yanında diğer imal usullerine göre dezavantajları da mevcuttur [8].

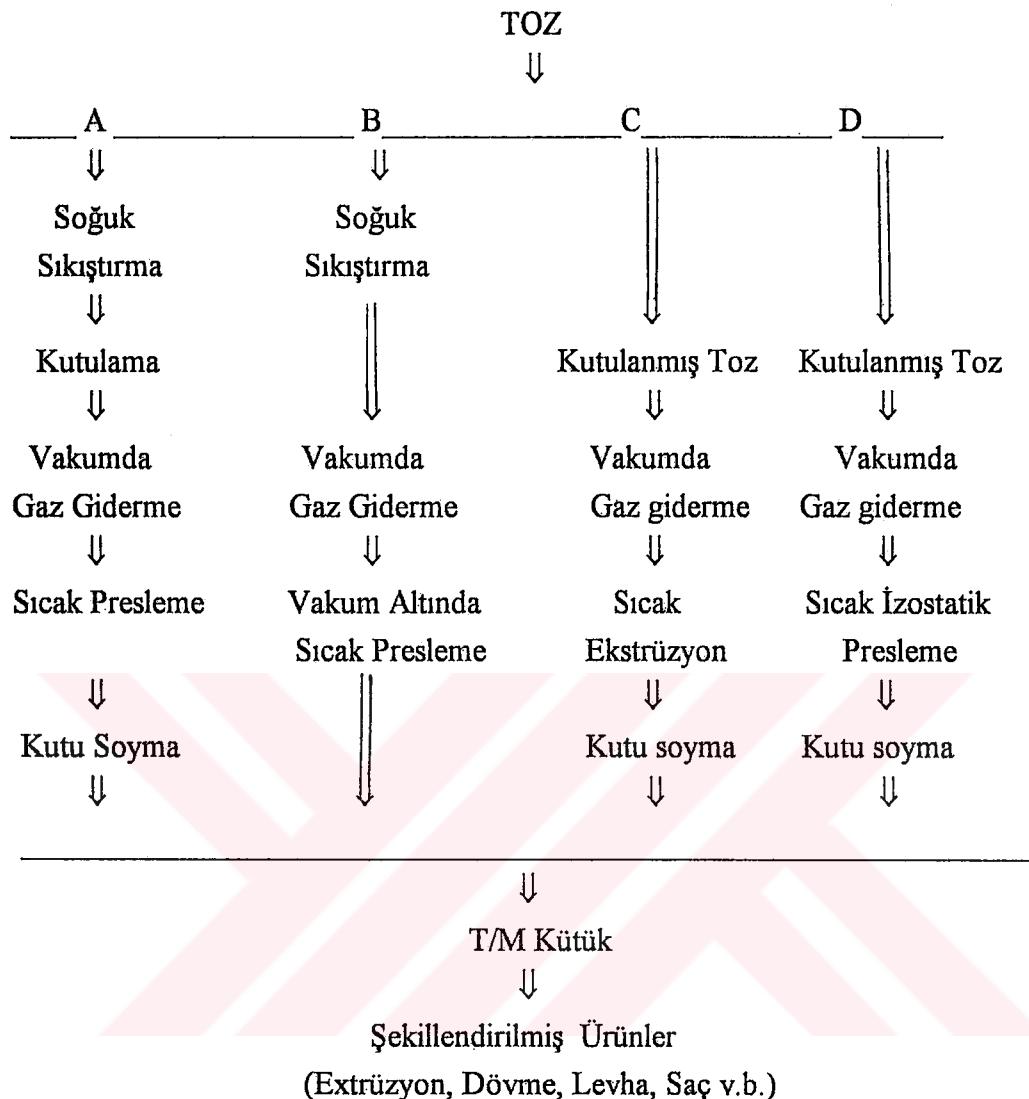
### **1. 2. T/M Yöntemi ile Parça Üretimi**

T/M ile parça üretiminde en önemli hususlardan bir tanesi istenilen üretmeye göre toz seçimidir [9]. Bu bakımdan toz üretimi ve üretilen tozda özelliklerin belirlenmesi oldukça önemlidir. Elde edilecek tozda tane iriliği, tane şekli, akıcılığı ve tozun oksidasyonu oldukça önemlidir. Ayrıca üretim şekillerinin ekonomik olması istenir. T/M ile parça üretimi için çeşitli akış diyagramı mevcuttur (Şekil 1) [10]. Genellikle soğuk olarak presleme ve daha sonra kontrollü atmosferde veya vakum ortamında ısıtma işlemi ile sinterleme gerçekleştirilir [11, 12]. Vakum ortamında ısıtılan tozların sıcak dövülerek yapılan sinterlen mesinde parça daha iyi özlilikler kazandığı gibi sıcak presleme ile üretilen parçalarda yoğunluk teorik younluk seviyesindedir [13]. Gerekli durumlarda son işlemle üretim tamamlanır. Genellikle uzay, elektronik ve otomotiv sanayinde çok kullanılan

Aluminyum ve alaşımıları için akış diyagramları Şekil 2'de gösterilmiştir [13]. Bu metodlardan aluminyum tozlarının birleştirilmesinde daha çok sıcak presleme (A) tercih edilmiştir [14].

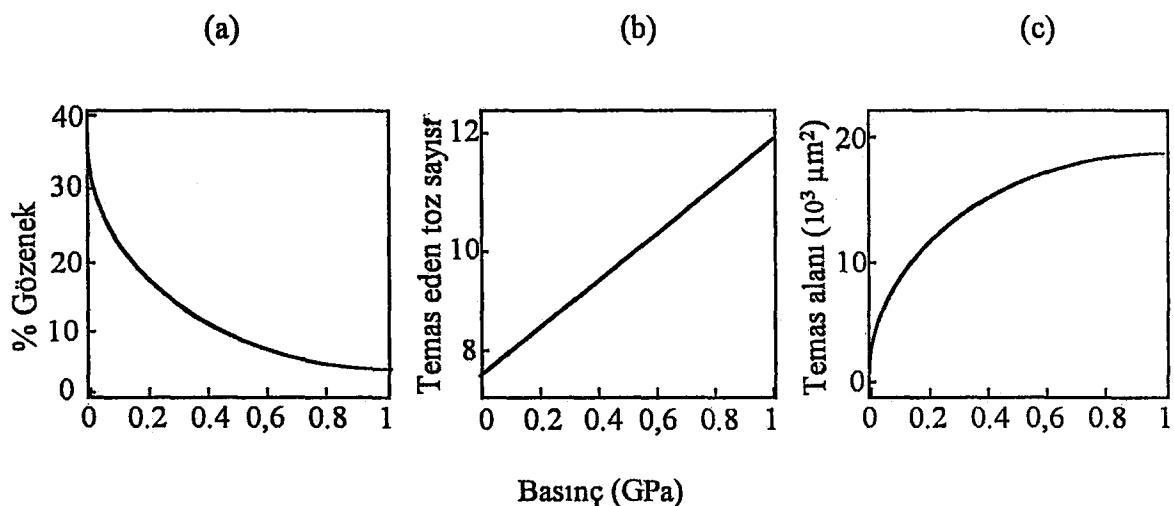


Şekil 1. T/M ile parça üretimi akış diyagramı[10]

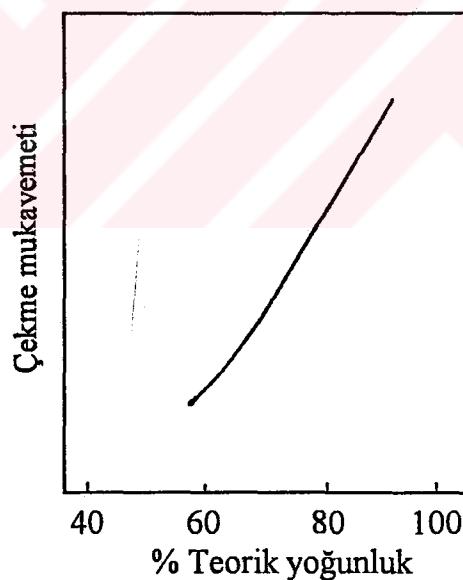


Şekil 2. Aluminyum ve alaşımları için T/M ile parça üretimi akış diyagramı [14].

Tozların preslenmesi sırasında presleme basıncına göre gözenek miktarı değişmekte olup, artan basıncı göre gözenek miktarı azalmaktadır. Sıcak döverek şekillendirmede gözenek miktarı yok deneyecek kadar azdır. Ayrıca artan presleme basıncına göre birbirine temas eden toz sayısı ve temas yüzey alanı artmaktadır (Şekil 3). Üretilen parçanın yoğunluğu da gözenek miktarına göre değişmektedir. Gözenek miktarı arttıkça yoğunluk azalmaktadır. T/M ile üretimi yapılan parçalarda gözenek miktarına göre mukavemet değerleri de değişmekte olup, Şekil 4'de teorik yoğunluğa göre çekme mukavemeti değişimi görülmektedir [15].

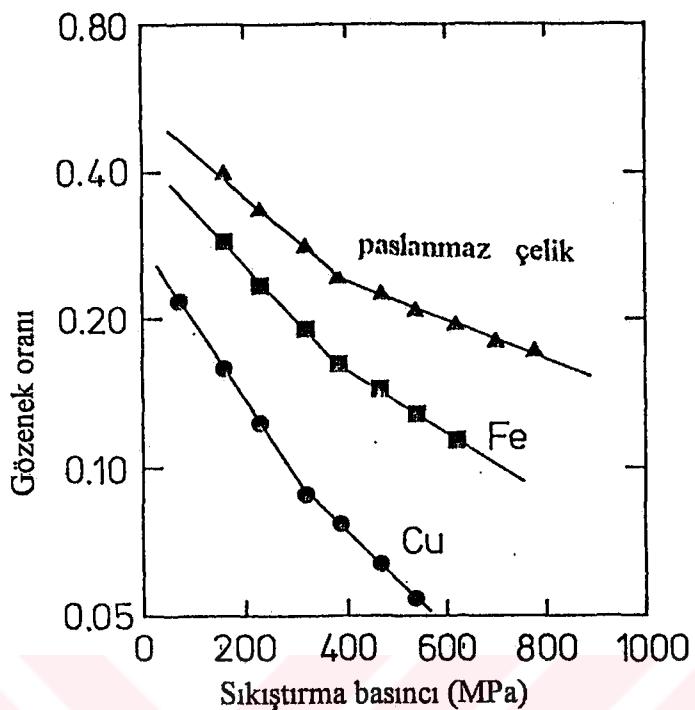


Şekil 3.  $285\mu\text{m}$  küresel bronz tozlarının sıkıştırılmasında basıncın etkisi [16].  
(a) Gözenekin değişimi, (b) Toz temas sayısının değişimi, (c) Temas alanının değişimi.



Şekil 4. T/M ürünlerinde, çekme mukavemetinin % teorik yoğunlukla değişimi [15].

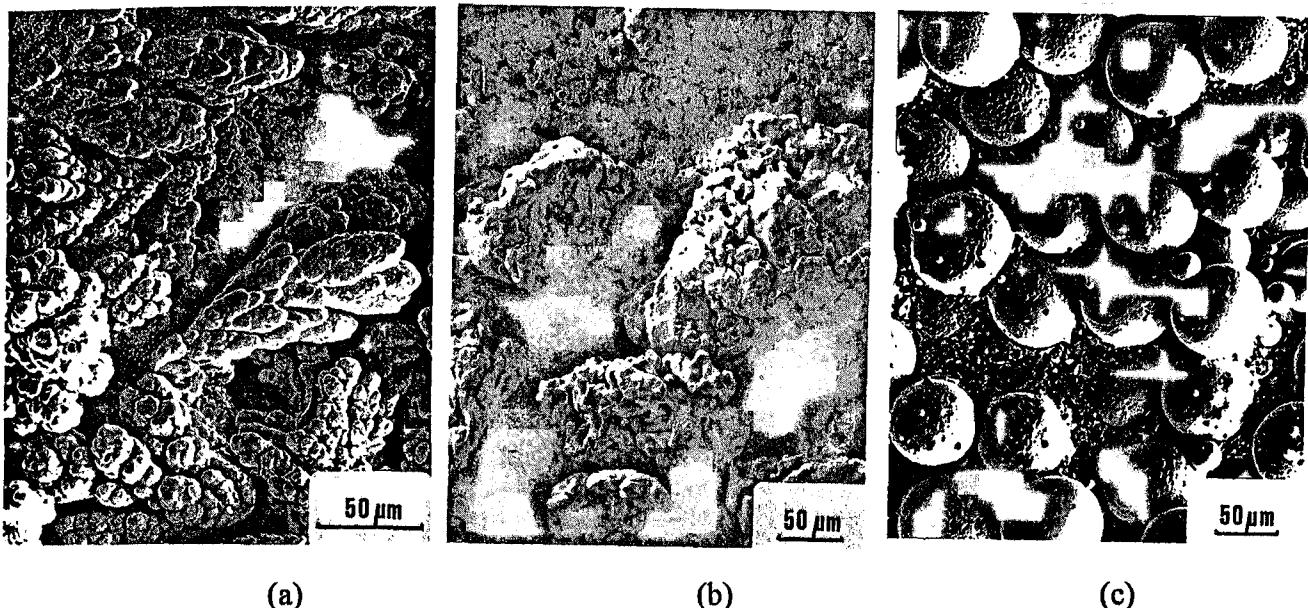
Parça üretiminde kullanılan tozun şekli ve metalin cinsi, porozite miktarını etkiler. Aynı boyutta kullanılan değişik metal tozlarının aynı basınçta preslenmesinde akma mukavemeti düşük olan tozlardan imal edilen parçalarda poroziti daha azdır (Şekil 5).



Şekil 5. Aynı boyutta ( $106\text{-}125\mu\text{m}$ ) sünger demir , düzensiz şekilli paslanmaz çelik ve küresel bakır tozlarının, preslemesinde gözenegİN presleme basıncıyla değişimi [16].

### 1.3. Toz Üretim Yöntemlerinin Etkisi

Toz Metalurjisinde metal tozlarının özellikleri üretim yöntemine bağlıdır. Bu bakımından her imal metodu belli bir uygulamaya elverişli, belirli özellikteki toz üretiminde kullanılır. T/M imal teknikleri ve metal tozları imalat teknolojisi arasında kuvvetli bir bağıntı mevcuttur. Bu bakımından planlanan parça üretimine göre uygun toz seçimi yapılmalıdır. Örneğin; küresel toz ihtiyacı için gaz atomizasyonu, gayrimuntazam toz ihtiyacı için su atomizasyonu ve elde edilecek tozların oksitsiz istenmesi halinde ise inert gaz veya yağ atomizasyonu tercih edilir [16, 17, 18]. Bu bakımından toz üretiminde kullanılan her üretim metodu tozun yapı ve şeklinde hatta mikro yapısında değişikliklere sebep olur. Su atomizasyonu ile üretimi gerçekleştirilen tozların akıcı olmamasına rağmen gaz atomizasyonu ile üretilen tozların oldukça akıcı olduğu görülür. Bunun sebebi ise gaz atomizasyonu ile üretimi yapılan tozların küresel şeke sahip olması ve su atomizasyonu ile üretilenlerin ise gayrimuntazam yapıya sahip olmasıdır. Bu durum ayrıca sıkıştırılabilirliği de etkiler. Çeşitli yöntemlerle elde edilen tozlar Şekil 6' da gösterilmiştir.



Şekil 6. Çeşitli yöntemlerle imâl edilen tozlar [19].

- (a) Elektrolitik bakır Tozu (b) Demir oksitten redükleme ile imal edilen demir tozu
- (c) Gaz atomizasyonu metodu ile imâl edilen yüksek hız çeliği tozu.

#### 1.4. Toz Üretim Yöntemleri

Toz metalurjisi uygulamalarında kullanılan tozlar çeşitli yöntemlerle üretilmektedir. Çünkü metal ve alaşımının fiziksel ve kimyasal özellikleri farklı olduğundan aynı yöntemlerle üretilemezler. Bu bölümde; toz üretim yöntemleri verilerek, kısaca açıklanmıştır.

##### 1. Kimyasal yöntemler

- a. Metal oksitlerinin indirgenmesi.
- b. Sıvı veya gaz ortamından çöktürme.
- c. Taneler arası korozyon.
- d. Isıl ayrıştırma.

##### 2. Elektrolitik yöntem

##### 3. Mekanik yöntemler

- a. Talaş kaldırma
- b. Kırmá
- c. Öğütme

##### 4. Atomizasyon

- a. Santrifüj atomizasyonu
- b. Vakum atomizasyonu
- c. Ultrasonik gaz atomizasyonu
- d. Gaz atomizasyonu
- e. Su atomizasyonu
- f. Yağ atomizasyonu

#### 1.4.1. Kimyasal Yöntemler

##### 1.4.1.1 Metal Oksitlerinin İndirgenmesi

Metal oksitlerin indirgenmesi ile toz üretiminde, İndirgeme işleminden katı karbon veya gazlar kullanılır [20]. Metal oksitlerinin katı karbonla indirgenmesindeki avantajlar şöyle sıralanabilir. Karbonun ve metal oksitlerinin ucuz olması bu yöntemi avantajlı kılmaktadır. Ayrıca, oksit ve dolayısıyla metal parçacık boyutunu kontrol etmek zordur. Üretilen tozlar genellikle gözenekli olmaktadır.

Ancak metal oksitlerin indirgenmesinde saf indirgeyici gazlar kullanıldığında bu gazların maliyeti yüksek olmaktadır. Bu yöntemle alaşım tozları üretimi mümkün olmamaktadır.

###### 1.4.1.1.1. Demir Tozu İmalatı

a. Sünger demir: Demir oksitin uygun indirgeyici ile indirgenerek süngerimsi bir demiri bir demir külçeye dönüştürülmesiyle elde edilir. Bunun için  $Fe_3O_4$  kok ve kireç taşı ile karıştırılır. Kireç taşı kükürtü absorbe eder. Karışım seramik kaplarla 1200 °C da ısınılır. İndirgeme sonrası sünger demir külçeleri ile kalan kok ve kül ayrılır, sünger demir öğütülür ve toz hidrojende tavlanarak oksijenden ve karbondan mümkün olduğu kadar arıtılır ve son olarak eleme yapılır [20].

İndirgeme:



Şeklinde yazılabilir.

###### 1.4.1.1.2. Demirdışı Metallerde İndirgeme

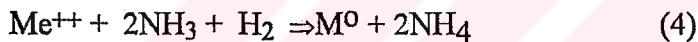
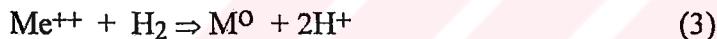
Tungsten gibi demir dışı metaller ise tungsten oksit ile amonyum paratungstatının hidrojen veya arıtılmış amonyak gazi ile tüp fırnlarda 500 °C sıcaklıkta indirgenmesiyle elde edilir.

WC gibi metal karbürler ise, 1450 -1500 °C sıcaklıklarda metal ve karbon tozlarının birlikte ısıtılması ile elde edilirler. TiC ise aynı şekilde  $TiO_2$  ve karbonun 1950 °C gibi yüksek sıcaklıklarda vakum altında birlikte ısıtılması ile elde edilir [20].

#### 1.4.1.2. Bir Sıvı veya Gazdan Çöktürme

Metal tuz eriyiklerinin kullanılması metal tozlarının imalinde ilginç bir tekniktir. Metal tozları metal iyonları ihtiva eden eriyiklerden daha az asal olan bir elemanla kimyasal yer değiştirme suretiyle elde edilir. Örneğin, bakır tozlarının demirle yer değiştirme sonucu elde edilmesi gibi, hurda demir, çelik veya demir toz sülfat eriği ile birlikte kullanılır. Eriğin asitlik derecesi metal biriminin hız ve kalitesini tayin eder. Metallerin sulu eriyiklerinden hidrojenle çökeltilmesinin belirgin bir özelliği diğer alışılmış metal tozu üretimi metodlarına nazaran daha saf ve ince taneli tozların elde edilmesidir. Her metal hidrojen gazının tatbikiyle sulu bir eriyikten çökeltmeye elverişli değildir.

Reaksiyon genel olarak,



şeklinde yazılır

Eğer  $EH_2 > EM$  ise, hidrojen metal tozlarının indirgeyerek metalin eriyikten çökelmesini sağlar. Diğer taraftan  $EM > EH_2$  ise metal hidrojen açığa çıkararak çözülür. Bakırın sıvı eriyikten hidrojen gazı ile çökeltilmesi mümkün olmasına karşın çinko, hidrojenle eriyikten çökeltilemez. Nikel ve Kobalt gibi bazı metaller sadece bazı PH değerleri üzerinde indirgenebilirler[20].

Nikel tozları Büyük miktarda cevherden doğrudan doğruya çökeltme metoduyla elde edilir. Ayrıca metal tozları ergimiş tuzlarından elde edilebilirler. Bu metod reaktif metaller için faydalıdır. Zr tozu imali için  $ZrCl_4$  tuzu eşit miktarda KCl ve biraz Mg ile karıştırılır.  $ZrCl_4$  KCl içinde erir. 750 °C da Mg ile Zr yer değiştiriler ve Zr parçacıkları dibe çökerler. Aynı iş  $ZrCl_4$  buharının NaCl ve  $MgCl_2$  tuz banyosundan geçirilmesiyle de başarılıabilir. Toryum, Berilyum tozları ve Bornitür benzer usullerle elde edilmişlerdir. Zr, Ti, Hf, ve V gibi reaktif metaller ise bir gazdan çökeltilme usulüyle imal edilebilirler. Ti, Zr ve Hf için kullanılan ham maddeler oksijen gibi, bazı kötü yönde etkileyici elemanlardan saf olmalıdır.

#### 1.4.1.3. Tanelerarası Korozyon

Uygun bir çözeltide metal kaynatıldığı zaman, tane sınırlarında hızlı bir korozyon oluşur. Bu teknik paslanmaz çelik hurdasının elverişli bir sıcaklıkta ( $500-700^{\circ}\text{C}$ ) karbürasyonu sonucunda tane sınırlarında Cr-karbür çökeltilmesinden ibarettir. Tane sınırları  $\text{CuSO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde kaynatıldığında tane sınırı korozyonu oluşur. Bunun için tipik çözelti Strauss çözeltisi %11  $\text{CuSO}_4$  %10  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ve gerisi sudan ibarettir. Strauss çözeltisindeki korozyon sırasında taneler üzerinde biriken bakır nitrik asitle dağlanarak kolayca yok edilebilir. Prosesin tümü sırasında kaybolan metal %5 den azdır ve proses sonunda karbon miktarında %0.04 kadardır. Korozyon sırasında çelik parçalanarak toza dönüşür. Toz tanelerinin boyutu karbüre edilen hurda malzemenin tane boyuna bağlıdır. Bir elektroliz düzeneği kurularak  $\text{CuSO}_4-\text{H}_2\text{SO}_4$  elektrolit kullanılır ve paslanmaz çelikte anot yapılrsa korozyon hızına hızlandırılır [20].

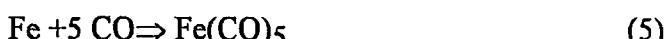
#### 1.4.1.4. Isıl Ayrıştırma

Ayrışımın en basit şekli bir metalin buharından yoğunlaşmasıdır. Yüksek bir sıcaklıkta metal atomları, kararlı bir kritik basınç teşkil oluncaya kadar, yüzeyden devamlı olarak buharlaşırlar. Bu kritik basınç sadece sistemin sıcaklığına bağlıdır. Buhar basıncı yoğunlaşma düşürülürse proses devam eder.

Buharlaşma hızı artan metal buhar basıncıyla, atomlar arasında sebep olan diğer gaz ve buhar miktarlarının azalmasıyla, metal yüzeyi ve yoğunlaşma yüzeyi (daha düşük bir sıcaklıkta) arasındaki konsantrasyon farkının artmasıyla ve buharlaşma ve yoğunlaşma yüzeyleri arasındaki uzaklığın artmasıyla artar.

Yoğunlaşan elemanın toz halinde elde edilmesi için sisteme çekirdeklenmeyi kolaylaştıran bazı maddeler ilave edilerek çekirdeklerin birbirine birleşmesi mekanik yollarla önlenebilir. Zn ve Cd tozları bu teknikle imal edilirler ve bu metodla 500 angstrom dan küçük tane boyalarında toz imal edilebilir. Reaksiyon aşağıdaki şekilde yazılabilir [21].

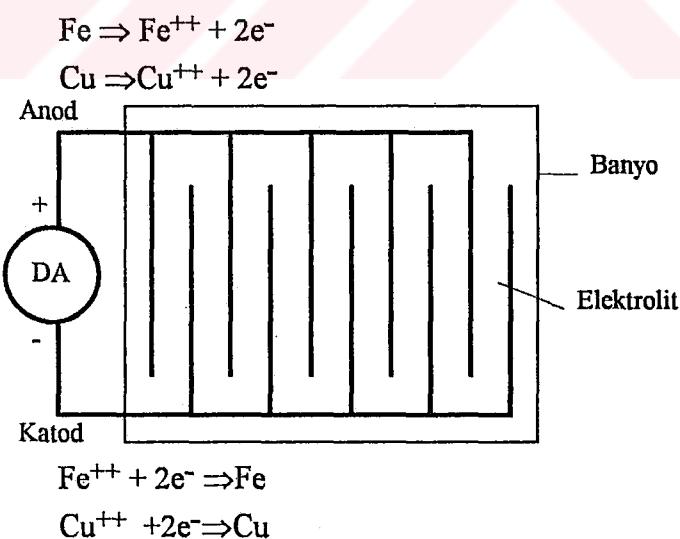
Nikel ve demir tozları karbonil yöntemiyle üretilibirlər. Demirpentakarbonil  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  ve nikel tetrakarbonil  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  ısıtılmış metal üzerinden CO gazi geçirilmesi ve buharın sıvılaştırılarak basınç altında depo edilmesiyle elde edilir.



1 atm. basınçta  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  103 °C de,  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  ise 43 °C de kaynar. Toz, karbonilleri ısıtılmış kaplarda kaynatarak buharın metal ve karbon monokside ayrışmasıyla elde edilir. CO yeniden devirdaim ettirilerek prosesin devamı sağlanır. Elde edilen tozlar toplanarak elenir, öğütülür ve hidrojende tavlanır. Bu tozlarda safiyet yüksektir (%99.5). Elde edilen demir tozlarının küresel olmalarına karşılık (10 mikrondan küçük), nikel tozları oldukça gayrimuntazam ve gözenekli yapıdadır [20].

#### 1.4.2. Elektrolitik Yöntem

Cu, Be, Fe gibi metal tozları, elektroliz yoluyla eriyiklerinden veya ergimiş tuzlardan elde edilebilirler. Elektroliz yoluyla bakır tozunun elde edilmesi, yaygın metodlardan birtanesidir. Gözenekli bir kaplamanın meydana gelmesine sebep olan faktörlerden bazıları yüksek viskozite, asitlik derecesi ve düşük sıcaklıktır. Biriken malzeme öğütülerek toz haline getirilerek yıkanır, kurutulur ve asal bir atmosferde tavlanır. Elektrolitik tozların en büyük avantajı yüksek safiyetleri ve içlerinde metal dışı kalıntıları bulundurmalarıdır, dolayısıyla iyi sıkıştırılme özelliklerine sahip olmalarıdır. Şekil 7' de elektrolitik yolla toz üretimi şematik olarak verilmiştir [16].



Şekil 7. Elektroliz yöntemi ile metal tozu üretimi [16]

### **1.4.3. Mekanik Yöntemler**

Kimyasal bağların zayıflığı ve az sayıda kayma sistemi olan karmaşık kristal yapılar mekanik parçalanma ve kırılmayı kolaylaştıran faktörlerdir. İri tane boyları ve dağıtık parçacıkların yokluğu, kırılma işlemine yardım eder. Malzemenin sıcaklığını düşürmek de plastik deformasyonu azaltarak kırılmaya yardım eder. Sünek malzemeler fazla miktarda plastik deformasyona uğrayacağından öğütme işleminde pul şeklindeki tozları meydana getirecektir. Tozların ticari mahiyette imali için muhtelif teknikler mevcuttur bunlar şunlardır:

- a. Talaş Kaldırma,
- b. Kırmá,
- c. Öğütme

#### **1.4.3.1. Talaş Kaldırma**

Tornalama, frezeleme, egeleme vb. işlemler yoluyla elde edilir. Malzemenin cinsine göre talaş şekli değişik olup gevrek malzemelerden kesikli, yumuşak malzemelerden ise sürekli talaş elde edilir. Örneğin, tornalama ile dökme demirden elde edilen talaş toz şeklinde olmasına rağmen, pirinç malzemeden elde edilen talaş toz ve şerit şeklinde, yumuşak çelikte ise, sürekli şerit şeklinde dir. Elde edilen talaşların toz metalurjisinde kullanılabilmesi için belirli bir boyuttan küçük olması gereklidir. Bunun için öğütme işlemlerine tabi tutulur.

#### **1.4.3.2. Kırmá**

Yeteri kadar gevrek malzemeler ve oksitler veya gevrek bileşikler başarılı şekilde kırılabilir. Oksit ve bileşikler indirgenerek, metal tozlarına çevrilir. Bazı metaller kükürt veya benzeri bir katık elemanı ilâvesi ile gevrekleştirilebilir. Bu katık elemanları devamlı ve gevrek bir tane hududu filmi oluşturur. Muhtelif demir ve demir dışı alaşımalarında ıslı işlemle tane sınırlarında gevrek bir film (karbür çökeltisi gibi) meydana getirebilir. Toz daha çok mekanik kırmá veya kimyasal çözülme yoluyla elde edilebilir. Bu gibi teknikler paslanmaz çelikler ve Ni asılı alaşımalar için kullanılmıştır.

Kırmá içinde genellikle çekiçler, çeneli kırcılar ve döner kırcılar kullanılır. Elde edilen tozlar genellikle köşeli şekillerde olup, T/M tekniklerine uygun hale getirilebilmeleri için öğütülmelerine ihtiyaç vardır.

#### 1.4.3.3. Öğütme

Prensip olarak öğütme işlemi parçalanacak malzeme ile sert bir cisim arasında bir darbe meydana gelmesini sağlamaktır. Tekniklerden bazlarında, bilyalı öğütücüde olduğu gibi, iri taneli malzeme döner bir fiçinin içinde iri, sert ve aşınmaya mukavim cisimlerle birlikte döndürülerek ufananır (Şekil 8). Fiçinin ideal dönme hızı, bilyaların ve malzemenin, fiçinin en üst kısmına kadar yükselterek geriye kalan malzemenin üzerine düşmesini sağlar. Bu tekniğin bir dezavantajı bilyalardan ve öğütücüün çeperlerinden gelen kirlenme veya bulaşmadır. Öğütüülerin titreştiirmeleri de mümkünür [20]. Titreşimli öğütüüler döner tiplere nazaran çok daha kısa zamanda eşdeğerli bir öğütme sağladıklarından daha verimlidirler.

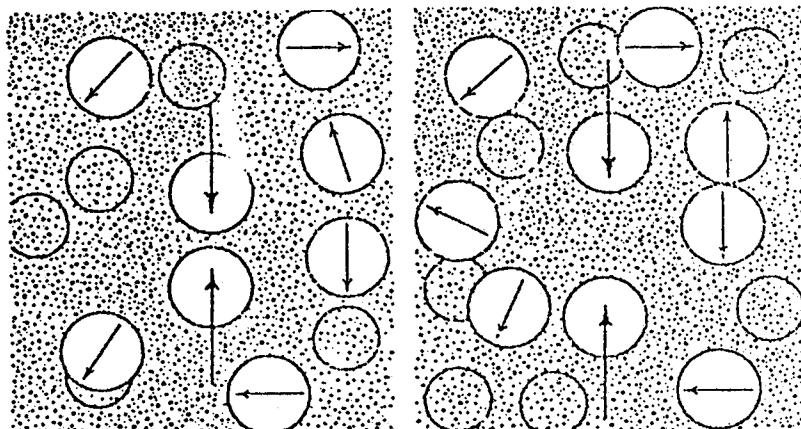
Sünek metallerin tozları işlemle sertleştirme ve kırılma neticesinde elde edilirler. Elde edilen pul şeklindeki parçacıklar tekrar birbirlerine birleşebilir. Bu yüzden her türlü şartlar için belli bir son parça boyutu mevcuttur. Son parça boyuna kırılma hızı birleşme hızına eşit hale geldiği zaman varılır. Öğütme teknolojisinin ana gayesi de bu son parça boyunun kontrol edilmesidir.

Islak öğütme ile ve bazı aktif yüzey elemanları ilavesiyle çok daha ince parçacıklar elde edilebilir. Bunun için Potasyum ferrosiyänür, Aluminyum nitrat, Seryum nitrat vs.gibi inorganik tuzlar verimli bir şekilde kullanılabilir. Örneğin, Karbonilnikel tozu seryum veya aluminyum nitrat kullanılarak bilyalı öğütüülerde alkol altında 0.1 mikron tane boyuna kadar öğütülebilir. Organik aktif yüzey elemanları arasında stearik asit en iyisidir. Potasyum ferrosiyänür kullanılarak Fe, Ni, Ag, Cu, Cr tozları ile 1 mikrondan küçük tane boyları elde edilebilir [19].

Pul şeklindeki tozlar bilyalı, çekiçli, veya merdaneli öğütüüler kullanılarak elde edilebilirler.

Öğütme işlerinde aynı zamanda inceltme ve karıştırma birleştirilebilir. Örneğin sinter karbürlerin imalinde Co-karbür karışımıları birlikte öğütüllerler ve bu suretle kobalt, karbür parçacıklarının üzerine kaplanır.

Öğütme sırasında sıcaklık artmasından ötürü aşırı derecede oksitlenme meydana gelebilir. Oksitlenmeyi önlemek için öğütücüde oksitleyici olmayan sıvılar veya asal atmosferler kullanılabilir.



Şekil 8. Bilyalı öğütücü ile öğütme [22].

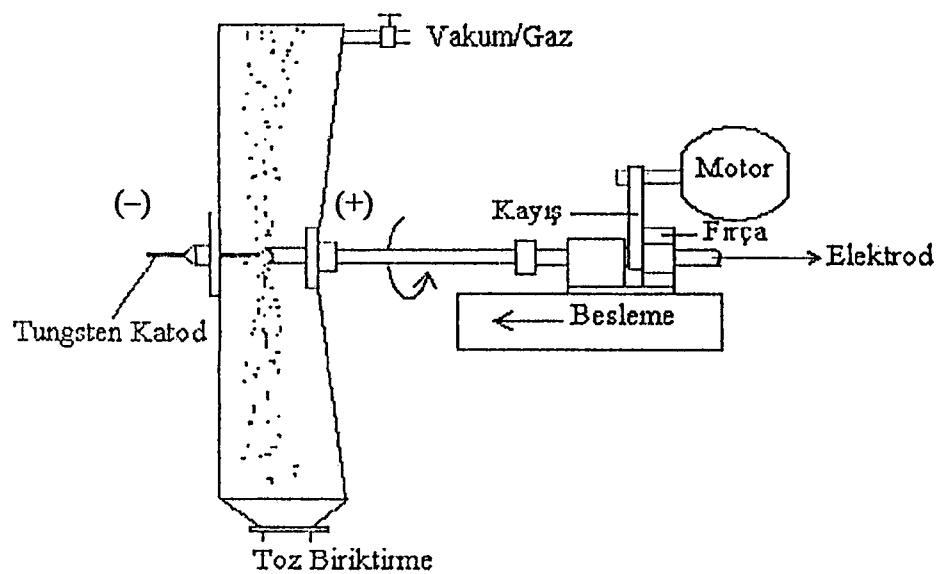
#### **1.4.4. Atomizasyon Metodu ile Toz Üretimi**

##### **1.4.4.1. Santrifüj Atomizasyonu**

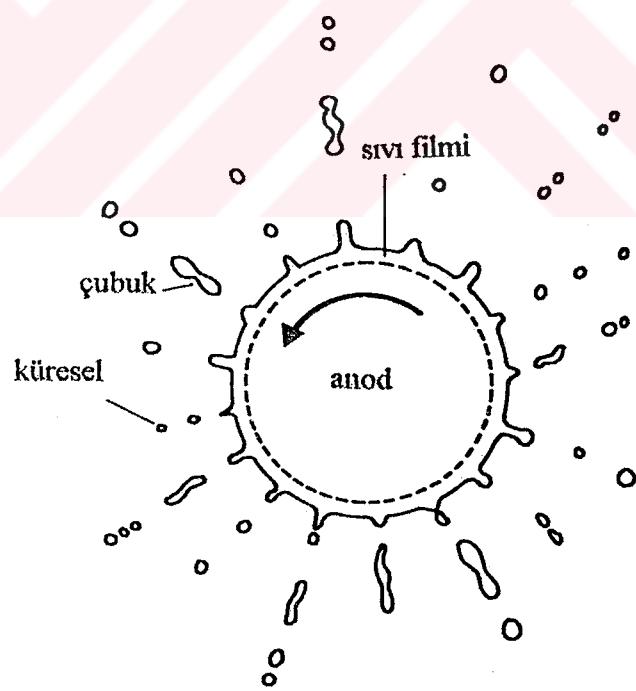
Santrifüj atomizasyonunda asıl teknik, santrifüj etkiyle sıvı metalin çevreye hızla saçılıarak ince sıvı partiküllere ayrılmış, soğuk bir gaz ortamında sıvı partüküllerin hızlı soğutulması işlemidir ve santrifüj atomizasyonu aşağıdaki çiplere ayrılmaktadır.

##### **1.4.4.1.1. Döner Elektrod Atomizasyonu**

Döner elektrod metodunda ergitilerek toz yapılması istenen çubuk dönmekte olup, bu çubuk doğru akım güç kaynağının anot ucudur. Güç kaynağının diğer ergimeyen ucuna ise tungsten bağlanmıştır (Şekil.9). Tungsten uç ile ergiyecek metal çubuk arasında ark oluştururlar ve oluşan sıvı metal, santrifüj etki ile saçılıarak katılışması neticesinde toz üretimi gerçekleştirilir (Şekil 10). Ark mesafesi katodun hareketi ile ayarlanır ve katod su dolandırılarak soğutulur.



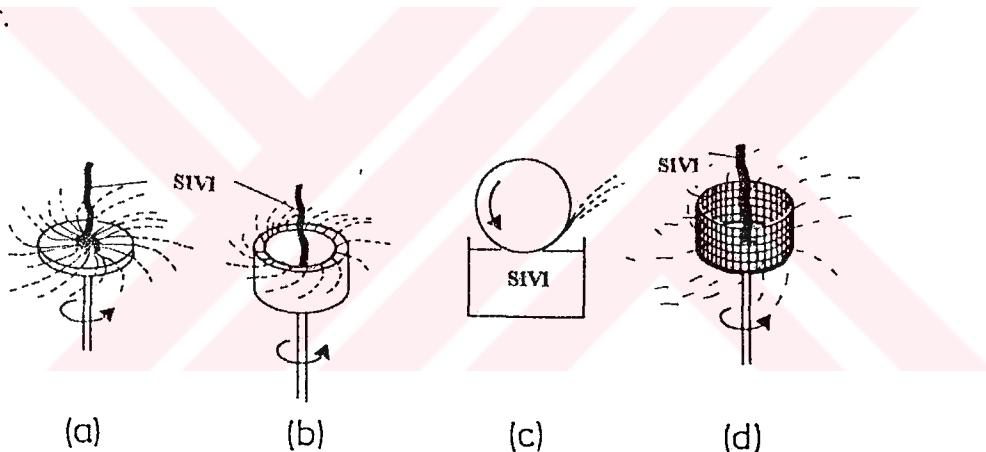
Şekil 9. Döner elektrod metodu[16]



Şekil 10. Anodda sıvı metal filminin santrifüj etkiyle koparak küresel toz oluşumu[16].

#### 1.4.4.1.2. Diğer Santrafüj Atomizasyon Metodları

Bunlar döner disk, döner kap, döner tekerlek ve döner elek olmak üzere çeşitlilere ayrılmaktadır. Şekil 11'de görüldüğü gibi hızla dönmeye olan döner kap, döner disk veya çevresine elek yerleştirilmiş disk üzerine sıvı metal akıtlararak veya sıvı metal üzerinde tekerlek döndürülmesi ile sıvı metal, santrafüj etki ile etrafa saçılır ve parçalara ayrılarak soğuk gaz veya vakum ortamında katılaştırılması sağlanır. Soğuk gaz ortamı hava olduğunda, soy gaza nazaran oksitlenme bir miktar fazla oluşmaktadır. Soğutma oranı küçük tozlarda fazla, büyük tozda ise azdır. Bu metodla üretilen tozlar küresel olup, disk hızı tane boyutunu etkileyen en önemli parametredir. Bu konuda ülkemizde yapılan çalışmalar mevcut olup, kanallı disk kullanılarak Pb, Al ve çelik tozu imalatı incelenmiştir [23]. Bu yöntemlerde üretilen tozların küçük boyutta olanları ( $20\mu\text{m}$  den küçük) küresel olduğu, büyük boyutta olanların ise karmaşık şekilli olduğu gözlenmiş olup üretim kapasitesi yüksektir.



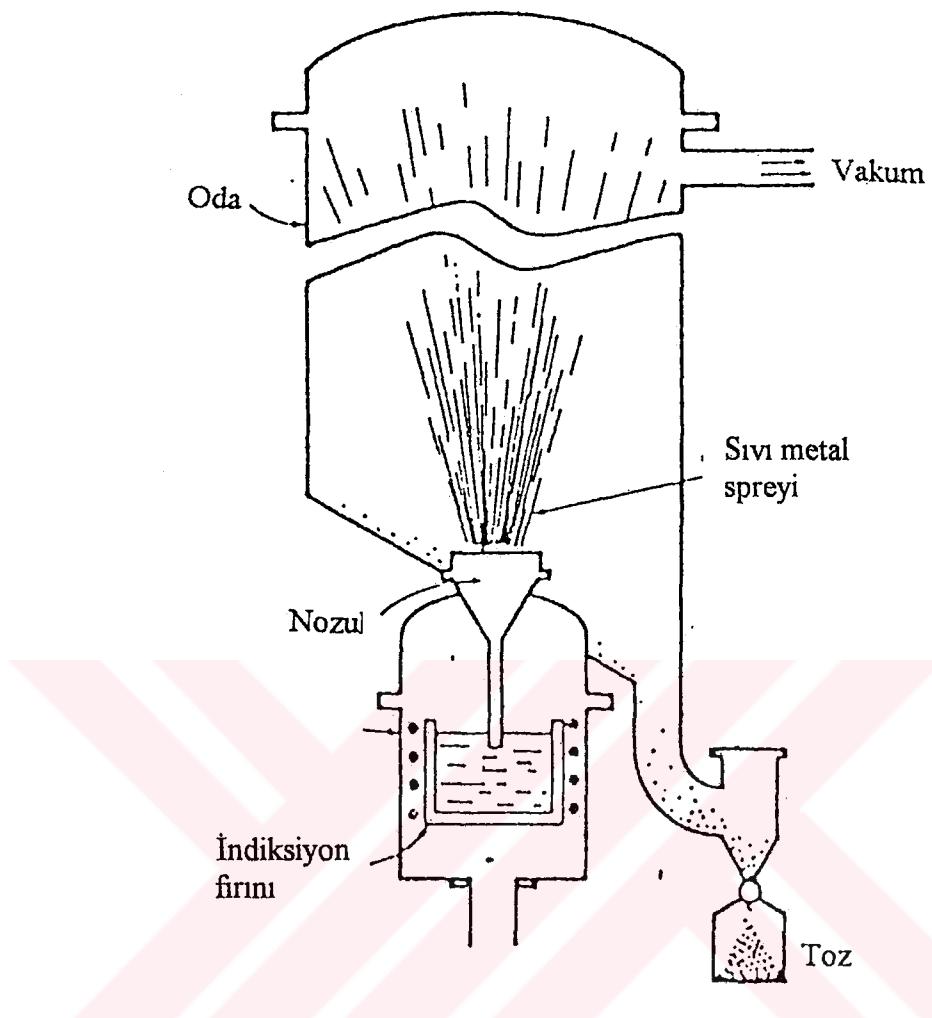
Şekil 11: Santrifüj atomizasyon çeşitleri[16]

(a) Döner disk (b) Döner kab (c) Döner tekerlek (d) Döner elek

#### 1.4.4.2. Vakum Atomizasyonu

Prensip olarak basınçlı gaz altında bulunan sıvı metalin vakum ortamına emilmesi veya püskürtülmesi suretiyle, sıvı metal atomize edilir (Şekil 12).

Şekilde de görüldüğü gibi vakum atomizasyon sisteminde dikey iki oda mevcuttur. Bunlardan alttaki odada, induksiyonla ergitme yapılır ve sıvı haldeki metal 1-3 MPa basıncındaki hidrojen gazı etkisi ile üstteki vakum odasında atomize edilir [16].

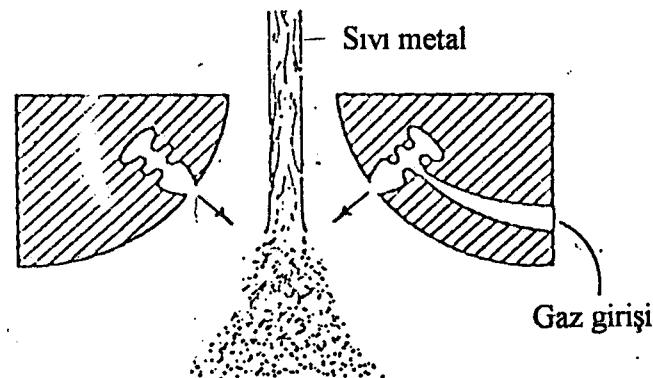


Şekil 12. Vakum atomizasyonu [16].

#### 1.4.4.3. Ultrasonik Gaz Atomizasyonu

Son zamanlarda yüksek kalitede toz eldesi için kullanılmakta olup akmakta olan sıvı metale çok yüksek hızdaki şok etkili gaz çarptırılarak sıvı metal çok ince partiküllere ayrılarak katılır[24]. Ultrasonik atomizasyonda Nozuldaki gaz jeti hızı subsonikden fazladır(Mach sayısı>2). Şekil 13 ' de ultrasonik atomizasyon nozulu görülmektedir.

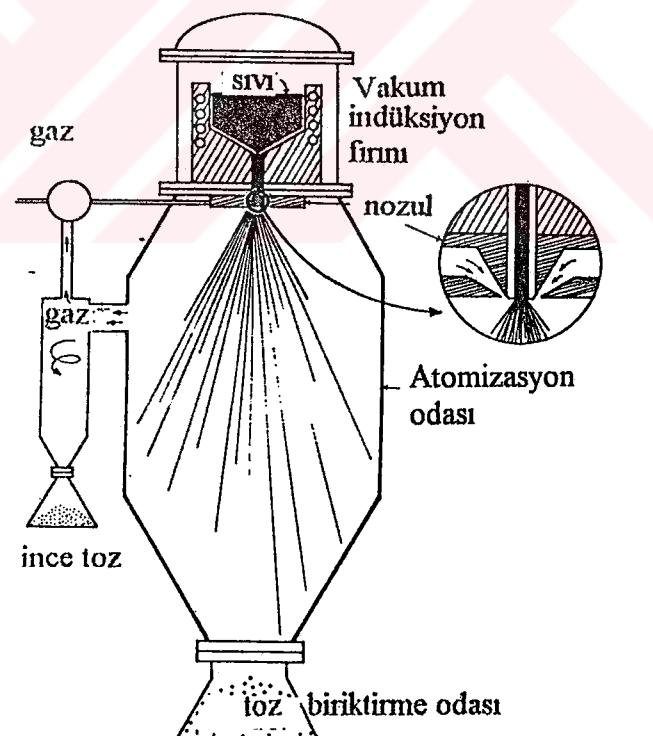
Uygulanan frekans ise 40 ile 100 KHz(40000-100000 cycle/s) arasındadır [25]. Bu sebeple darbeli gaz dalgaları çok yüksek hızda hareket ederek akan sıvı metali parçalıyalarak çok ince partiküllere ayırır. Üretilen tozlarda parçacık boyu 30 mikron civarındadır [26].



Şekil 13. Ultrasonik gaz atomizasyonu nozulları [27].

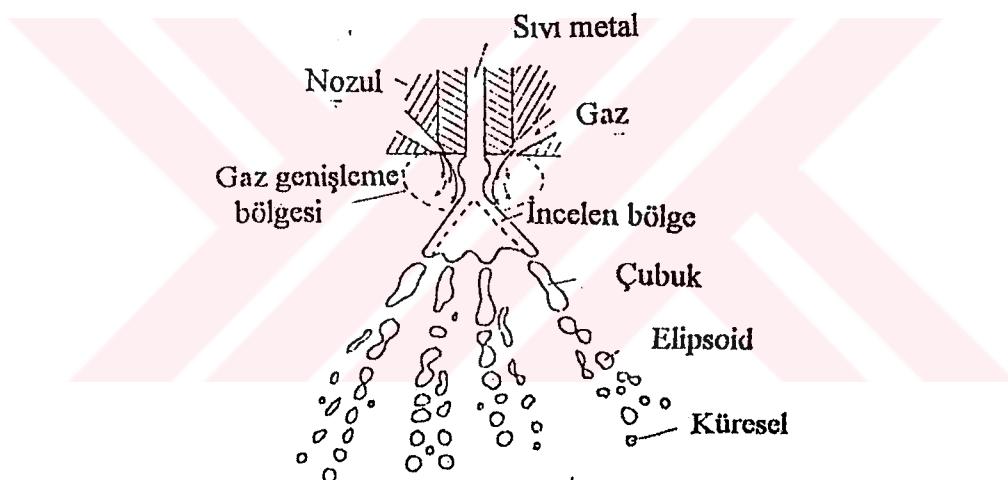
#### 1.4.4.4. Gaz Atomizasyonu

Bu yöntemle toz üretimi, bir potanın (tandışın) dibindeki bir delikten akmakta olan sıvı metalin basınçlı gaz jeti çaprazından geçirilmesiyle gerçekleşir (Şekil 14) [16].



Şekil 14. Gaz atomizasyonu ünitesi [16].

Gaz atomizasyonunda basıncın  $14 \times 10^5$  ile  $42 \times 10^5$  Pa arasında, gaz jet hızının nozul dizaynına bağlı olup 50-150 m/s alınması ve gaz akış debisinin 1-14 m<sup>3</sup> alınması halinde iyi neticeler verdiği anlaşılmıştır [19, 27]. Kullanılan gaza göre basınç seçilmesi örneğin, sıvı azot için  $6.5 \times 10^5$  Pa, argonda ise  $30 \times 10^5$  Pa basınca kadar uygulanabilmektedir[28]. Yine gaz atomizasyonunda havaya nazaran soygaz tercih edilmesi, tozların oksitlenmesini engellemiştir ve elde edilen tozların hava ile atomize edilen tozlara nazaran daha küresel olduğu gözlenmiştir. Soygaz olarak oksitlenmeyi engellemesi ve ucuz oluşu sebebiyle azot gazı tercih edilmiştir. Yalnız burada azotla reyaksiyona girecek metallerden toz elde etmede kullanılmasına dikkat edilmelidir. Gaz atomizasyonunda gazın hızlıca genleşip sıvı metali parçalaması Şekil 15'de görülmektedir.



Şekil 15. Gaz atomizasyonu nozul ve sıvı metal geometrisi [16].

#### 1.4.4.4.1. Gaz Atomizasyonunda Atomizasyon Parametreleri

Atomizasyonla toz üretiminde jet uzunluğu oldukça önemlidir. Gaz atomizasyonunda bu durum çeşitli araştırmacılar tarafından incelenmiş, netice olarak jet uzunluğu arttıkça, jet hızının düşüğü ve toz tane büyüklüğünün arttığı deneylerle de tesbit edilmiştir (Tablo 1). Örneğin, 73mm lik jet uzunlığında hız 308 m/s den 62 m/s ye düşmüştür [1]. Bu düşüş ergiyik metalin dağıtılmamasını direkt olarak etkiler.

Tablo 1. Dökme demirin azot ile atomizasyonunda değişik jet uzunlıklarının ortalama tane boyutuna, verimliliğe ve standart sapmaya etkisi (Her jet uzunlığında 420 mikronun altında elde edilen toz % ağırlığı verim olarak kabul edilmiştir [1].

Jet uzunluğu (mm)	Verim (%)	Ort. tane boyutu ( $\mu\text{m}$ )	Stand. sap. ( $\sigma$ )
99	66.9	195	2.03
73	90.4	135	2.05
53	92.0	82	1.91

Her üç deneyde de basınç 4.14 MPa, jet tepe açısı  $60^\circ$  dir.

Gaz ve sıvı atomizasyonunda jet uzunluğu ve tepe açısı sabit tutulup basıncın değiştirilmesi halinde yine tane boyalarında değişme olduğu gözlenmiştir [1]. Bu durum Tablo 2'de görülmektedir.

Tablo 2. Dökme demirin azot ile atomizasyonuda basınç değişimlerinin ortalama tane büyüklüğüne ve verimliliğe etkisi.

Basınç(MPa)	Ortalama tane boyutu ( $\mu\text{m}$ )	Verim (%)
1.383	413	20.2
2.760	177	79.1
4.140	164	84.4

Jet uzunluğu 73mm, tepe açısı  $60^\circ$  dir.

Gaz atomizasyonu çeşitli araştırmacılar tarafından incelenmiş ve oksitlenmenin su atomizasyonuna göre daha az olduğu tesbit edilmiştir[29]. Yine yapılan araştırmalarda gaz atomizasyonunda ortalama tane boyutu deneyler neticesi aşağıdaki formülle de ifade edilebilmektedir [30].

$$dm = K F^{1/2} \quad (7)$$

Burada:

dm : Ortalama tane boyutu( $\mu\text{m}$ ), F: Gaz / Metal oranı( $\text{kg/s}, \text{kg/s}$ ), K: Metale göre değişen sabit sayı

Bazı metallere göre K değerleri Tablo 3'de verilmiştir.

Tablo 3. Bazı metallere göre K değerleri [30]:

<u>Metal</u>	<u>K</u>
Cu 10 Sn	62
Zn	38
Ni-Cr-B-Si	50
Sn-40 Pb	18

#### 1.4.4.4.2. Tane Boyutu ve Şekli

Yapılan araştırmalarda atomizasyon basıncı değiştiğinde tane boyutunun da büyük ölçüde değiştiği görülmüştür. Demir, 4620 çeliği, 304 paslanmaz çeliği ve bazı alaşımının azotla atomizasyonunda jet uzunluğu arttıkça, taneciklerin daha düzgün olmayan şekillerde katıldıiği, küçük parçacıkların daha küresel şekiller aldığı, taneciklerin düzgün olup olmamasını belirleyen bir kritik yüzey gerilimi bulunduğu kanıtlanmıştır [32, 33].

Parçacık boyutlarının; düşük metal viskozitesi ve düşük yüzey gerilimi, yüksek metal aşırı ısıtma ısısı, düşük sıvı metal akma hızı, yüksek atomizasyon basıncı, yüksek jet hızı, kısa sıvı metal hüzmesi, kısa jet uzunluğu gibi faktörlere bağlı olduğu çeşitli araştırmacılar tarafından kanıtlanmıştır [29, 33].

Metal aşırı ısıtmasını artırarak yüzey gerilimini ve viskoziteyi azaltmak mümkündür. Sıvı metale çeşitli katık maddeleri konularak yüzey gerilimi ve viskozitenin etkileri incelenmiştir [34]. Demir asılı ergimiş metallere Al veya Si katılması toz taneciklerinin yüzeylerinde koyu bir oksit tabakası oluşturur ve bu tabakanın etkisi de atomize tozlarda ince tanecik miktarındaki azalmadır [35].

Küresel toz taneciklerinin genellikle gaz atomizasyonunda olduğu ve düşük metal viskozitesi, yüksek yüzey gerilimi, yüksek gaz/metal hız oranları gibi faktörler tarafından kontrol edildiği belirlenmiştir [34, 36]. Yine yapılan çalışmalarda Alüminyumun oksijensiz saf azot ve hava kullanılarak yapılan atomizasyonu karşılaştırıldığında saf azot kullanıldığında tozlar küresel, hava kullanıldığı ise küresel olmayıp gayrimuntazam olduğu gözlenmiştir [35].

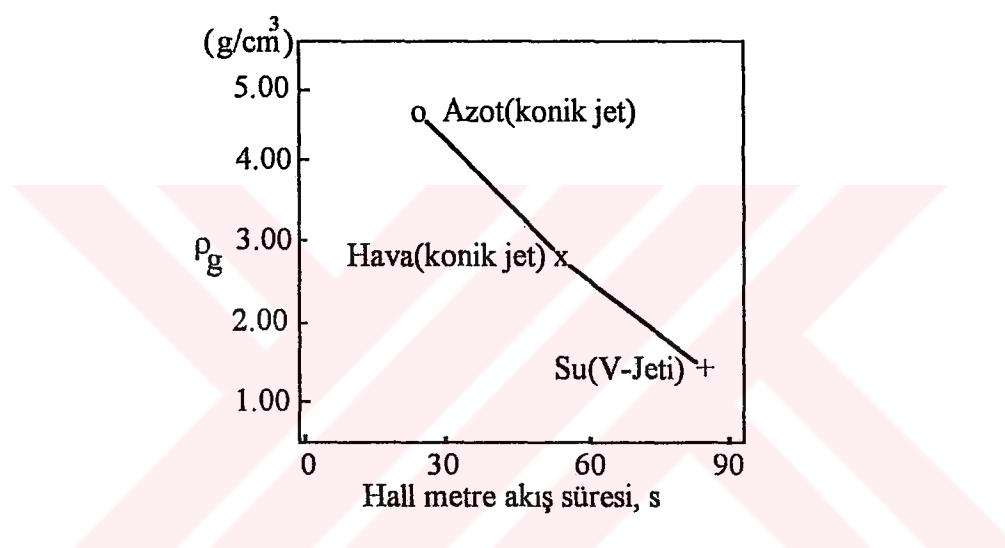
Demir dışı metallerin hava, argon, azot gibi gazlarla atomizasyonu incelediğinde metallerin oksijene karşı aktiflikleri yönünden üç guruba ayrıldığı gözlenmiştir [37]. Bunlar;

1. Aktif metaller (Al, Zn, Mg, Cr, Ti gibi): Bunlar genellikle kuvvetli ve katı bir oksit filmi oluştururlar ki bu da düzgün olmayan tanecik şekillerine yol açar.

2. Aktif olmayan metaller (Cu, Ni, gibi): Bunlar ise sıvı bir oksit filmi oluşturduklarından oksitleri indirgenebilir veya çözünebilir niteliktedir ve küresel tanecik şekillerini ortaya çıkarır.

3. Orta aktiflikte ve düşük yüzey gerilimli metaller (Pb, Sn gibi): Bu metaller asal gazlarla atomize edildikleri zaman küresel, hava ile atomize edildikleri zaman ise küresel olmayan tanecikleri oluşturur.

Tanecik şekillerini en iyi yansitan parametrelerden birisi de görünür yoğunluktur. Görünür yoğunluk, taneciklerin düzgünliği arttıkça artmaktadır (Şekil 16).



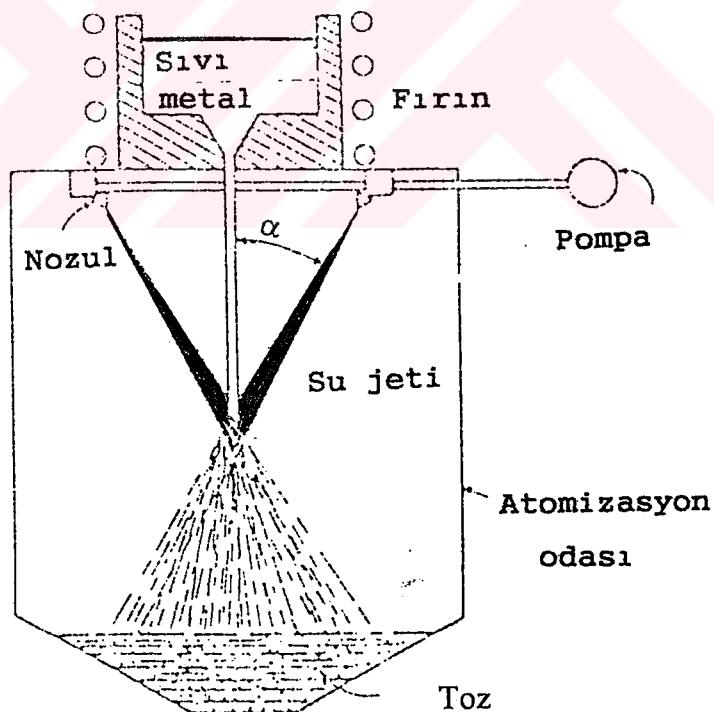
Şekil 16. Cu-Be2 tozlarının atomizasyon ortamına göre görünür yoğunlıklarının değişimi [38].

Tanecik şekillerini etkileyen diğer önemli bir parametre de soğuma hızıdır. Parçacıkların şeklinin belirlendiği katılma süresi, çok kısalıdır. Su atomizasyonunda bu zaman  $10^2$ - $10^4$  °K/s arasında değişir. Su atomizasyonunda, kullanılan suyun sıcaklığı da dikkate alınmalıdır. Gaz atomizasyonunda ise katılma zamanı su atomizasyonuna nazaran daha uzundur. Bu bakımdan gaz ve su atomizasyonuda aktif atomizasyon bölgeleri biraz farklıdır. Gaz atomizasyonunda katılma; gaz jetlerinin birleştiği tepe bölgesinden başlayarak düşme tamamlanmadan katılma biter. Su ve yağ atomizasyonunda ise katılma çok kısa bir aralıkta tamamlanır. Aktif atomizasyon bölgesinde taneciklerin hızı 50- 300 m/s ve karış süresi ise 0.5-5 milisaniye arasındadır. Dolayısıyla yüzey gerilim kuvvetlerinin etki si için mevcut zaman çok kısalıdır. Bu zamanın etkisine en önemli katkı

yüksek metal ergime sıcaklığı , metal aşırı ısısı ve oksit filminin niteliğidir. Örneğin, düşük ergime noktalı metaller (tergime  $<500$  °C), düzgün olmayan tanecikleri, yüksek ergime noktalı (tergime  $>500$  °C) metaller ise küresel tanecikleri oluşturmaya yönelikler. Oksitlenme özelliğine örnek olarakda saf Nikel tozlarının düzgün şekilli  $5-5.5$  g/cm $^3$  görünür yoğunlukta olmasına karşı Ni-Cr合金 tozlarının düzgün olmayan şekilli  $2.8$  g/cm $^3$  görünür yoğunlukta ve Ni-Cr-B-Si合金 tozlarının ise düzgün şekilli  $5$  g/cm $^3$  görünür yoğunlukta olması verilebilir [35].

#### 1.4.4.5. Su Atomizasyonu

Bu teknik ergitilmesi mümkün olan her metale uygulanabildiği gibi saf ve ön alaşımlanmış metal tozlarının, doğrudan doğruya ergimiş metalden elde edilmesinde de başarıyla kullanılabilir. Bu yöntemle toz üretimi, bir potanın dibindeki delikten akmakta olan ergimiş metalin basınçlı sıvı jeti çaprazından geçirilmesiyle gerçekleşir (Şekil 17).



Şekil 17. Su atomizasyonu geometrisi[16].

Su atomizasyonuyla toz üretiminde nozullara kadar gelen basınçlı su, nozulu terk ederken basınç enerjisi hız enerjisine dönüşterek sıvı jeti yüksek hız kazanır. Yüksek hız sahip olan sıvı jeti:

- 1- Akmakta olan sıvı metali parçalar,
- 2- Ani soğutma ile hızlı katılasmayı sağlar.

Su jetleri gaz veya hava jetlerine nazaran daha yüksek viskozite, yoğunluk ve daha yüksek soğutma kapasitesine sahiptir [1]. Buna rağmen gaz atomizasyonuna nazaran reaktif metallere karşı daha oksitleyicidir. Su atomizasyonu daha az kompleksdir ve daha az ücretle kurulabilir [39]. Böylece su atomizasyonu gayrimuntazam şekilde yüksek tonajda toz üretiminde, gaz atomizasyonu ise özellikle ve reaktif alaşım tozlarının küresel tozu üretimi için kullanılır. Su atomizasyonunda katılasma muhtemelen sıvı jetlerinin kesiştiği bölge civarındadır. Gaz atomizasyonunda ise bu bölgede hemen katılasma olmaz bu sıvı veya gazın soğutma kapasitesine bağlıdır. Su atomizasyonunda gözlenen toz oluşum aşamaları ve mekanizmalar şunlardır [1].

Sıvı metal $\Rightarrow$ Parça büyülüğu huzmesi	$\Rightarrow$ Sıvı metal oluşumu (parçalanma)	$\Rightarrow$ Katı toz şekli damlacıkları oluşumu	$\Rightarrow$ Katı metal tozları (soğutma)
--	---	---	--

Su atomizasyonunda gözlenen mekanizmalar iki aşamada olmaktadır [1]. Bunlar:

- |  |   |
|--|---|
| <u>1. Tane boyutu oluşumu</u>  | <u>2. Tane şekli oluşumu</u>                              |
| (a) Su damlacıklarının çarpmasıyla ilk parçalanma                    | (a) Kısa katılasma süresinde kaba (pürüzlü) yüzey oluşumu |
| (b) Suyun buharlaşmasının başlangıçta oluşan tane şeklini etkilemesi | (b) Uzun katılasma süresinde daha düzgün yüzeyler oluşur  |
| (c) Az miktarda birleşmeler  |   |

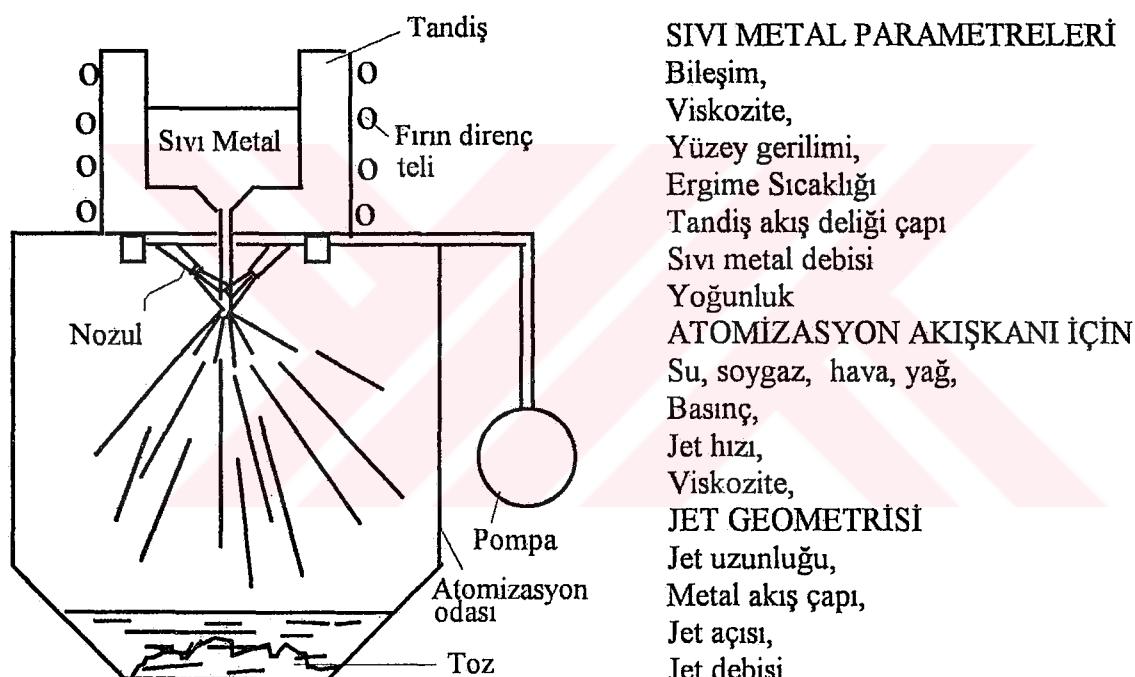
#### 1.4.4.5.1. Atomizasyon Parametreleri

Atomizasyon olayı karmaşık bir süreçtir ve sayısız değişken hakkında bilgi ve kontrol gerektirir [1]. Bu değişkenlerden bir kısmı alaşım veya metal bileşimi ile, bir kısmı da atomizasyon sisteminin özellikleriyle sabit hale dönüşür. Örneğin; yüzey gerilimi, viskozite ve ergime noktası sabit, metal akış hızı ve aşırı ısıtma miktarı da süreç değişkenleridir.

Başarılı sonuçlar için atomizasyon sisteminin tümü birden ele alınmalıdır. Kullanılan her tasarım düzeni kendine has özellikler gösterir. Bu parametrelerin değişimi üretilen tozu büyük ölçüde etkiler. Tozun ortalama büyülüğu, tane dağılımı, kullanılabilcek toz % ağırlığı, görünür yoğunluk ve tane büyülüğu atomizasyon parametrelerine göre değişir. Bu parametreler:

1. Sıvı metalde : Viskozite, yüzey gerilimi, bileşim ve aşırı ısıtma sıcaklığı,
2. Sıvı metal akışında: Metal akış debisi, akış uzunluğu, tändis sıvı metal delik çapı, dağılma yolu,
3. Jet geometrisinde: Tepe açısı, jet sayısı, jet uzunluğu,
4. Jet akışında : Basınç, viskozite, yoğunluk, debi

Atomizasyonla ilgili parametrelerden bir kısmı Şekil.18 üzerinde gösterilmiştir.



Şekil 18. Atomizasyon parametreleri [33].

Atomizasyon işlemlerini etkileyen parametreler çok değişken olup bununla ilgili teorik model olmamakla birlikte yayınlanmış çok sayıda empirik bağıntı ve deney sonuçları vardır. Burada bu özellikler kısaca özetlenecektir. Fakat verilen bilgiler empirik olup sadece belirli sistemler için geçerlidir ve optimum şartların tesbiti için her sistem kendi içinde denenmelidir. Bazı atomizasyon parametrelerinin toz özelliklerine etkileri Tablo 4'de verilmiştir.

Tablo 4. En önemli atomizasyon parametreleri [40].

<u>Artan Parametre</u>	<u>Ort. tane boyutuna etkisi</u>	<u>Görünür yoğunluğa etkisi</u>
Su basıncı	Azalır	Az
Su debisi	Az	Azalır
Sıvı Metal debisi	Artar	Az
Metalin yüzey gerilimi	Artar	Artar

**Düger parametreler:** Metal döküm sisteminin tasarımları, atomizasyon jet sisteminin tasarımları, metalin ergime noktası ve damlacıkların serbest düşme yüksekliğidir.

#### **1.4.4.5.1.1. Atomizasyon Sıvısının Basıncı**

Sıvı atomizasyon sisteminde sıvının basıncı hızla doğrudan ilişkilidir ve atomizasyon sıvısının enerjisi arttıkça ortalama tane iriliği azalır. Bu bakımdan su atomizasyonunda en önemli parametrelerden bir tanesidir. Genelde tatbik edilen basınç 3.5 MPa ile 21 MPa arasında alınması iyi neticeler vermektedir [19]. Sıvı atomizasyonunda sıvı basıncını hız enerjisine dönüştüren nozullar günümüzde standart olarak üretilmektedir. Değişik satandarda ölçülerde nozul temini mümkündür.

#### **1.4.4.5.1.2. Atomizasyon Sıvısının Debisi**

Bu parametrenin de atomizasyon sıvısının basıncına benzer etki yapması beklenir. Çünkü belirli bir basınçtaki akış debisinin artması atomizasyon jetinin enerjisini artıracaktır. Fakat her ne kadar görünürlük yoğunluk azalıyorsa da ortalama tane iriliği önemli ölçüde etkilenmeyecektir. Sabit basınçta, sabit kalan atomizasyon parametresi atomizasyon sıvısının hızıdır ve ortalama tane iriliğini etkileyen faktörde hızdır. Sıvının debisi de görünürlük yoğunlukta etkilidir. Ayrıca debinin artması, sıvı metalin soğutma hızını artıracaktır. Bu durum yağ atomizasyonunda çok önemlidir. Debinin artması ile tutuşma sıcaklığı düşük olan yağlarda, yüksek sıcaklıktaki akmakta olan metalin parçalanarak toz oluşumunda yağın tutuşması önlenir. Bu durum sıvı metal debisinin azaltılmasıyla daha da önlenecektir. Aksi takdirde yağ atomizasyonunda yağ debisi az ve sıvı metal debisi fazla ise, düşük sıcaklıkta tutuşan yağlar ile atomizasyon işleminde alevlenme söz konusudur.

#### 1.4.4.5.1.3. Sıvı Metalin Debisi

Metal akış debisinin artması, atomizasyon sıvısı debisinin artmasının aksine etki yapar. Çünkü atomize edilen metal miktarına göre atomizasyon sıvısının nisbi enerjisi (Birim metal miktarı başına düşen oranı) azalır. Diğer taraftan ortalama tane iriliği artan metal akış debisi ile artar[ 32]. Metal akış debisinin artmasında sıvı metalin yüksekliği ve akış delik çapı önemlidir. Dıpten boşaltmalı tandışde sıvı metalin yüksekliği arttıkça akan metalin hızında artar. Teorik olarak bir delikten akmakta olan bir sıvinin hızı:

$$V = C [ 2 g(P_1 - P_2) / \rho ]^{1/2} \quad (8)$$

Şeklinde ifade edildiğinde,

Burada:

V: sıvı metal hızı (m/s), C: Tandış deliğine bağlı sabit, g : Yer çekimi ivmesi ( $m/s^2$ ),  $P_1$ : Sıvinin çıkış basıncı,  $P_2$ : Sıvı hüzmesinin çıkışta karşılaştığı atmosfer basıncı,  $\rho$ : Sıvı metalin yoğunluğuudur [35]. Eşitlikten de anlaşıldığı gibi tandışte sıvı metalin yüksekliği arttıkça, hız da artacaktır. Sıvı metalin debisi ise,

$$Q = V \cdot A \quad (9)$$

olarak yazıldığında, artan hız için nozul delik alanı sabit olduğundan debide artacaktır

A: Tandış delik alanı ( $m^2$ ), V: hız (m/s)

Hesaplamlarda karmaşıklığı azaltmak için ortalama akış hızı kabul edilecektir. Gerçekte ise sıvı metalin akış hızı tandış dolu iken maximum, boş iken sıfır olarak düşünüldüğünde başlangıçta elde edilen tozda (sıvı metalin debisi yüksek olduğundan) tane büyülüğu iri olacak ve atomizasyon süresince tandış yüksekliği azaldıkça toz boyutu küçülecektir.

#### 1.4.4.5.1.4. Sıvı Metal Yüzey Gerilimi

Sıvı metalin yüzey gerilimi üretilen toz parçacıklarının şeklini belirleyen en önemli faktörlerden biridir. Metalin yüzey gerilimi arttıkça ortalama toz tane iriliği ve görünür yoğunluk artar. Görünür yoğunluğun artmasının nedeni, yüzey geriliminin artması, yüzey alanının küçülmesine ve tozların küresel olmasına neden olur. Toz tane yüzeyinin küçülme eğilimi, ortalama tane iriliğinin artmasına yol açar

Çok iyi bilinen bir gerçekte şudur ki, çok az alaşım elementi katılsa bile üretilen toz şeklinde büyük değişimlere neden olmaktadır. Farklı alaşımların atomizasyon davranışlarının farklı olduğu bilinmektedir ve bu değişimler de sıvı metalin yüzey gerilimindeki değişimlere bağlanmaktadır.

#### **1.4.4.5.2. Diğer Faktörler**

Metalin döküm sisteminin ve atomizasyon jet sisteminin her ikisinin dizaynı da üretilen tozu etkileyecektir. Sıvı metal hüzmesinin turbünlansı olması gibi diğer faktörlerin de etkisi vardır. Atomizasyon jet sisteminin etkisine gelince, jetlerin şekli ve atomizasyon bölgesinin geometrisinin etkisi olacaktır.

Metalin ergime noktası ve aşırı ısıtma miktarı tozu etkiler. Bunun nedeni tozların nisbi soğuma hızlarıdır. Damlacıkların katılışma süresinin etkisi, serbest düşme mesafesinin artmasıyla gösterilebilir. Serbest düşme mesafesi arttıkça görünür yoğunluk da artar. Çünkü yüzey geriliminin, tozu küreleştirmesi için daha fazla zaman kazanılır, ortalama tane iriliği de artar. Bunun nedeni parçacıkların birleşmeleri (toparlanmaları) için yeterli zaman kazanmalarıdır. Yukarıda verilen bilgilerden de anlaşılacağı gibi, atomizasyon işleminde parametreler çok değişken olup, bu değişkenlerden bir kısmı sabit tutularak diğer parametreler incelenebilir.

#### **1.4.4.5.3. Su Atomizasyonunda Önemli Problemler**

Bu yöntemle toz üretimi; bir potanın dibindeki delikten akmakta olan sıvı metalin basınçlı su jeti çaprazından geçirilmesiyle gerçekleşir. Atomizasyonla toz üretiminde tozu etkileyen parametreler oldukça önemlidir. İşte bütün bu parametreler isteklere göre optimum değerde tutulması, sistemde uygun bir teknoloji kullanılmasının halinde neticenin üretim açısından iyi sonuçlar verdiği tesbit edilmiştir. Metal tozu üretiminde su atomizasyonu metodu düzensiz şekilli tozların üretiminde en ucuz metotlardan biri olup paslanmaz çelik, kalay ve diğer tozların üretilmesinde büyük ölçüde kullanılmaktadır. Suyun en önemli mahzuru indirgeyici maddelerin mevcudiyetinde kolaycaeparalanması olup bu nedenle su ile atomize edilen tozların yüzey oksitlerinin yüksek olmasıdır. Yoğunlaştırma yöntemine ve bu tozların son uygulamasına bağlı olarak bu oksitler, sinterlemeyi zorlaştırabilir veya son ürünün mekanik özelliklerini düşürebilir. Bu nedenle oksit durumu çok önemli olan durumlarda soygaz veya yağ atomizasyonu gibi diğer yöntemlerle üretim yapılır [16, 40].

Su atomizasyonu, toz üretiminde yaygın olarak kullanılırken, birçok teknik yenilikler empirik olarak yapılmakta ve temel konularda çok az yayın bulunmaktadır. Gelişmeler, su atomizasyon sisteminin karmaşık olması, teorik incelemelere ve modelleme tekniklerine yatkın olmaması ve büyük ölçüdeki teknik gelişmeler yüksek maliyetli olmaktadır.

Su atomizasyonu ile düşük alaşımı tozlar büyük miktarda üretilmektedir ve bu üretim sırasında su atomizasyonunun kendine has problemleri vardır. Bu problemler:

1. Atomizasyon kapalı (odalarda) kaplarda yapıldığı durumlarda, suyun ayrışması sonucu hidrojen birikimi ve bunun gerektirdiği emniyet problemleri,
2. Uzun döküm süreleri ile ilgili problemler bunlar; aşırı ısıtmanın kontrolü, tandoğan nozulunun erozyonu veya tikanması, su jetleri civarında aşırı spreyleşmiş (çok inceltilmiş) tozların birikmesi.

Birinci maddedeki problemleri çözmek için bazı üreticiler aşırı yüzey oksitlerinin sonradan indirgenme maliyetinin yüksek olmasına rağmen kapalı olmayan yerde atomizasyon uygulamaktadırlar. İkinci maddedeki problemleri çözmek için ise; su akış debisi ve hızlarının yükseltilmesi yoluna gidilir. O zaman daha büyük çaplı tandoğan nozulu kullanılır ki böylece tikanma daha nadir olur. Küçük çaplı nozullarda sürtünme kayığı daha fazla olduğundan büyük çaplı nozullar kullanıldığında, akış küçük çaplıya nazaran daha hızlı olur. Nozullar için alümino silikatlar yerine zirkon kullanılır. Tandoğan nozulundan akan ergiyik metalin su jetleri spreyleşmesinden etkilenmemesi için, akan ergiyik metal su jetlerinin birleşme (tepe) noktasına yakın yere kadar boru içirisinden akıtlıdır. Kullanılan boru ile metal temas ettirilmez.

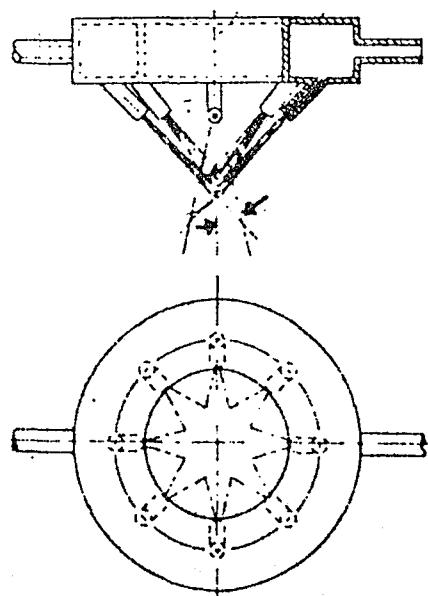
Su atomizasyonunda, yüksek alaşımı tozlar daha az oranda atomize edilerek üretilir ve aynı atomizörde birkaç farklı alaşım atomize edilebilir. Ana veya katkı alaşım elementlerindeki nisbeten küçük değişimler, üretilecek toz kalitesinde büyük değişimler yapabilir. Eğer toz kalitesi ile ilgili müşteri istekleri farklı ise atomizasyondan sonra tozun kalitesini düzeltmek mümkün değildir. Mesela toz elenir veya öğütülür. Fakat bugünkü rekabet ortamında pahalı işlemlerdir. Bu nedenle toz kalitesinin kimyasal bileşimlerden bağımsız olduğu yöntemlerin geliştirilmesi tercih edilir.

Atomizasyonda kullanılan suyun uzun süreli atomizasyon işleminde ısındığı muhakkaktır. Bu da sıvı metalin ani soğutulmasını bir miktar etkiler. Diğer yandan eğer çok yüksek basınçlı pompa kullanılırsa su dahada ısınacaktır. Bu ısınmaları azaltmak ve suyun erken kirlenmesini önlemek için su tankının büyük hacimde yapılması ve atomizasyon sonrası suyun geri dönüşünde metal tozlarından arınmış olması gereklidir. Bunun için pompa bağlantısı, su tankının tam dibinden yapılmaz. Ayrıca suyun filtre edilerek dönüşü temin edilmelidir. Eğer suyun aşırı ısınması söz konusu ise ön soğutma sistemleri de düşünülebilir. Hızlı katılaşma işleminde soğuma hızı elde edilen tozun iç yapısındaki dendrit kol mesafelerini etkiler.

Su Atomizasyonunda kullanılan pompa atomizörün en önemli ve pahalı elemanlarından bir tanesidir. Pompa basıncı direk tane büyülüğünü etkiler. Yüksek basınçta iletilen su, nozullardan sıvı metal üzerine gönderilir. Su atomisazyonuda kullanılacak pompa seçilen basınçta uygun olmalıdır. Pompa basıncı debiden daha etkilidir. Günümüzde yüksek basınç eldesi için pistonlu pompalar kullanıldığı gibi dişli ve paletli tip pompalarda kullanılabilir. Toz üretiminde çok yüksek basınç seçildiği zaman maliyet ve aşınma yönünden mahzur teşkil eder. Çok düşük basınçta da atomizasyon gerçekleştirilebilir ama kullanılabilen toz % si düşer yani iri taneli tozlar daha fazladır. İyi bir netice için kullanılacak pompa basıncı 3.5 MPa ile 21 MPa arasında tercih edilmelidir [19]. Ayrıca seçilen pompada aşırı debi değişmesi istenmez.

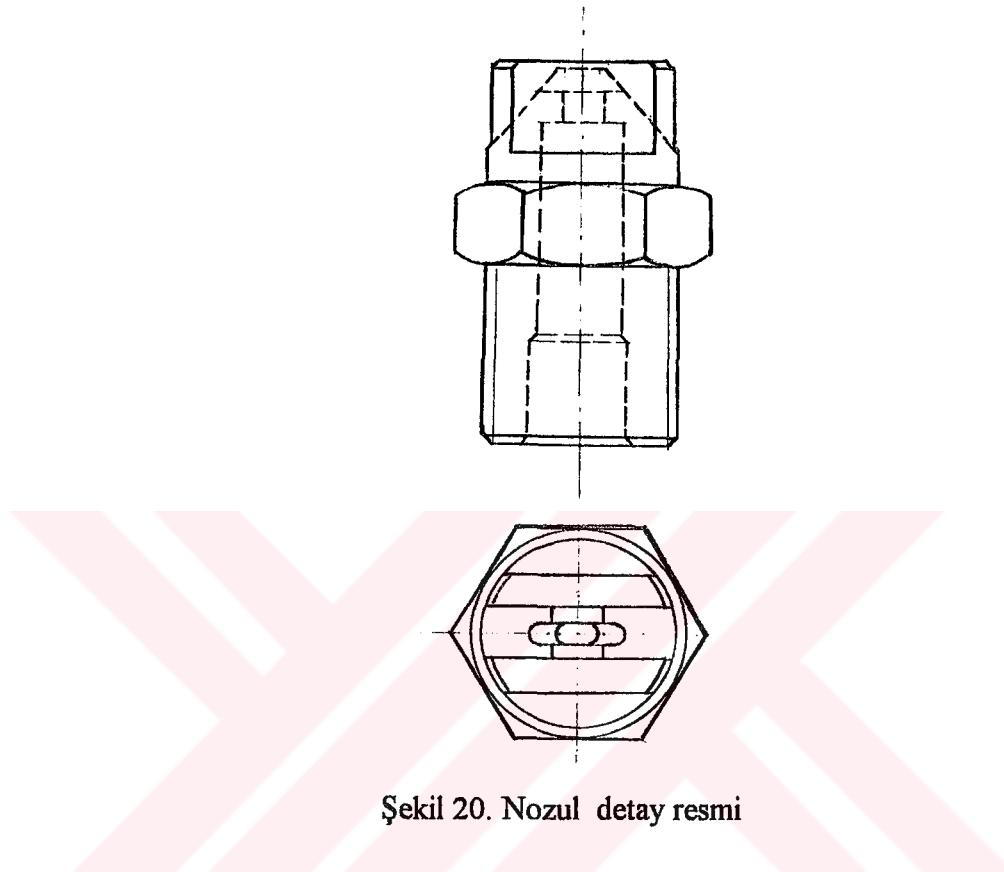
#### 1.4.4.5.4. Boru Donanımı ve Nozullar

Atomizasyon ünitesinde kullanılan su boruları yüksek basınçta dayanıklı ve sürtünme kayipları az olmalıdır. Bu bakımdan yüksek basınçta dayanıklı dikişsiz boru kullanılmalıdır. Borularda su, manifolda kadar basınçlı olarak gelir ve nozulu terk ederken basınç enerjisi nozulda hız enerjisine dönüşür. Su dağıtım şekli ile tandoş arasında bağıntı vardır. Su jetinin geometrisi sıvı metalin dağıtılmmasını etkiler. Nozullara su iletimi sağlayan dağıtım boruları (manifold) çok çeşitli yapılabılır. Manifolddların titreşimsiz ve dış etkilerden etkilenmemesi gereklidir. Genellikle manifolddalar tek parçalı, iki ve daha fazla nozullu olacak şekilde yapırlar [41]. Şekil 19'da sekiz nozullu, şekil 16'da sekiz nozullu manifold şekli verilmiştir.

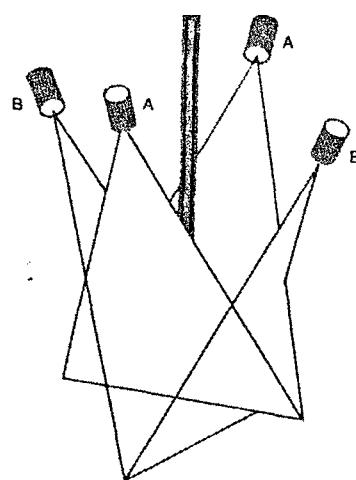


Şekil 19. Sekiz nozullu halka şeklinde manifold [27].

Atomizasyon işleminde nozullar suyun basıncı enerjisini hız enerjisine dönüştürerek tandışın dibindeki bir delikten akmakta olan sıvı metal üzerine, uygun bir açı altında yüksek hızda su püskürtmek için kullanılır ve standart olarak üretilmektedir (Şekil 20). Aşağıda Şekil 21' de dörtlü nozul sisteminin sıvı metale göre konumu görülmektedir.



Şekil 20. Nozul detay resmi



Şekil 21. Dörtlü nozul sistemi [42].

Nozullar üzerinde araştırmacılar tarafından çeşitli incelemeler yapılmış ve bir takım amprik formüller artaya koyulmuştur. Nozulu terk eden suyun hızı tane büyülüğünü direkt olarak etkiler. Yapılan araştırmalarda su jet hızının 50m/s ile 150 m/s arasında iyi neticeler verdiği anlaşılmıştır [40]. Kuhn ve Lawley tarafından nozullarda, su jet hızı ile basıncı arasındaki bağıntı aşağıdaki gibi verilmiştir [1].

$$V_s = C_n P^{1/2} = 1.30 P^{1/2} \quad (10)$$

Burada:

$V_s$ : Jet hızı (m/s) ,  $P$ : Su basıncı (kN/m<sup>2</sup>)

Teknik olarak  $C_n$  sabiti aslında  $\sqrt{2} = 1.41$  dir. Fakat bunun yaklaşık olarak %8 'i sürtünme kayipları olduğundan  $C_n$  katsayı 1.30 alınır. Sürtünme kayipları akışkanın cinsine göre değişmektedir. Su yerine yağ kullanıldığında artan viskoziteye göre sürtünme kayiplarının daha da artması beklenir.

Jet hızlarına ve her metale göre değişen, deneysel olarak bulunan, ortalama tane büyülüğu ise :

Jet açısı 30° (Tepe açısı:60°) olduğunda ,

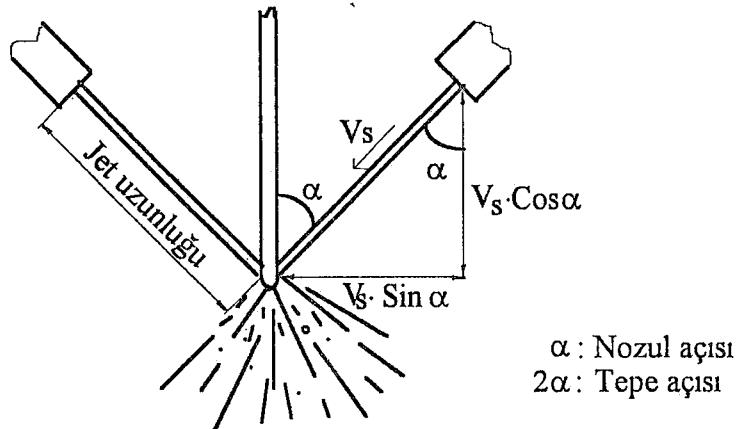
$$dm = \frac{A}{V_s} \text{ olarak bulunmuştur [1].} \quad (11)$$

A parametresi çeşitli metallere göre Tablo 5'de verilmiştir.

Tablo 5. Değişik metallere göre A parametresi [1].

Metal adı	A Parametresi
4620 Çelik.....	5500
304 Paslanmaz çelik.....	5000
Dökme demir.....	3700
Bakır.....	3800
Bi-Pb-Sn-Cd alaşımı.....	4600

Su jet hızı iki bileşene ayrıldığında bileşenlerden sıvı metale paralel olanı  $V_s \cdot \cos\alpha$  sıvı metale dik olanı ise  $V_s \cdot \sin\alpha$  şeklinde yazılır (Şekil 22).



Şekil 22. Su atomizasyonunda jet açısı

AISI 4620 çeliği için ortalama tane boyutu  $A=5500$  (nozul açısı= $30^\circ$ ) alındığında

$$dm = \frac{5500}{V_s} \quad \text{yazılarak ortalama tane boyutu bulunur} \quad (11)$$

Burada aynı jet hızında farklı metal ve alaşımının atomizasyonunda  $A$  parametresi büyükçe ortalama tane boyutu büyümektedir.  $A$  parametresi bize atomize edilebilirlik hakkında bilgi vermektedir. Ayrıca aynı metal için  $V_s$  sıvı jet hızının artırılması ile ortalama tane boyutu küçülmektedir. Jet hızının artırılması için atomizasyon basıncının artırılması gerekmektedir.

Su atomizasyonunda değişik nozul açılarıyla toz üretimi yapılmış, neticede nozul açıları büyükçe ortalama tane boyalarında küçülme olduğu tesbit edilmiştir [1, 8] (Tablo 7).

Dunkley tarafından yapılan su atomizasyonu çalışmalarında ortalama tane boyu aşağıdaki gibi verilmiştir. Yine yapılan bu çalışmada değişik metallere göre uygulanan atomizasyon basınçlarında elde edilen toz boyutu Şekil 23' de verilmiştir [43].

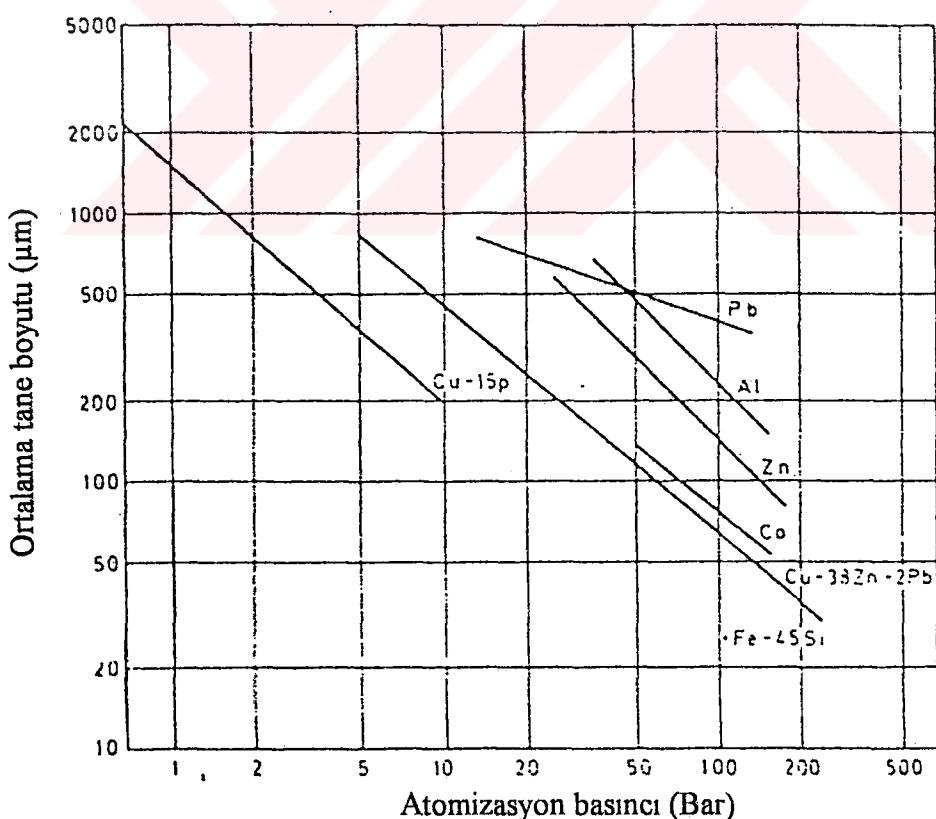
$$dm = K P^{-n} \quad (12)$$

$dm$ : ortalama tane boyutu ( $\mu m$ ),  $K$ : metalin cinsine göre değişen sabit sayı (Tablo 6),

$P$ : atomizasyon basıncı (Bar),  $n$ : sabit sayı (100 Bar için -0.9)

Tablo 6: Dunkley tarafından değişik metaller için verilen K değerleri [43].

<u>Metal</u>	<u>K</u>
Fe-45 % Si	1800
Bakır	3000
Demir	4000
60/40 Bronz	5000
Fe-13%Cr	5000
Kobalt	5000
Alaşımı Çelik	4000-6000
Ni-Cr-B-Si alaşımı	5000-8000
Nikel	7500
Çinko	12000
Alüminyum	14000



Şekil 23: Su atomizasyonu ile farklı metal tozu üretiminde basınçta göre tane boyutu değişimi [43].

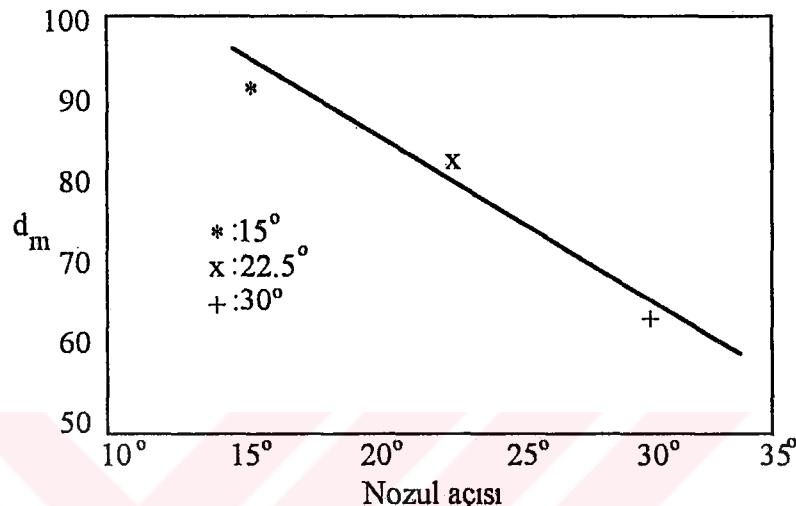
Gummeson tarafından iki nozullu atomizörde nozul açısı  $15^\circ$ ,  $22.5^\circ$  ve  $30^\circ$  alınarak denenmiş ve elde edilen netice Tablo 7' de verilmiştir

Tablo 7. AISI 4620 çeliğinin su ile atomizasyonunda değişik nozul açılarına göre toz üretimi [33].

Nozul açısı	$15^\circ$	$22.5^\circ$	$30^\circ$
Nozul sayısı	2	2	2
Jet hızı(m/s)	80	80	80
Basınç(MPa)	3.8	3.8	3.8
Debi(Kg/s)	0.91	0.91	0.91
Sıvı metal sıcaklığı( $^{\circ}$ C)	1630	1680	1730
Tandışdeki metal ağırlığı(Kg)	7.7	7.7	5.5
Sıvı metal akış zamanı(s)	34	34	22
Sıvı metal debisi(kg/s)	0.23	0.23	0.25
<u>Elek analizi</u>			
-60mesh(% ağırlığı)	76	84	94
-60 +100(250 $\mu$ m)	27.1	22.6	13.1
-100 +140(149 $\mu$ m)	19.8	18.7	14.8
-140 +200(105 $\mu$ m)	16.4	15.8	17.7
-200 +230(74 $\mu$ m)	4.4	4.2	5.0
-230 +325(63 $\mu$ m)	14.9	14.8	17.7
-325 (44 $\mu$ m)	18.4	23.9	31.6
<u>Tane büyüklüğü dağılımı(-60mesh )</u>			
Ortalama tane boyutu( $\mu$ m)	91	80	64
Görünür yoğunluk(-60mesh altı)	4.30	4.16	3.83

Bütün deneylerde su jeti için 2520 nolu standart nozul kullanılmıştır. Tandış nozul çapı 6 mm dir. Elek analizinde (-) elek altını (+) ise elek üstünü göstermektedir.

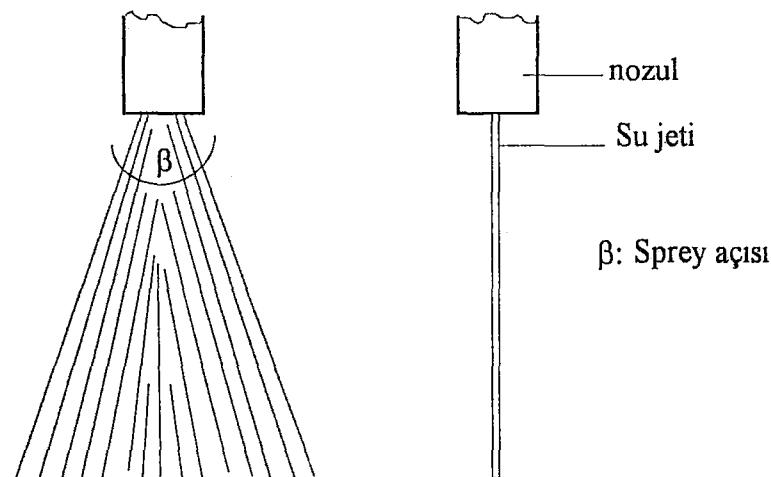
AISI 4620 çeliğinden su atomizasyonu ile toz üretiminde çeşitli nozul açılarının ortalama tane büyüklüğüne etkileri Şekil 24'de gösterilmiştir.



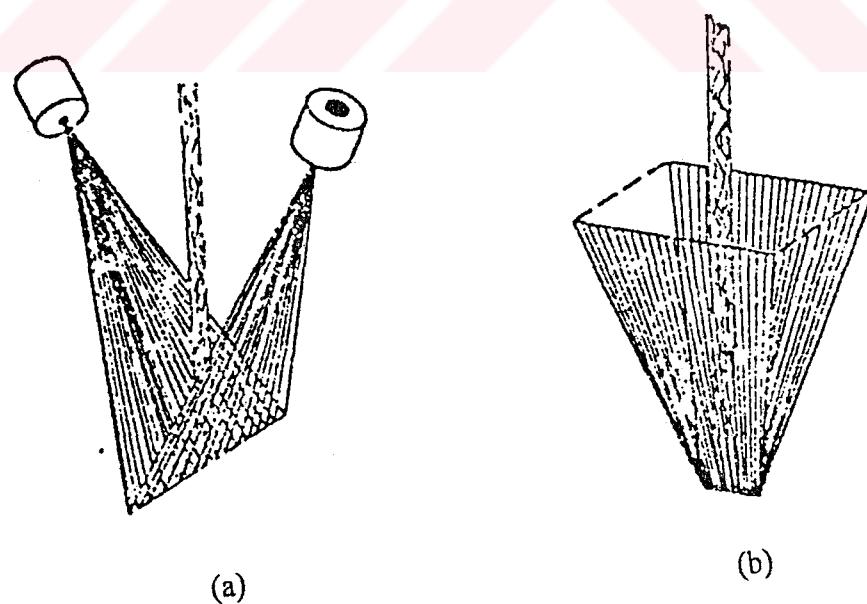
Şekil 24. Değişik nozul açılarının ortalama tane büyüklüğüne etkisi [33].  
(AISI 4620 Çelik, sıvı metal debisi 0.25 kg/s, sıvı metal sıcaklığı 1680°C, su jetinin debisi 0.91 lt/s, hızı 80 m/s ve basıncı 3.8 MPa)

Nozul açılarının değişmesinden görünür yoğunluk da etkilenir. Nozul açısı arttıkça görünür yoğunluk düşmektedir.

Su atomizasyonunda nozulu terk eden su çok yüksek hızda olduğundan nozul çabucak aşınır. Bu bakımdan sürekli çalışma durumlarında nozulu değiştirmek icap eder. Nozullar standarta bağlanarak numaralandırılmıştır. Örneğin, 2520 nolu nozul, 25° düz sprey açılı V-Jeti için kullanılır. İki nozullu atomizörde basınç 6.9MPa olduğunda nozul 1.26 kg/s lik debide su iletir. Nozulların standarta bağlanması basınca göre hız kontrolü sağladığından çalışmalara kolaylık getirmiştir. Nozullar aşınmaya mukavim paslanmaz çelikten iyibir yüzey kalitesine sahip olarak yapılır. Şekil 25'de atomizasyon jeti ön ve yan görünüşü verilmiştir. Su atomizasyon ünitesinde kullanılan jet geometrisi de çeşitli olabilir[44]. İki nozullu açık V-Jeti kullanıldığı gibi daha fazla nozul kullanılarak Şekil 26'da şematik olarak gösterilen kapalı jet geometrisi de kullanılabilir [27].



Şekil 25. Atomizasyonda su jeti ön ve yan görünüşü [1].



Şekil 26. Su atomizasyonunda kullanılan jet sistemleri [27].

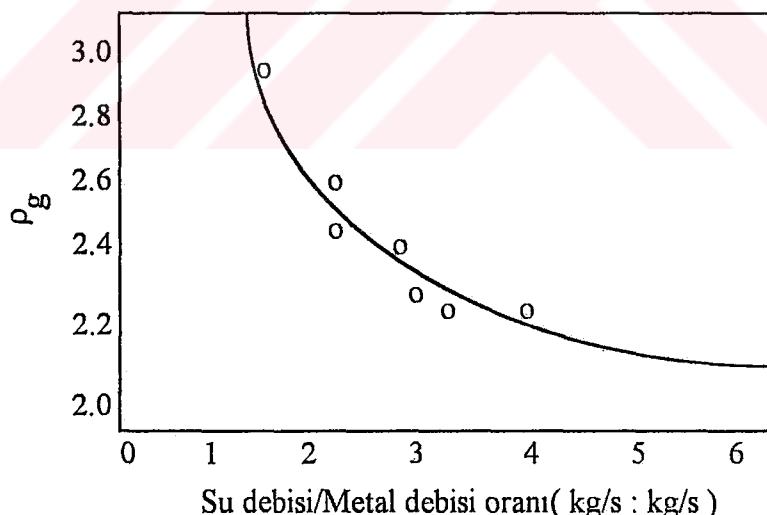
(a) Açık V-Jet      b) Kapalı

#### 1.4.4.5.5. Fırın ve Tandış

Atomizasyon ünitesinde sıvı metalin bulunduğu kaba veya potaya tandış denir. Genellikle silindirik olarak yapılır. Tandışın sıvı metal sıcaklığında deform olmaması ve sıvı metalle reaksiyona girmemesi gereklidir. Toz üretiminde kullanılacak metal :

1. Başka bir fırında ergitilerek bir pota ile tandışe doldurulabilir,
2. Tandış fırın içine yerleştirilerek, ergitme direkt olarak tandış içinde yapılabilir.

Tandış içinde ergitme, metalin sıcaklık değişimi, sabit sıcaklıkta sıvı metalin muhafazası, akış kontrolü ve emniyet açısından tercih edilir. Yüksek viskozite ve yüzey gerilimine sahip olan sıvı metalin tandış nozulundan akışı zordur. Tandış nozul çapı dar yapılrsa akış dahada zorlaşır. Buna rağmen geniş yapılrsa ortalama tane boyutunun ve görünür yoğunluğun büyüğü görülmüştür [1, 40, 45]. Şekil 27'de takım çeliğinin su ile atomizasyonunda, su debisi/metal debisi oranının görünür yoğunluğa etkisi gösterilmiştir.



Şekil 27. Takım çeliğinin su ile atomizasyonunda su debisi/metal debisi oranının görünür yoğunluğa etkisi [40].

## **1.5. T/M Yöntemi ile Üretilen Tozların Özellikleri**

Metal tozlarının birtakım özelliklerinin bilinmesi gereklidir. Tozların özellikleri ile yapılacak üretim arasında ilişki olmalıdır. Örneğin, kompaktlama, sinterlenebilme, sinter sırasında boyut değişimi, mukavemet, porozite miktarı gibi. Ayrıca üretim şekli ve üretim sonrası işlemler de tozların özelliklerini belirlemektedir. Bunun için aşağıda özellikler belirlenir. Bunlar:

- a. Kimyasal özellikler
- b. Fiziksel özellikler
- c. Metalografik özellikler
- d. Mekanik özellikler
- e. Elektriksel özellikler

### **1.5.1. Kimyasal Özellikler**

Kimyasal özellik denilince bileşim ve saflık anlaşılır. Tozlarda bulunabilen yabancı maddeler aşağıdadır,

1. Yabancı tanecikler
2. Metal taneciklerinin içindeki yabancı parçacıklar
3. Yüzey filmleri şeklindeki yabancı maddeler
4. Parçacıkların içinde metalle bileşik haldeki yabancı maddeler.

#### **1.5.1.1. Yabancı Tanecikler**

Bunların hemen hemen tamamı ham maddeden kaynaklanırlar. Örneğin, tozlar kimyasal indirgeme ile üretilmişlerse bazı oksit parçacıkları indirgemeden kalmış olabilir. Bu tanecikler tozun özelliklerini olduğu kadar üretilen parça özelliklerini de kötü yönde etkileyecektir. Üretim sonrası tozların mümkün olduğu kadar yabancı taneciklerden temizlenmesi gereklidir. Toz üretiminde üretimin şekli tozların safiyetini de etkilemektedir. Kimyasal metod olarak indirgeme ile metal oksitlerinden toz eldesinde kalıntı oksitlere ve karbon partiküllerine rastlanmasına rağmen diğer üretim metodlarında örneğin, gaz atomizasyonunda kalıntı veya yabancı tanecikler yok denilebilir.

#### **1.5.1.2. Metal Taneleri İçindeki Yabancı Parçacıklar**

Bu tip yabancı maddeler genellikle kimyasal indirgemeyle hazırlanmış tozlarda bulunur ve metolografik muayene ile görünürler. Yeteri kadar indirgenmemiş toz taneciklerinde oksit kalıntılarına rastlanabileceği gibi tane sınırlarında da oksit görülebilir. Tane içinde hapis kalmış oksitler genellikle çok dengelidir ve sinterleme sırasında da indirgenmeliri mümkün olmaz. Bu kalıntılar parça içinde bir dağınım oluşturarak mukavemet ve süneklik üzerinde olumsuz etkide bulunurlar.

#### **1.5.1.3. Yüzey Filmleri Şeklindeki Yabancı Maddeler**

Yüzey filmlerine örnek olarak oksitler gösterilebilir. Toz üretimi esnasında oluşabildiği gibi ayrıca atmosferle temas sonucu belli bir süre sonra tozlar oksit tabakasıyla kaplanabilirler. Üretim safhasından sonra oluşan oksitler üreticinin belirttiği kimyasal analiz raporunda da görünmez. Tozların preslenmesi sırasında Cr, Zr, Al, Mg, Pb, Sn gibi metallerin dengeli oksitlerinin kalıp ve zimba yüzeylerinde olumsuz etkileri gözlenmiştir. Dokunma yüzeylerinde bu oksitler kırılarak parçacıkların birbirine yapışmasını sağlasa da daha sonraki ısıl işlemlerde ortadan kalklamaları mümkün olmaz ve kirlenmiş tane sınırları oluşturarak sağlam bir kristal yapının ortaya çıkmasını engeller. Genellikle su atomizasyonu yöntemi ile elde edilen tozların dış yüzeylerinde daha kalın oksit filmi oluştuğu görülmüştür. Oksitleyici ortamdan uzak inert ortamda toz üretimi ile oksit filmi azaltılabilir.

#### **1.5.1.4. Taneler İçinde Metalle Bileşik Haldeki Yabancı Maddeler**

Demirdeki Mn, Kurşundaki Cu veya nikeldeki Co gibi metal asılı veya demirdeki C, S, P gibi metal dışı olabilirler. İlk belirtilenler fazla zararlı olmasada ikinci belirtilenler belirli bir miktarın üzerine çıktıığı takdirde özellikleri olumsuz yönde etkiler. Bu bakımdan metal tozlarının belirli miktara kadar özellikleri kötü yönde etkilememesi için yabancı maddelerden arındırılmış olması istenir.

### 1.5.1.5. Kimyasal Özelliklerin Kalite Kontrolü

Standart kimyasal analiz yöntemleri metal tozlarına da uygulanabilir. Oksijen miktarının tayini 5 g kurutulmuş toz numunenin 30 - 60 dakika süre ile hidrojen gazı altında 550 - 1150 °C sıcaklıkta indirgenerek tartılması ile yapılır [46].

$$\% \text{O}_2 = \frac{w_i - w_s}{w_i} \times 100 \quad (13)$$

wi: İlk ağırlık (g), ws: Son ağırlık (g)

Bu değer  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{BeO}$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$  gibi dengeli oksitleri içermez. Çünkü deney şartları altında bu gibi oksitler indirgenmezler. Bu tür oksitlerin tayini için başka deney yapılır. Asitte çözünmeyen maddelerin (silikatler, karbürler,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , killer veya diğer refrakter oksitler, demirin hammaddesinden kaynaklanan bazı demir oksitler) 5g numune alınır uygun bir asit içinde kaynatılır. Çözünmeyen maddeler filtre edilir ve kağıt filtre muflalı bir fırında 980 °C de yakılır.

$$\% \text{ asitte çözünmeyen madde} = \frac{w_s}{w_i} \times 100 \quad (14)$$

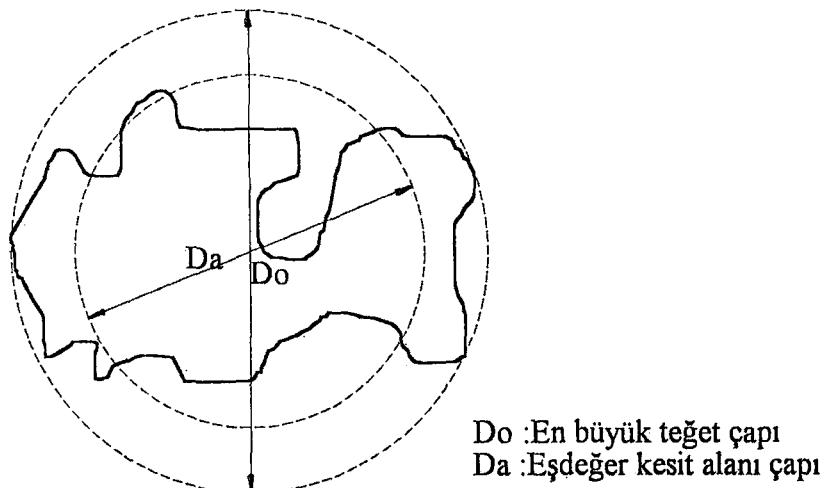
ws :Son ağırlık(g), wi: İlk ağırlık(g)

Bulunan bu değerler yağ cinsi maddeleri içermez  $\text{HCl}$  kullanıldığında  $\text{MnO}$ ,  $\text{MnO}_2$  ve bazı vanadyum oksitler bu asitte çözündüklerinden bulunan değerlere dahil değildirler. Karbürler de nitrik asitte çözünürler.

### 1.5.2. Fiziksel Özellikler

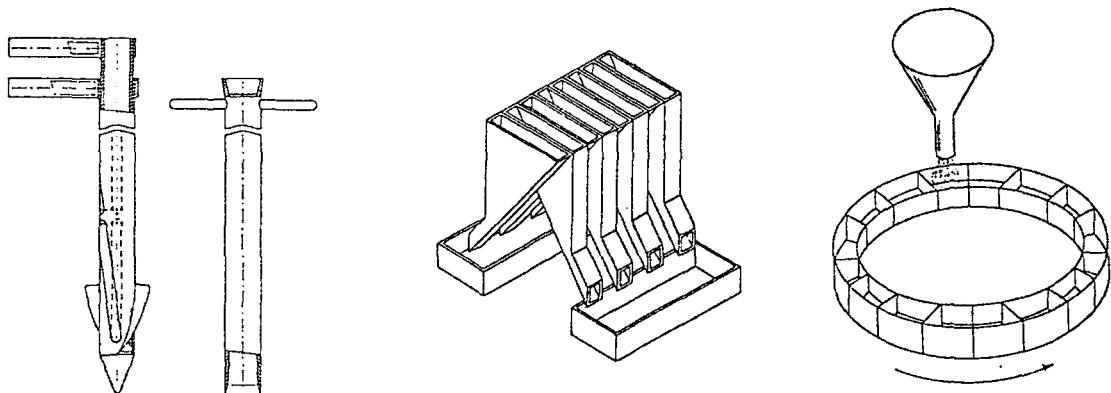
#### 1.5.2.1. Tane Boyutu

Tane boyutu ölçümünde bilinen bazı metodlar kullanılrak ölçüm yapılabılır. Düzensiz bir yapıya sahip olan tane boyunun boyutlandırılması ortalama olarak yapılır. Çok karmaşık şekilli tozlarda ortalama çap aşağıdaki şekildeki gibi alınabilir (Şekil 28).



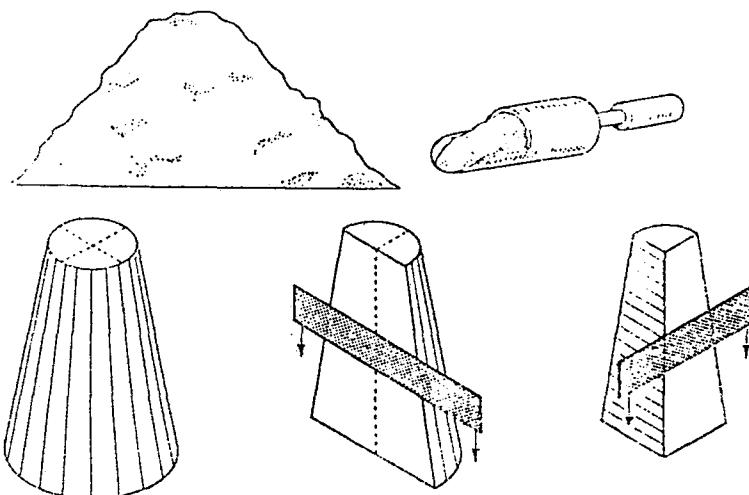
Şekil 28. Düzensiz şekilli parçacıkta parçacık çapının, iki farklı yöntemle belirlenmesi [16].

Tozlar üzerinde test yapılırken ana kütleyi temsil edecek şekilde numune almak gereklidir. Aksi takdirde yapılan testler gerçek değerleri vermez. Bunun için numunelerin alınmasında ASTM standart B215 MPIF'in büyülük dağılımı standartı kullanılarak veya ISO 3954'e göre yapılır [47, 48]. Toz numunelerin alınmasında, eğer numune karıştırıcıdan alınıyorsa, karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra toz kaplara doldurulurken belirli aralıklarla numune alınır. Eğer paketlenmiş tozdan numune alınacaksa özel boru tipi numune alıcılar kullanılır. Numune alındıktan sonra istenilen miktarda numune ayırmak için de değişik numune bölgüleri kullanılır. Numune bölme şékline göre kanallı, döner, koni, tablalı tip bölgüleri vardır (Şekil 29).



Şekil 29. Çeşitli numune bölgüleri [47, 48].

Numune hazırlamada en basit yöntem koni dörtleme yöntemidir. Bu yöntemle toz düz bir cam üzerine koni şeklinde yiğildikten sonra ince bir metal bıçakla dörde bölünür ve karşılıklı çerek kısımlar alınarak aynı yöntemle istenilen miktara inilinceye kadar bölmeye devam edilir (Şekil 30).



Şekil 30. Dörtleme yöntemi ile numune hazırlama [49].

Parçacığın şeklini bilmeden toz parçacık boyutu konusunda bir fikir sahibi olmak mümkün olmamaktadır. parçacıkların çok küçük, birçok durumda da şekillerinin gelişigüzel olması itibarıyla bunları bir büyülüklük parametresi ile karakterize etmek son derece güçtür. Bir toz kütlesinde muhtelif büyülüklülerde partiküller vardır. Bunun neticesi olarak bir parçacık kütlesinin doğrudan karakteristiklerini ölçerken MPIF'in büyülüklük dağılımı kullanılır. Büyüülüklük dağılımı elek numarasına göre veya mikronlara göre sınıflandırılan toz kütlesinin her bir sınıfının ağırlık, sayı veya hacim olarak yüzdesi şeklinde tanımlanır. Metal tozlarının büyülüklük dağılımı ve büyülüklüklerini belirlemenin en yaygın yolu tozların standart eleklerde elenmesidir. Standart bir elek normu ASTM, B214'de ifade edilmiştir. Ortalama tane boyu toz taneciğinin elek veya diğer metodlarla tayin edilen kritik doğrusal boyutudur. Elde edilen tozlar çeşitli boyutlardaki parçacıklardan oluşurlar. Dolayısıyla ortalama tane boyu dağılımından bahsetmek daha gerçekçi olacaktır. Ortalama tane boyutu ve standart sapma elek analizleri sonucuna göre hesaplanabilir. Ortalama tane boyutunun hesaplanması için çeşitli yöntemlerde mevcuttur. Verilen bir çapta( $d\emptyset$ ) mevcut olan tane miktarı  $n$  ise;

$$\text{Aritmetik ortalama} \quad dm = \sum n \cdot d\emptyset / \sum n \quad (15)$$

$$\text{Geometrik ortalama} \quad logdg = \sum n \cdot logd\emptyset / \sum n \quad (16)$$

$$\text{Yüzey ortalama} \quad dy = (\sum n \cdot d\emptyset^2 / \sum n)^{1/2} \quad (17)$$

$$\text{Hacim ortalama} \quad dh = (\sum n \cdot d\emptyset^3 / \sum n)^{1/3} \quad (18)$$

$$\text{Lineer ortalama} \quad dl = \sum n \cdot d\emptyset / \sum n \cdot d\emptyset \quad (19)$$

$$\text{Ağırlıklı ortalama} \quad da = \sum n \cdot d\emptyset^4 / \sum n \cdot d\emptyset^3 \quad (20)$$

Dağılım eğrileri teorik olarak, normal simetrik veya asimetrik olarak sınıflandırılırsa da其实 çok dağılımlı, geniş aralıktır, düz dağılımlı veya gelişigüzel dağılımlı olabilirler.

Tozların standart sapması normal standart sapma formülü ile bulunabildiği gibi aşağıdaki formülle de bulunabilir [1, 47]. Parçacık boyutu ölçüm metodları ise Tablo 8'de verilmiştir.

$$\sigma = \frac{\% 84.13}{\% 50} = \frac{\% 50}{\% 15.87} \quad (21)$$

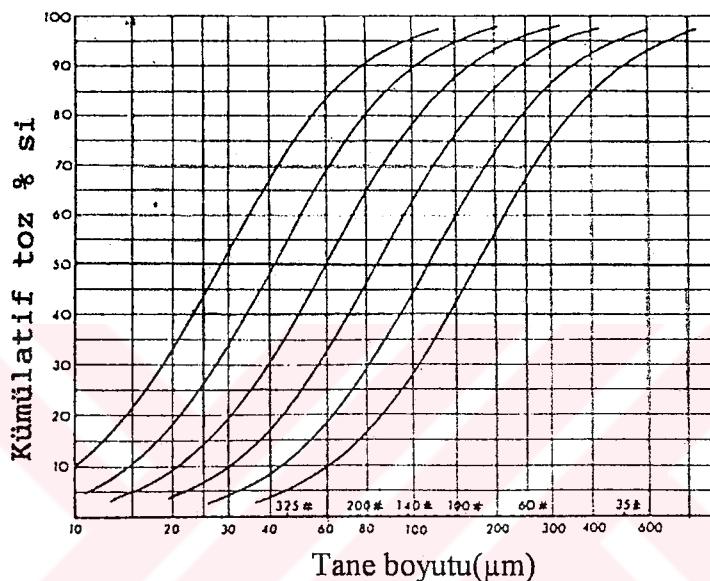
$\sigma$  = Standart sapma

Yukardaki formülde standart sapma( $\sigma$ ), % kümülatif ağırlıklara (84.13, 50, 15.87) tekabül eden tane boyutları oranları alınarak bulunur.

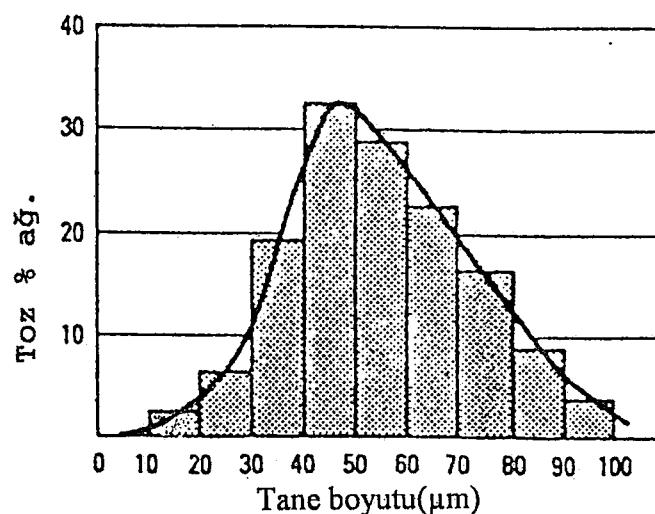
Tablo 8: Parçacık boyutu ölçüm metodları [16].

Sınıf	Metod	Ortalama boyut aralığı ( $\mu\text{m}$ )
Elek	Normal	>38
	Mikro	>5
Mikroskop	Optik	0.5-100
	Elektron	0.001-50
Sedimentasyon	Yer çekimiyle	1- 50
	Santrifüjle	0.02-30
Türbidimetre	Işık şiddeti ölçümü	0.1-200
Elütriasyon	Sediment. tersi	1-100
Elektrolitik Direnç	Coulter Sayacı	0.4-400
Geçirgenlik	Fisher	0.2-50
Yüzey alanı	Gaz adsorbsiyonu	0.01-20
X-Işını kırınımı	Dar açı (saçılma)	<0.05
	Geniş açı (genişleme)	<0.2

Bu metodların büyük çoğunluğunda parçacıkların küresel olduğu varsayılmaktadır. Parçacıklar küresellikten uzaklaşıkça metodların verdiği sonuçlar farklılaşacaktır. Yapılan deneysel çalışmalarla parçacık boyu ölçümü için standart elek kullanılmıştır. Ortalama tane boyutu için, elek analizi yapılan tozların kümülatif eğrileri çizilerek medyanı bulunur(Şekil 31). Ayrıca üretilen tozlarda iri veya ince tozların oranının belirlenmesi için tane boyutlarına göre, toz dağılımı (histogram) grafiklerinden yararlanılır(Şekil 32).



Şekil 31. Tane boyutu dağılımı kümülatif eğrisi

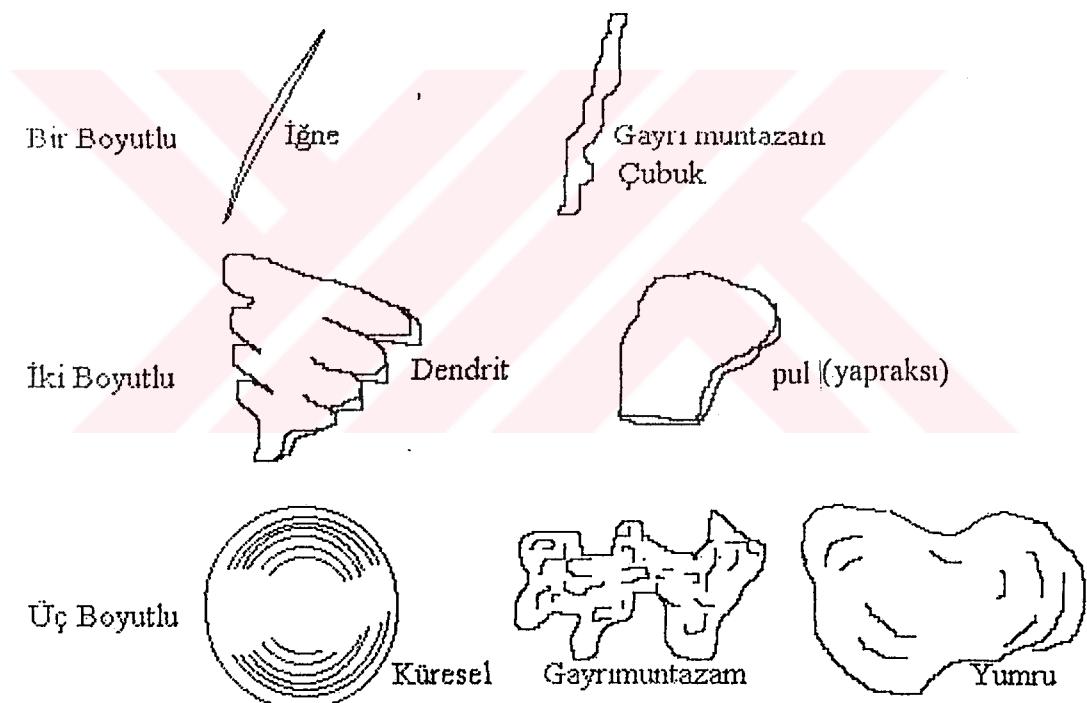


Şekil 32. Tane boyutuna göre toz % ağ. dağılımı(histogram)

### 1.5.2.2. Parçacık Şekli

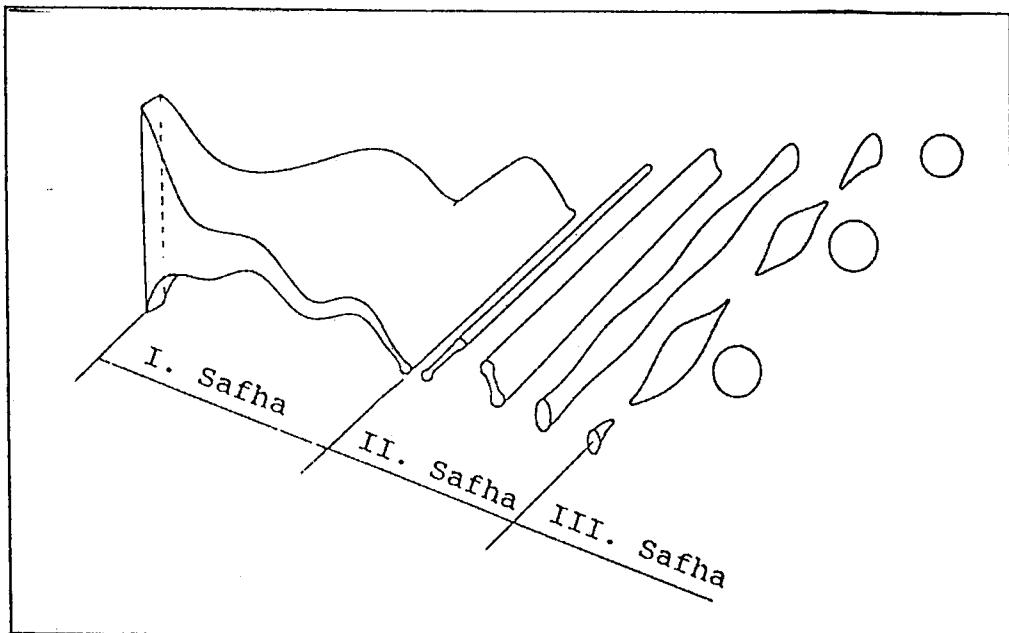
Toz parçacıklarının boyları hakkında konuşmak için şeklini bilmek gereklidir. Parçacık boyu ve şekli çok yakından ilgili iki faktördür. Toz şeklinin oluşmasında soğutma hızı, yüzey gerilimi gibi parametreler etkili olmaktadır [16, 50, 51, 52, 53]. Parçacıkların şekli;

- Tek boyutlu (iğne ve düzgün olmayan çubuk).
- İki boyutlu (dendritik, pul veya yapraklı).
- Üç boyutlu (küresel, yumru, düzgün olmayan köşeli ve gözenekli) olarak sınıflanabilir. Toz parçacık şekline örnekler Şekil 33'de gösterilmiştir.



Şekil 33. Toz parçacık şekilleri

Gerçek tozlar incelendiğinde parçacık şekillerinin homojen olmadığı görülür. Atomize Al, Sn gibi demir dışı tozlar ve paslanmaz çelik gibi demirli alaşımalar, parçacık boyu azaldıkça daha yuvarlak parçacıklar meydana getirme eğilimindedirler. Atomizasyon metodu ile elde edilen tozlarda bu durum Şekil 34' de gösterilmiştir.



Şekil 34. Atomizasyonda sıvı metal tabakasının bölünme mekanizması [27].

#### 1.5.2.3. Parçacık Şekillerinin Tozların Özelliklerine Etkileri

Parçacık şekli tozların şu özelliklerinide etkiler;

- AKİŞ: Küresel tozlar kolay akarken pul şeklindeki tozlar kötü akış özelliği gösterirler. Düzungün olmayan şekilli bazı tozlar ise hiç akmaz.
- GÖRÜNÜR YOĞUNLUK: Tozlar düzgün küresel şeklinde ise görünür yoğunluk yüksek, gayrı muntazam ve pul şeklinde olanlarda ise düşüktür.
- KOMPAKTLANABILIRLIK: Tozların preslenmesinde tanelerin birbirini tutma özelliği gayrimuntazam tozlarda iyi, düzgün şekilli tozlarda ise iyi değildir.
- HAM MUKAVEMET: Düzgün küresel tozlarda düşük, düzgün şekli olmayan tozlarda ise kolayca kenetlendiği için yüksek ham mukavemet gösterirler.
- SİTERLENEBİLİRLİK: Düzgün olmayan şekilli toz tanecikleri arasında daha fazla bağlantı meydana geldiğinden difüzyon hızlı olur.
- GEÇİRGENLİK: Aynı miktarda gözenek içeren düzgün olmayan parçacıkların sağladığı geçirgenlik düzgün parçacıklara nazaran daha azdır. Bu yağ tutma ve filtre etme işlemlerini kolaylaştırır.
- SİKİŞTİRABİLİRLİK: Basınç altında tozarın sıkışma ve yoğunlaşma kabiliyetine denir. Düzgün olmayan şekilli tozlar zor sıkıştırılır. Düzgün şekilli tozlar, daha kolay sıkıştırılabilir.

#### 1.5.2.4. Birim Yüzey Alanı

Birim toz kütlesine isabet eden toz yüzey alanıdır. En yüksek yüzey alanı olan tozlar kimyasal yollarla elde edilenlerdir. Yüzey pürüzlülüği birim yüzey alanını doğrudan etkiler. Tablo 9'da değişik üretim metodlarına göre tozlarda yüzey alanı verilmiştir. Parçacıkların yüzey durumu tozların akış, sıkıştırılabilme, sinterlenemilme ve oksitlenme durumunu etkiler. Sinterlenebilmede Yüzey/Hacim oranı önemlidir. Bu oran arttıkça sinterlenebilme daha iyi olur. Parça şekli düzensizlikçe ortalama tane boyuna göre yüzey alanında o kadar artar. Toz çapı küresel kabul edilen düzensiz şekilli tozlarda yüzey alanı, ortalama çapa göre hesap edilmez. Gerçek yüzey alanı düzensiz şekilli tozlarda fazla çıkar.

Düzgün kürede çap:

kesit alanı cinsinden:

$$D = (4A/\pi)^{1/2} \quad (22)$$

$$A = \pi D^2/4 \quad (A: \text{küre kesit alanı})$$

hacim cinsinden:

$$D = (6V/\pi)^{1/3} \quad (23)$$

$V$ : küre hacmi

yüzey alanı cinsinden

$$D = (S/\pi)^{1/2} \quad (S: \text{küre yüzey alanı}) \quad (24)$$

$S$ :küre yüzey alanı

Küre çapına karşılık aynı çaplı kabul edilen düzensiz(gayrimuntazam) tozlar karşılaştırıldığında yaklaşık dört misli yüzey alanına sahiptir [16].

Tablo 9. Değişik metodlarla üretilen tozlarda özgül yüzey alanları [50].

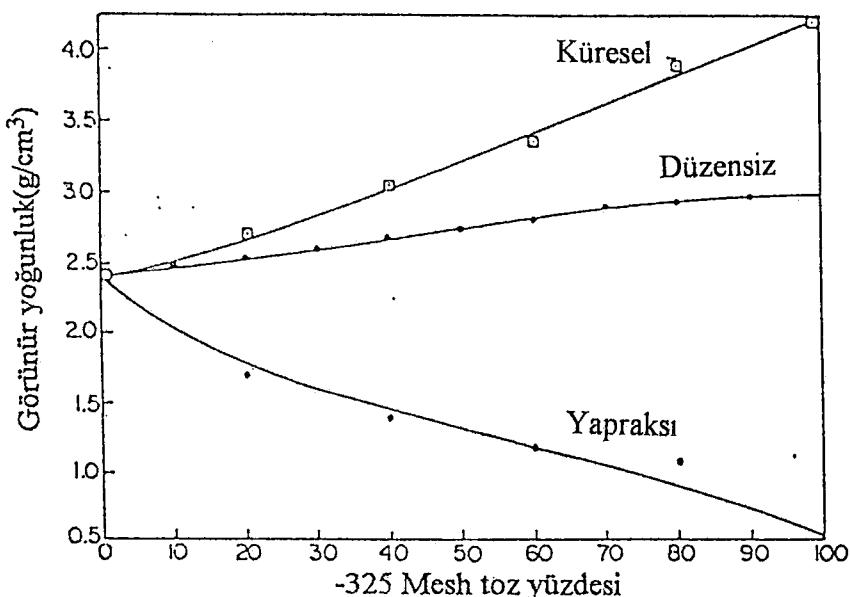
Toz	Özgül yüzey alanı( $\text{cm}^2/\text{g}$ )
<b>Redüklendiş Fe</b>	
küçük boyutlu(% 79, -325mesh)	5160
Normal karışım	1500
Kaba toz(%1, -325 Mesh)	516
Sünger Fe (normal karışım)	800
Atomize Fe (" " )	525
Elektrolitik Fe (" " )	400
Redüklendiş Tungsten(0.6mikron)	5000

### 1.5.2.5. Görünür Yoğunluk ve Vurgu Yoğunluğu

Görünür yoğunluk birim hacimdeki gevşek tozun ağırlığıdır. Malzemenin teorik yoğunluğunun %20-50'si kadardır. Malzemenin teorik yoğunluğu, parçacık boyu, şekli, yüzey alanı ve parçacıkların düzeni gibi faktörlere bağlıdır [54, 55,]. Aynı üretim metodunda dahi toz büyüklüğü değişikçe görünürlükta değişir (Şekil 35). Görünür yoğunluk tozların düzensizliği için önemli bir teknolojik parametre ise de, atomizasyon şartları ve tane dağılımı ile de alakalıdır [56]. Tablo10'da ticari metal tozlarının görünürlükleri verilmiştir.

Tablo 10. Ticari metal tozları görünürlükleri [2].

Metal	Teorik yoğunluk(g/cm <sup>3</sup> )	Görünür yoğunluk(g/cm <sup>3</sup> )
Alüminyum	2.70	0.7 - 1
Antimon	6.68	2-2.5
Kadmium	8.65	3
Krom	7.1	2.5-3.5
Kobalt	8.9	1.5-3
Bakır	8.93	0.7-4
Kurşun	11.3	4-6
Magnezyum	1.74	0.3-0.7
Molibden	10.2	3 - 6.5
Nikel	8.9	2.5-3.5
Gümüş	10.50	1.2-1.7
Kalay	5.75	1-3
Tungsten	19.3	5-10
Çinko	7.14	2.5-3
Demir ve çelik	7.85	1-4

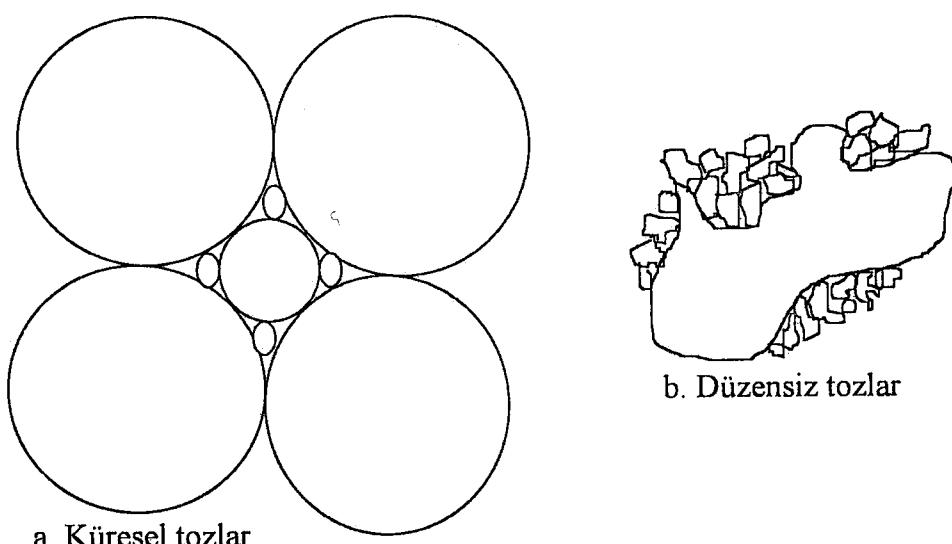


Şekil 35. 316 Paslanmaz çeliğin değişik metodlardaki toz üretiminde tane boyuna göre görünür yoğunluk değişimi[50].

Görünür yoğunluk Hall akış aparatı ile ölçülür. Aparatın standart bir yükseklikteki ( $1'' = 25.4$  mm) hunisinden  $25 \text{ cm}^3$  hacmindeki kabına tozların akması sağlanır ve bu hacim dolunca toz ağırlığı ölçülecek yoğunluk bulunur. Dolgulama faktörü;

$$\text{DF} = 1 - \text{Gözenek oranı} \quad (25)$$

olarak tanımlanır ve parçacık şekli, düzeni, boyut dağılımı gibi faktörlerden etkilenir. DF 1'e yaklaştıkça görünür yoğunluk da teorik yoğunluğa yaklaşır. Görünür yoğunluğun artması için teorik yoğunluğu artırmak, yüzey/hacim oranını ve yüzey fazlalığını azaltmak ve dolgulama faktörünü (DF) artırmak gerekebilir. DF'nün artırılması için etkili bir yol iri parçacıkların arasını ince parçacıklarla doldurmaktır [55]. Bu durum küresel ve düzensiz şekilli toz için Şekil 36'da görülmektedir.

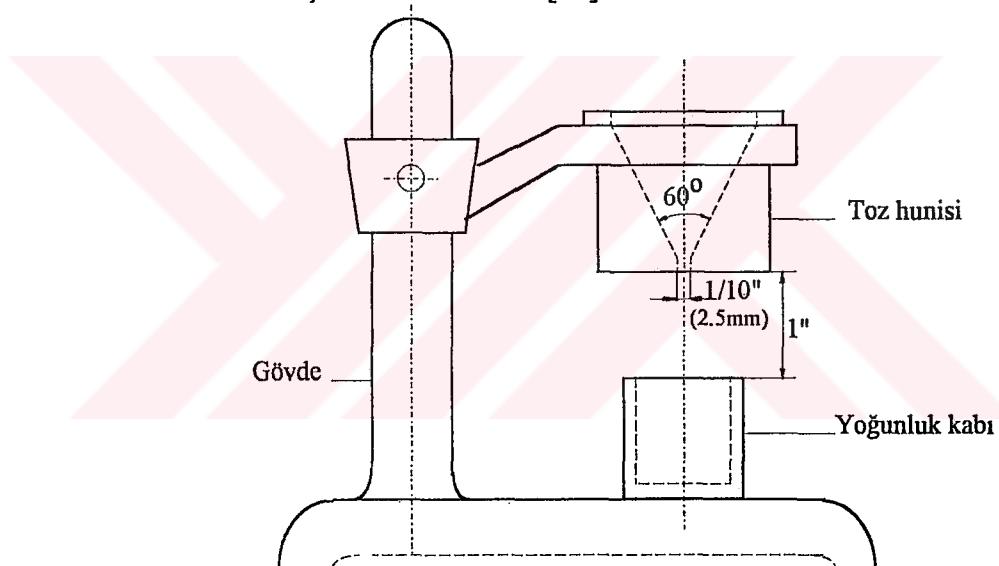


Şekil 36. Dolgulama faktörünün artırılması [55].

Vurgu yoğunluğunu bulmak için bir miktar toz, dereceli bir kaba konur, kabin titreştilmesiyle tozun en son haddine kadar yerleşmesi sağlanır ve toz kütlesi okunan hacime bölünür. Üretim sırasında tozlar genellikle titreşim ve vurguya maruz kaldığı için vurgu yoğunluğu önem taşır. Vurgu ve görünür yoğunluk arasında belirli bir bağıntı vardır. Yüksek görünür yoğunlukta tozların sıkıştırılma işlemi sırasında daha kısa pres strokları ve daha küçük kalıp hacmi gerekeceğinden kalıp ve zımbalarda aşınma en alt düzeye inecektir.

#### 1.5.2.6. Akış Hızı

Seri üretim sırasında tozların kaplardan kalıplara ve kalıp içinde akması söz konusudur. Bu nedenle hızlı bir üretim için akış hızı önem taşır. Hall akış aparatına 50 g toz (100 °C de 1 saat kurutulduktan sonra) konur ve akış süresi ölçülür (Şekil.37). Kütlenin zamana bölümü akış hızını verecektir [57].



Şekil 37. Hall akış deney düzeneği [57].

$$\log t = \log(WSR/A\kappa C) - \log(\rho_g/\rho_t) \quad (26)$$

eşitliğinde:

$t$  : Akış zamanı, s

$\kappa$  : Oran sabiti

$A$  : Tozların aktığı deliğin kesit alanı, cm<sup>2</sup>

$W$ : Toz kütlesi, g

$C$  : Delik şekil ve boyutuna bağlı bir sabit

$S$ : Birim yüzey alanı, cm<sup>2</sup>/g

$\rho_g$  : Görünür yoğunluk, g/cm<sup>3</sup>

$R$  : Yüzey pürüzlülük faktörü

$\rho_t$  : Teorik yoğunluk, g/cm<sup>3</sup>

Yukarıdaki eşitlikten de anlaşıldığı gibi akış zamanı, görünür ve teorik yoğunluk oranı ile ters orantılıdır. Yani kısa bir akış süresi için yüksek görünürlük yoğunluk gerekmektedir.

### 1.5.2.7. Sıkıştırılabilirlik

Basınç altında tozların sıkışma ve yoğunlaşma kabiliyetine denir. Şu parametre ile tanımlanır.

$$\text{Yoğunlaşma parametresi} = \frac{\text{Ham yoğ.}(\rho_h) - \text{Görünür yoğ.}(\rho_g)}{\text{Teorik yoğ.}(\rho_t) - \text{Görünür yoğ.}(\rho_g)} \quad (27)$$

Burada ham yoğunluk tozların preslenmesinden sonraki, sinterden önceki yoğunluktur. Yukardaki parametre tozun yoğunlaşma oranını verir ve görünür yoğunlukla artar. Ham yoğunluk, teorik yoğunluğa yaklaşığı zaman 1, ham yoğunluk görünür yoğunluğa yaklaşığı zaman 0 olur. Sıkıştırma oranı gevşek toz hacminin ( $V_g$ ), sıkışmış toz hacmine ( $V_h$ ) oranıdır ve genellikle 3:1 ile 2:1 arasında değişir. Tozlarda sıkıştırılabilirlik tozun şekline direkt olarak bağlıdır. Gaz atomizasyonu ile elde edilen tozların şekli küresel olduğundan sıkıştırılabilirlik az, Su atomizasyonu ile elde edilen tozların şekli gayrı muntazam olduğundan sıkıştırılabilirlik fazladır. Yağ atomizasyonu ile elde edilen tozların şekli ise gayrimuntazam ve bir miktarda küresel yapı oluşturduklarından sıkıştırılabilirlik gaz atomizasyonu ile elde edilen tozlardan daha iyidir.

$$\text{Sıkıştırma Oranı} = \frac{V_g}{V_h} \quad (28)$$

Düşük sıkıştırma oranları, sıçkalıp boşlukları gerektireceğinden takımların kırılma ve aşınmasını azaltacak, kısa strok ve daha hızlı dolgu sağlayacaktır.

### 1.5.2.8. Yanıcılık ve Zehirlilik

Tozların bu özellikleri sağlık açısından ciddi bir problem teşkil eder. Çünkü tozlar hava ile karışarak asılı kalma eğilimi mevcuttur. Yanıcılık metal tozlarının yüksek yüzey/hacim oranından dolayı ani oksitlenme özelliğidir. Tozların kimyasal aktifliği, yüzey pürüzlülüğü ve gözenek miktarı ile doğrudan artar. Birçok toz çeşidi oda sıcaklığında, bazıları da daha yüksek sıcaklıklarda ateşlenir (oksijenle birleşir). 50 mikronun altındaki parçacıklar zararlıdır, 1 mikronun altındakiler özellikle tehlikelidir. Tozların zehirleyici özelliği ise insan vucuduna solunum ve sindirim yoluyla girerek kalmaları ve birikmeleri sonucunda olmaktadır [58]. Plutonium gibi metal tozları insan vücutunda uzun vadede zehirlenme yapar. Bunun için metal tozlarının havadaki yoğunluğu müsade edilen değerlerin altında tutulmalı, gereken hallerde kapalı emniyet kutuları içinde çalışılmalı, havalandırma ve temizleme sistemleri kullanılmalıdır.

### 1.5.3. Metalografik Özellikler

#### 1.5.3.1. Hızlı Katilaştırma

Toz üretiminde soğutma hızı atomizasyon yöntemi, toz tane boyutu ve tane şekline bağlı olarak değişmektedir. Hızlı katilaştırma için minimum soğutma hızının  $10^2$  K/s olması gereklidir [38]. Aluminyum alaşımındaki mekanik özelliklerde iyileşmeyi sağlayan mikrokristalin yapıya ulaşmak için soğutma hızının  $10^2 - 10^6$  K/s olması gereklidir. Hızlı katilaşmanın en önemli avantajları şunlardır [42].

- a. Metalografik tane boyutunun küçültülmesi
- b. Karbon halde çözünürlüğün artırılması
- c. İç yapıdaki metallerarası bileşik fazı parçacıklarının küçültülmesi
- d. Makro ve mikro segregasyonun azaltılması hatta bazı alaşımlarda tamamen önlenmesi
- e. Bazı metastabil (yarı kararlı) fazların oluşumu. Bu fazlar daha sonra uygulanan ısıtma sırasında diğer yarı kararlı veya kararlı faza dönüşürler. Bunun için genellikle  $10^4$  K/s nin üzerinde soğutma hızı gereklidir.
- f. Camsı alaşımının oluşumu; camsı durumun korunması için  $10^5$  K/s nin üzerinde soğutma hızı gerektiği birçok araştırmacı tarafından gözlenmiştir. Camsı durumda segregasyon sıfırdır. Çünkü atom düzeneşinde çok az değişim ile birlikte sıvı durum oda sıcaklığında muhafaza edilmektedir.

Değişik şartlarda yaklaşık katilaşma hızları aşağıda verilmiştir [42].

1. İngotlar ve büyük boyutlu dökümler  $10^{-3} - 100$  K/s
2. Gaz atomizasyonu (Subsonik)  $10^0 - 10^2$  K/s
3. Gaz atomizasyonu (Ultrasonik)  $10^3 - 10^5$  K/s
4. Su ve buhar atomizasyonu  $10^2 - 10^4$  K/s
5. Metalik alt yüzeye püskürme ( $20 \mu\text{m}$  üzerinde)  $10^4 - 10^6$  K/s
6. Soğutulmuş metalik alt yüzeye çarptırma ( $10\mu\text{m}$  veya mikron altı kalınlıkta)  $10^6 - 10^{10}$  K/s.

Hızlı katilaştırma ile normal döküm yöntemine göre çok ince taneli iç yapı elde etmek mümkündür [59]. Atomize tozlar kullanılarak yapılan ekstrüzyonda, dökümden üretilen ekstrüsyon ürünlerine göre daha da ince taneli yapı elde edilmiştir. Çünkü soğutulmuş tozlarda ince dağıtılmış halde bulunan ikinci faz parçacıkları tane büyümesine engel olmaktadır.

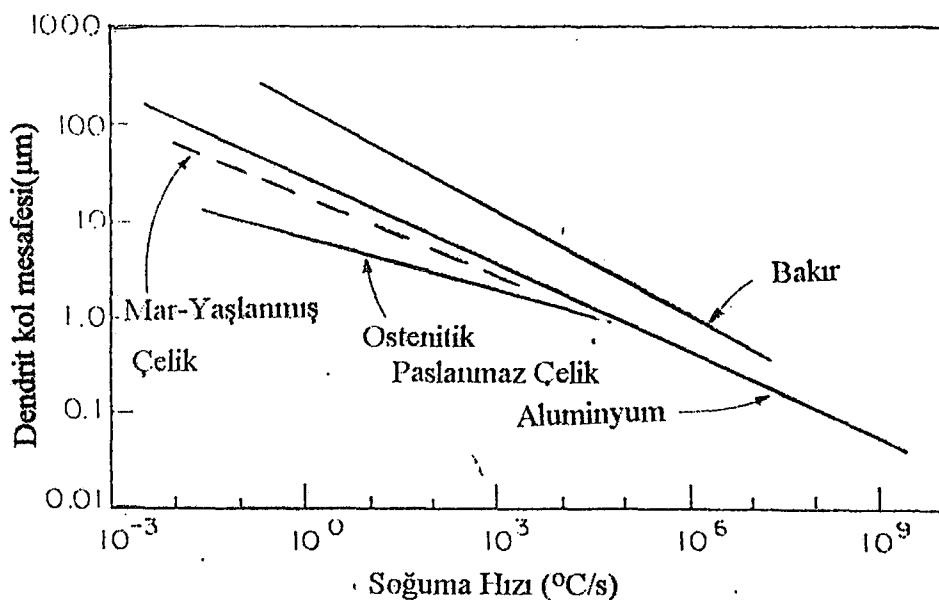
Sıvı alaşımın hızlı soğutulmasıyla katı haldeki çözünürlük miktarı artmaktadır. Bu durum farklı alaşım yapısının ortaya çıkmasına neden olur. Çünkü yaşlandırma sırasında iç yapıda yeni faz çökeltileri oluşmakta ve çökelen fazların hacim oranında önemli artışlar olmaktadır. Bu etki özellikle aluminyum alaşımlarında çok önemlidir. Değişik alaşım elementlerinin aluminyumdaki çözünürlüğünün değişimi, Jones tarafından belirlenmiştir (Tablo 11).

Tablo 11. Bazı elementlerin aluminyumdaki çözünürlüklerinin hızlı katılıştırma nedeniyle değişimi[60].

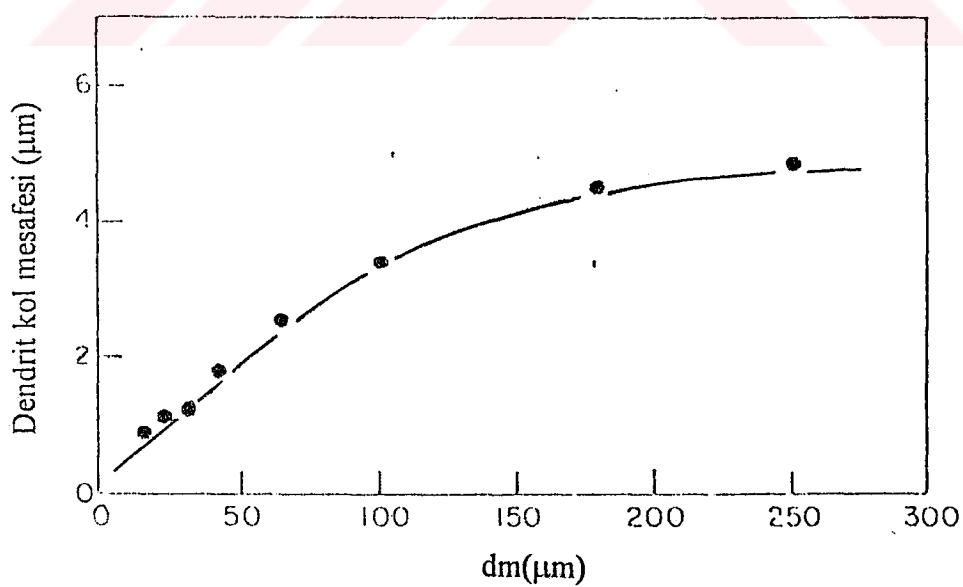
Element	Denge halindeki max. çözünürlük		Artan Çözünürlük sınırı % At.
	Sıcaklık, K	% At.	
Krom	934	0.44	5-6
Bakır	821	2.5	17-18
Demir	928	0.025	4-6
Magnezyum	723	18.9	36-40
Mangan	923	0.7	6-9
Nikel	913	0.023	1.2-7.7
Silikon	850	1.59	10-16

Aluminyum alaşımlarının mekanik özelliklerini etkileyen en önemli faktörlerden bir tanesi ikinci faz parçacıklarının tipi ve dağılımıdır. Bu faz parçacıkları Fe, Si, Cu ca zengin inklüzyonlar (metalik olmayan kalıntılar) Cr, Mn veya Zr ca zengin ince dağılmış haldeki ikinci faz parçacıkları veya Cu, Mg, Zn bakımından zengin çökelti parçacıkları olabilir. Hızlı katılıştırma bu parçacıklardan bazılarının oluşumunu engeller. Bazılarının ise çok ince parçacıklar halinde olmasını sağlar. Bunun nedeni hızlı katılışma sırasında çekirdeklenme ve büyümeye için çok az zaman olması veya çözünürlüğün artmasıyla aşırı doymuş katı çözeltilerde çökelen parçacıklar çok daha ince dağılmış şekilde olmaktadır.

Aluminyum alaşımlarında soğutma hızının 104 K/s yi aşması durumunda segregasyon fazlarının (Al, Cu, Fe, Mn, Zr v.b. fazları yerine denge fazları oluşur. Katılışma hızıyla değişik alaşımarda dendrit kol aralığının değişimi Şekil 38 de verilmiştir. Dendrit kol aralığı, soğuma hızı arttıkça küçülmektedir. Küçük boyutlu ve yapraklı tozların soğuma hızı daha yüksek olmaktadır. Ultrasonik gaz atomizasyonuyla üretilen AA2024+Li aluminyum alaşımında toz tane boyutıyla dendrit kol aralığının değişimi Şekil 39 'da verilmiştir.



Şekil 38. Alüminyum ve bakır alaşımıları ile çeliklerde katılışma hızıyla dendrit kol aralığının değişimi [42].

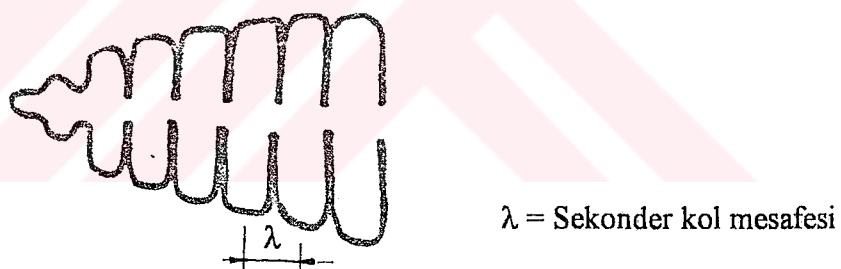


Şekil 39. Ultrasonik gaz atomizasyonuyla üretilen AA2024+Li alüminyum合金中のtoz tane boyutuyla dendrit kol aralığının değişimi [42].

### 1.5.3.2. Parçacık İç Yapısı

Parçacık iç yapısı denilince tane yapısı, fazların dağılımı ve gözenekler anlaşıılır. Mekanik ve sinterleme özellikleri bakımından ince tozlar tercih edilir. Tozlardaki gözenekler presleme ve sinterleme işini etkiler. Genelde gözenek miktarı azalan parçacık boyu ile artar, iç yapının kontrolü için metalografi, gözenek miktarının tayini için porozimetre kullanılır.

İç yapı, üretilen tozlarda soğuma hızına göre değişir. Su atomizasyonunda soğuma, yağ ve gaz atomizasyonuna nazaran daha hızlıdır. Yağ atomizasyonunda soğuma hızı gaz ile su atomizasyonunun arasında yer alır. Hızlı katılışmada katılışmanın süresi önemlidir. Hızlı katılışma  $10^6 \text{ } ^\circ\text{K/s}$  den daha hızlı olursa elde edilen yapı amortıftır. Genellikle ince tanelerde soğuma daha hızlı olur [61]. Soğuma hızı  $10^6 \text{ } ^\circ\text{K/s}$  den daha yavaş olursa elde edilecek yapı dendritik yapıdır (Şekil 40). Yağ, su ve gaz atomizasyonunda elde edilen yapı genelde dendritiktir. Soğuma hızına göre sekonder dendrit kol mesafeleri değişmektedir. Hızlı soğutmalarda kol mesafesi küçük yavaş soğutmalarda ise büyütür.



Şekil 40. Dendritik yapı

Dendritik yapıda sekonder kol mesafesi ile soğuma hızı arasındaki bağıntı Vetter, Gross ve Bergmann tarafından aşağıdaki şekilde verilmiştir [31].

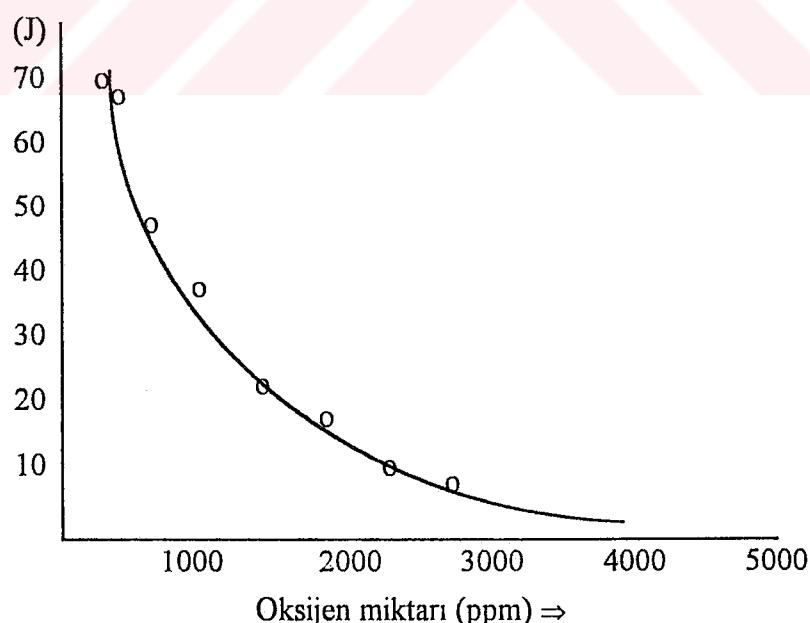
$$\lambda = B \cdot \varepsilon^{-n} \quad (29)$$

Burada:

$\lambda$ : Sekonder dendrit kol mesafesi ( $\mu\text{m}$ ),  $B$ ,  $n$  sabitler ( $B = 160$ ,  $n = 0.4$ )  $\varepsilon$ : soğutma hızı ( $\text{K/s}$ ) (Gaz atomizasyonunda  $\varepsilon = 100 - 102 \text{ } ^\circ\text{K/s}$ , Su atomizasyonunda  $\varepsilon = 102 - 104 \text{ } ^\circ\text{K/s}$ )

### 1.6. Yağ Atomizasyonu

1970 li yılların sonlarına doğru İsveç'te sıvı çelik sıcaklığının döküm öncesi kontrolü için toz kullanılması fikri ortaya atılmıştır. %1 kadar çelik tozu ilavesi ile çelik sıcaklığının yaklaşık 18 °C düşürülmesi mümkün olmaktadır. Özellikle sürekli dökümde döküm öncesi sıcaklığın bu yöntemle yani tandoise toz enjeksiyonuyla ayarlanması, ince taneli ve daha az segregasyon içeren dökümlerin elde edilmesini sağlamıştır. Ancak su atomizasyonu ile elde edilen yüksek oksijen içeren tozların kullanılması durumunda çentik darbe dayanımında düşme gözlenmiştir (Şekil 41). Bunun üzerine düşük oksijen içeren toz kullanılması denenmiş ve çok iyi sonuç verdiği görülmüştür [62]. Fakat bu tozların pahalı olması sorun olmuştur. İsveç'li metalurji Ulf Larson düşük oksijen içeren toz üretimini gerçekleştirmek için çalışmış yağ atomizasyonu geliştirerek patentini almıştır [62]. İsveç IPS çelik toz şirketi, yöntemi geliştirerek 1988 'de uygulamaya sokmuştur. Yağ atomizasyonu genel olarak, su atomizasyonuna benzemekle birlikte farklı tarafları olduğu ortadadır. Bu metodla 60 ppm in altında oksijen içeren toz üretmek mümkün olmaktadır. Bu yöntemle toz üretiminin parametreleri ile ilgili yeterli bilgi yoktur. Üretilen tozların diğer uygulama alanlarında kullanılmasıyla ilgili denemeler sürülmektedir.



Şekil 41. Çentik darbe enerjisinin oksijen miktarı ile değişimi [39].

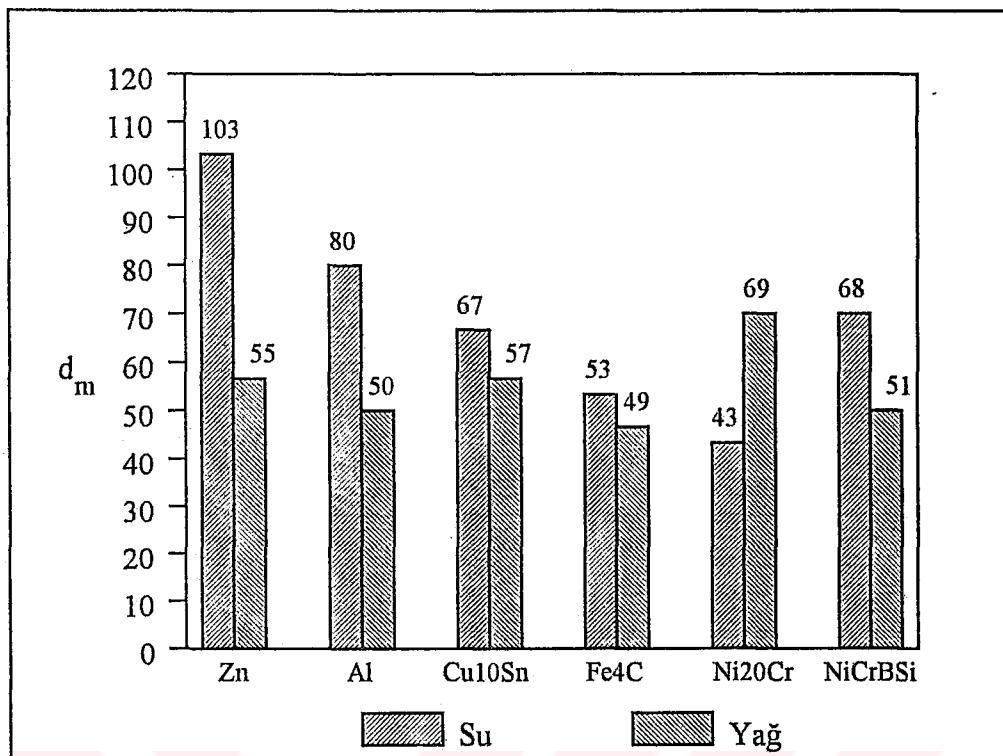
İsveç IPS firması, İngiltere'de bulunan ve atomizasyon üniteleri imal eden, Davy McKee firmasıyla anlaşma yapmış olup deneme çalışmalarına başlamıştır [63-64]. Dunkley yaptığı ilk çalışmalarda yöntemin özellikle yüksek karbonlu ve alaşımımlı çeliklerin atomizasyonuna uygun olduğunu, üretilen tozların düşük oksijen oranı yanında toz şeklinin genelde düzensiz (su atomizasyonuna oranla biraz daha düzenli) olduğunu ifade etmiştir.

Metallerin iki akışkan atomizasyonu, gaz ve su atomizasyonu yöntemleri dahil birçok çeşit metal tozunun üretiminde çok önemli bir paya sahip olup dünya ölçüsünde yılda 250.000-500.000 ton metal tozu üretilmektedir [65]. Bu yöntemlerin bazı metallerde toz kullanımını bile sınırlayan bazı özellikleri vardır. Mesela su atomizasyonunda metal tozu sudan oksijen almaktır olup Fe, Ni, Co ve Cr gibi yüksek sıcaklık alaşımlarında oksijen oranı 1000 ppm 'in üzerine çıkmaktadır. Soygaz atomizasyonunda oksijen oranı daha düşük olup, hava atomizasyonunda ise daha yüksektir.

Soygaz atomizasyonunda üretilen küresel tozların kompaktlanabilirliği ve ham mukavemeti düşüktür. Hava atomizasyonu ile üretilen tozların (Al, Zn, Cu gibi) yüzeyinde sert oksit filmi oluşur ve şekilleri de düzensizdir. Bu tozların kompaktlanabilirliği iyidir. Su atomizasyonu ile üretilen tozlar hızlı soğuma ve oksit filmi oluşumu nedeniyle genellikle düzensiz şekillidir ve kompaktlanabilirliği iyidir. Yüksek ergime noktasına sahip Fe, Ni alaşımlarının, metal enjeksiyon yönteminde istenen 30-50  $\mu\text{m}$  altında toz boyutuna atomize etmek zordur.

Atomizasyonda hidrokarbonların kullanılmasının bazı faydalı özellikleri kendinde toplaması beklenmektedir. Yüksek soğutma hızı düzensiz şekilli tozların üretilmesini sağlarken oksitlenme olmaması demir tozlarının gaz ile su atomizasyonu arasında şekil almasını sağlayacaktır. Atomizörde oksijen bulunmadığına göre oksijen oranı çok düşük olmalı ve ulaşılacak toz tane iriliği de su atomizasyondakine yakın olmalıdır [65].

Yukarıdaki beklentileri araştırmak amacıyla İngiltere'de Dunkley tarafından bazı araştırmalar yapılmıştır [65]. Bu araştırmalarda daha önce su atomizörü olarak kullanılmış olan deney düzeneğinden yararlanılmış olup çalışma şartları şunlardır: Atomizasyon basıncı 10 MPa, Akışkan debisi 60 lt/dak, Tandış nozul çapı 4 mm, metal akış hızı (ağır metaller için) 5-7 kg/dak, aşırı ısıtma miktarı 150 °C dir ve imal edilen tozlar vakumda 120 °C da kurutulmuştur. Buldukları sonuç Şekil 42 ve Tablo 12' de verilmiştir [65].



Şekil 42. Su ve yağ atomizasyonu ile aynı şartlarda imal edilen tozlarda ortalama tane boyutu [65].

Tablo 12. Yağ ve su atomizasyonu ile imal edilen değişik metal tozlarındaki oksijen ve karbon miktarı [65].

Metal	Atomiz. sıvısı	% O <sub>2</sub>	% C
Al	Yağ	0,026	—
	Su	6.0(Yaklaşık)	—
Fe 3.8C	Yağ	0.045	4.02
	Su	0.090	3.83
NiCrBSi	Yağ	0.019	0.54
	Su	0.041	0.07
80Ni20Cr	Yağ	0.039	0.81
	Su	0.257	0.08

Değişik metal ve alaşımlarla yapılan ön deneylerde yağ atomizasyonunda parçacık şemlinin su atomizasyonuna göre biraz daha yuvarlatılmış olduğu sonucuna varmışlardır. Özellikle yüzeyinde kalın oksit filmi oluşan alaşımlarda yağ atomizasyonuyla imal edilen tozların görünür yoğunluğu daha yüksektir. Bu durum Dunkley tarafından soğuma hızı ve oksit filmi oluşumunun parçacık şemlinin etkilediği şeklinde açıklanmıştır[66]. Yapılan analizlerde oksijen oranı çok düşük bulunmuştur (alüminyumda su %6, yağ %0.026).

Demir esaslı alaşımlarda yağ atomizasyonunda karbon oranında bir miktar artış gözlenmiştir. Bu artış düşük karbonlu çeliklerde daha fazladır [62]. Suziki, Toyama ve Konda tarafından yapılan çalışmada otomobil piston kolları üretiminde düşük alaşımı 4100s çeliğin yağ atomizasyonu ile üretilen toz kullanılmış olup, kullanılan tozların oksitsiz oluşu sebebi ile, sinter sonrası iyi sonuçlar verdiği belirtilmiştir [67, 68].

#### **1.6.1. Yağ Atomizasyonunda Kullanılacak Yağda Aranan Özellikler**

Yağ atomizasyonunda kullanılan yağlar aşağıdaki özellikleri taşımalıdır

1. Oda sıcaklığında viskozitesi düşük olmalıdır
2. Tutuşma sıcaklığı çok yüksek olmamalıdır
3. Zehirleyici etkisi olmamalıdır (dioksin içermemelidir)
4. Ucuz ve kolay temin edilebilir olmalıdır
5. Atomizasyon sırasında özelliğini kaybetmemeli ve tekrar kullanılabilmelidir.
6. Kükürten etkilenen alaşımların atomizasyonunda kullanılacaksa, kükürt oranı düşük olmalıdır.

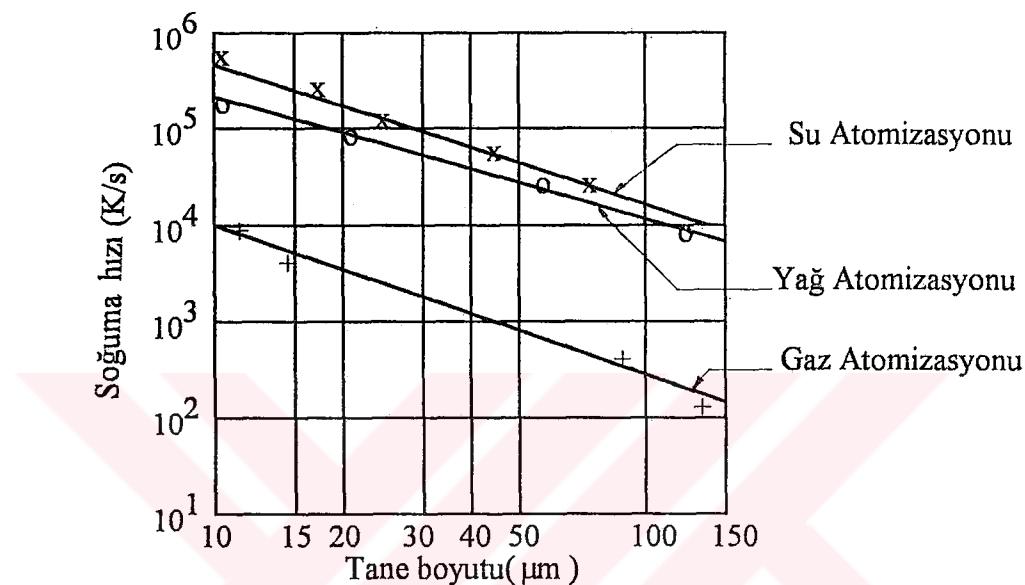
Kainer ve Mordike çeliklerin sertleştirilmesinde kullanılan yağların bu amaç için uygun olduğunu ifade etmiştir [69]. Atomizasyon işleminden sonra metal tozları %2-3 oranında yağ içermektedir. Bu yağın toz kullanılmadan önce uzaklaştırılması gereklidir. Yağ uzaklaştırıldıktan sonra toz yüzeyinde herhangi bir kalıntı olmamalı, ayrıca tozun mikro yapısı önemli ölçüde değiştirmemelidir ve oksijen oranında artma olmamalıdır. Yağın temizlenebilmesi için aşağıdaki yöntemlerden birisinin kullanılması önerilmektedir [69].

- a. Yağın solvent (çözücü) kullanarak temizlenmesi
- b. Havada ısıtma
- c. Soygaz ortamında ısıtma
- d. Reaktif gaz(hidrojen) ortamında ısıtma

Özellikle çeliğin atomizasyonunda sıvı metalle temas eden yağ parçalanarak metalde bir miktar karbon artışı sebep olur. Toz yüzeyindeki yağ, iyi temizlenmediği takdirde de karbon artışı sebep olabilir [70].

Yağın temizlenmesi soy gaz atmosferinde yapılrsa yağ toplanarak tekrar kullanılabilir. Tozdaki karbon oranını azaltmak için ısıtma su buharı ortamında yapılabilir ancak bu durumda oksijen oranında artma olmaktadır.

Yağ atomizasyonuyla üretilen tozların şekli suya göre biraz daha düzenli olmakta ve soğuma hızları da suyla yaklaşık aynı mertebededir. Dökme demir için Kainer ve Mordike tarafından verilen parçacık toz tane boyutu soğuma hızı diyagramı Şekil 43'de verilmiştir.



Şekil 43. Dökme demirin değişik yöntemlerle atomizasyonunda toz tane boyutuyla soğuma hızının değişimi [69].

Yağ atomizasyonunda kullanılan atomizör su atomizasyonunda kullanılan atomizörle hemen hemen aynıdır. Bilindiği gibi su atomizasyonunda atomizasyon oluşum mesafesi gaz atomizasyonundan oldukça kısadır. Bu bakımdan gaz atomizasyonu atomizöründe atomizasyon tankının yüksekliği, su atomizasyonundan büyük olmalıdır. Yağ atomizasyonunda ise soğutma hızı su ile gaz arasında yer almaktadır [69]. Dolayısıyla toz taneleri iç yapısını soğuma hızı etkilemektedir. Katılışma hızına göre dendrit kol mesafelerinin ölçüsü değişmektedir. Artan katılışma hızına göre dendrit kol mesafesi azalmaktadır. Atomizasyon esnasında küçük tozların oluşumunda soğutma hızı daha yüksektir. Tane büyüklüklerine göre iç yapı incelendiğinde küçük tozlardaki dendrit kol mesafesi daha küçük çıkmaktadır. Gaz, yağ ve su atomizasyonu ile imal edilen tozlardan aynı tane boyu iç yapısı incelendiğinde, dendrit kol mesafesi, soğutma hızı yüksek olan suda en küçük, yağ atomizasyonu ile imal edilen tozlarda su ve gaz atomizasyonu arasında yer almaktadır [18, 63, 69].

### 1.6.2. Literatür Özeti ve Çalışmanın Amacı

Toz üretimi ile ilgili kaynaklar incelendiğinde; atomize edilecek metal ve alaşımın fiziksel ve kimyasal özelliklerine ve üretilen tozdan istenen özelliklere göre çeşitli toz üretim yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden su veya gaz atomizasyonu (iki-akışkan atomizasyon) en yaygın olarak uygulanan yöntemlerdir. Bunlardan su atomizyonunda genellikle düzensiz şekilli tozlar üretilmekte ve aşırı oksitlenme olmaktadır.

Yağ atomizasyonu yöntemi, yeni gelişmekte olan bir yöntem olup, değişik metal ve alaşımlar için atomizasyon parametreleri ve üretilen tozların özellikleri henüz tamamiyle aydınlatılmıştır.

Bu çalışmanın amacı yağ atomizasyonuyla metal ve alaşım tozu üretiminde atomizasyon parametrelerinin belirlenmesi ve üretilen tozların özelliklerinin incelenmesidir.

Bu amaçla kalay, alüminyum alaşımları (AA2011 ve AA2014) ve ZnAl27 alaşımı seçilerek atomizasyon parametrelerinin yanında üretilen tozların fiziksel ve kimyasal özellikleri de inceleneciktir. Özellikle katılışma hızını ve oksitlenme durumunu belirlemek amacıyla alüminyum alaşımları seçilmiştir. Ayrıca bu metal ve alaşımların ergime noktaları nisbeten düşüktür.

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 2.1. Deneyde Kullanılan Metal ve Alaşımlar

Yapılan deneylerde saf kalay ile AA2011, AA2014 ve ZnAl27合金 kullanılmıştır. Alaşımların spektral analizle belirlenen bileşimleri Tablo 13'de verilmiştir. Analizler Trabzon KOSKEB şubesinde yapılmıştır. Alüminyum合金 numuneler; Seydişehir Alüminyum tesislerinden temin edilmiştir.

Tablo 13: İncelenen metal ve合金ların kimyasal bileşimleri (% ağı.)

Metal veya Alaşım	Fe	Si	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Al	Diğerleri
AA2011	0.240	0.217	5.80	0.033	0.035	0.016	0.019	0.002	93.52	0.10
AA2014	0.269	0.955	5.57	0.656	0.742	0.006	0.019	0.002	91.70	0.08
ZnAl27	0.200	0.100	0.18	0.005	0.005	72.5	0.001	0.001	26.90	0.10
Kalay	Sn	Sb	As	Pb	Cu	Bi		Fe	S	
	99.8	0.04	0.05	0.05	0.04	0.015		0.015	0.01	

### 2.2. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Alet ve Cihazlar

#### 2.2.1 Deney Düzeneği (Atomizör) Tasarım ve İmâlâtı

Metal tozu üretimi için, deney düzeneği olarak tasarlanan ve KTÜ Malzeme Bilimleri Laboratuvarında imâl edilen atomizasyon ünitesi (Atomizör) Şekil 44'de verilmiş ve atomizasyon ünitesinin teknik özellikleri aşağıda belirtilmiştir.

### Yağ Atomizasyonu ünitesi teknik özellikleri

Yağ tankı :1000 lt.

Yağ pompası Tipi : Dişli tip

Yağ pompası Max. Basıncı: 4 MPa (0-4 MPa ayarlanabilir)

Yağ pompası motor gücü (kW):20

Atomizasyon Tankı (mm):1200x1200x1400

Tandış sıvı metal huzme çapı (mm): 3 - 4

Emme borusu : 1 1/2" ( çelik boru)

Basma borusu: 1 1/4" (Dikişsiz çelik boru)

Nozul sayısı : 2

Nozul tipi : V-Düz jet (açık tip)

Jet uzunluğu ve Açısı : Ayarlanabilir

Tandış: Grafit pota

Tandış sıvı metal hacmi: 0.5 lt

Fırın :4kW+ 4kW(İki ayrı şalterden kumandalı)

Isıtıcı :Ni-Cr direnç teli

Fırın ve Tandış: Beraber

Sıcaklık kontrolü: ± 5 °C

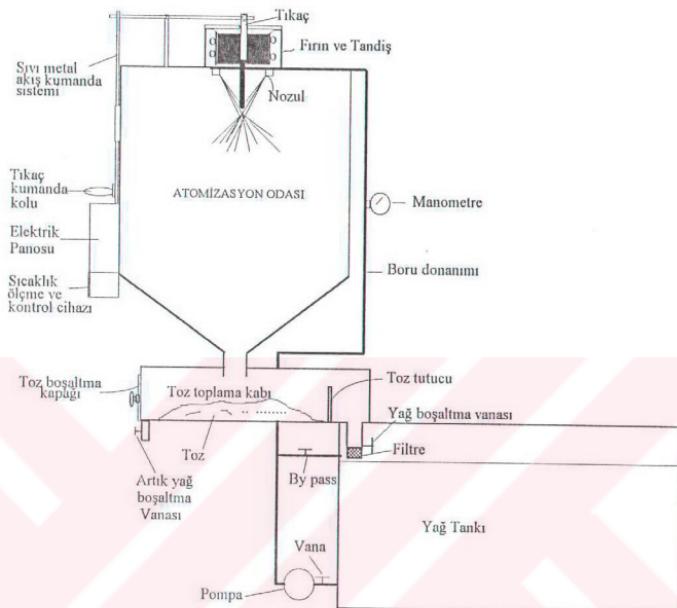
Toz biriktirme kabı (mm) : 300x500x250

#### **2.2.1.1. Atomizasyon Ünitesini Oluşturan Kısımlar**

Bu çalışmada kullanılan atomizasyon ünitesinin şekli şematik olarak Şekil 45'de verilmiştir Atomizasyon ünitesini oluşturan kısımlar şekil üzerinde belirtilmiştir.



Şekil 44. Atomizasyon ünitesi (Atomizör)



Şekil 45 : Yağ atomizasyonu ünitesinin şematik görünüsü

#### 2.2.1.2 Yağ Tankı

Atomizasyon esnasında sıvı metalin yağ ile parçalanarak katılmasına esnasında yağ ısınacaktır. Hızlı katılıştırma sırasında kullanılan yağın sıcak olması istenmez bunun için imal edilen ünitede devreden yağın ısınmaması için biraz büyük yapılmıştır. Ayrıca atomizasyonda kullanılan yağın soğuk olması için dönüşdeki sıcak yağ üstten boşaltılmış, pompa ile çekilen yağ ise alttan ve boşalan yağ bölgesinden uzak yerden çekilmesi sağlanmıştır. Bunun için yağ tankı uzun yapılmıştır. Yağ tankı ünitenin tabanında yer aldığından atomizasyon işlemi sonrası yağ, tekrar pompaya ihtiyaç duyulmadan tanga boşalmıştır.

### **2.2.1.3. Yağ Pompası**

Yapılan atomizasyon ünitesinde 20 kW gücünde elektrik motoru ile çalıştırılan dişli tip pompa kullanılmış ve pompanın emiş borusunda sürekli yağ olması için, emiş borusu bağlantısının yağ tankının tabanına yakın yerden yapılması sağlanmıştır. Emiş borusu ile taban arasında 10 cm mesafe bırakılarak (yağ tankının tabanında toz birikmesi ihtimaline karşı) tozun pompaya gitmesi önlenmiştir. İmal edilen atomizasyon ünitesinde pompa devir sayısı kasnaklarla ayarlanabilmektedir. Nozullara gönderilen yağın basıncının ayarlanması için emiş borusuna vana konularak, pompaya gönderilen yağın debisinin değiştirilmesi ile basınç 0- 3.5 MPa arasında ayarlanabilmektedir. Ayrıca ek ilave olarak sisteme bay pass devresi yerleştirilmiş bu devrenin geri boşaltma vanası ile de basınç ayarlanabilmektedir.

### **2.2.1.4. Boru Donanımı ve Nozullar**

Yüksek basınç iletilen pompa basma borusundan nozullara kadar olan kısmında dikişsiz çelik boru kullanılmıştır. Basma borusuna 0-250 Bar (0-25MPa) göstergeli manometre yerleştirilmiştir. Atomizörde iki adet V-jet nozul kullanılmıştır ve kullanılan nozulların açısı ve jet uzunluğu ayarlanabilir şekilde yapılmıştır. Atomizasyon ünitesinde 2520 no'lü standart nozul kullanılmış ve detay resmi Şekil 21'de verilmiştir. Ayarlanan her basınçta, nozulu terk eden yağ için, debi ölçümü yapılmış ve nozul kesiti belli olduğundan, bulunan basınçta göre hız değerleri Tablo 14 'de verilmiştir.

TABLO 14. Değişik basınçlara göre debi ve hız değerleri

<u>Basınç, (MPa)</u>	<u>Hız(m/s)</u>	<u>Debi (lt/s)</u>
0.25	15.8	0.318
0.50	22.3	0.447
1.00	31.6	0.630
1.50	38.7	0.775
2.00	44	0.894
2.50	50	1.000
3.00	54.7	1.090
3.50	59	1.180

Su atomizasyonunda kullanılan nozul sisteminde, deneysel olarak bulunan[1], basınçla bağlı hız formülü

$$V = 1.3 (P)^{1/2} \quad \text{şeklindedir.} \quad (10)$$

Bu formül kullanılan atomizörde elde edilen hız değerlerine yaklaşık olarak uygunluk göstermektedir. Yağın viskozitesine bağlı olarak 1.3 çarpanı artan viskoziteye göre düşmektedir. Bu çalışmada kullanan yağıda 1.3 değeri yerine 1 alınması daha iyi sonuç vermiştir.

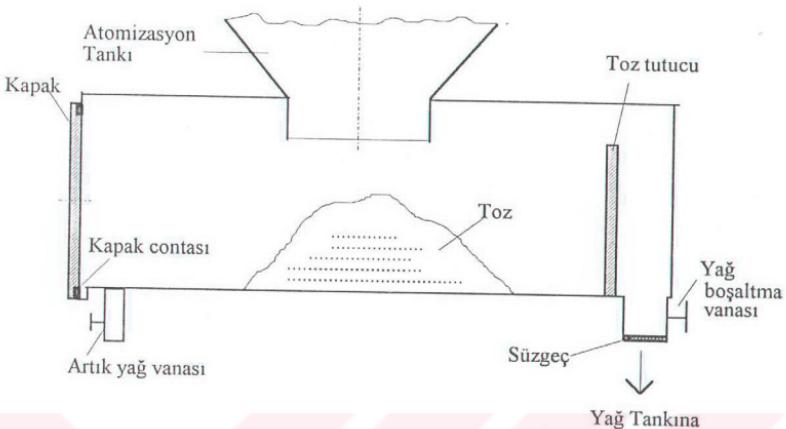
#### 2.2.1.5. Atomizasyon Odası

Atomizasyon işleminin olduğu odadır. İmalı yapılan atomizasyon ünitesinde atomizasyon odası çelik saçtan yapılmış ve üretilen tozların kolayca toz biriktirme kabına toplanması için tabana doğru daralan kesik kare pramit şeklinde tasarlanmıştır. Ayrıca atomizasyon odası, atomizasyonun rahat bir şekilde yapılabilmesi ve atomizasyon esnasında oda gövdesine yapışmalar olmaması için yeterli büyülükte yapılmıştır. Deney öncesi atomizasyon odasının yan duvarlarına yağ tabakası sürülerek tozların yapışması önlenmiştir. Üretilen tozlar bu şekilde toz biriktirme kabında toplanmıştır. Yapılan atomizörde atomizasyon işleminin gözlenmesi ve kontrolü için atomizasyon odası pencereli olarak dizayn edilmiştir (Şekil 44).

#### 2.2.1.6. Toz Toplama Kabı

Atomizasyon odasında atomize işleminden sonra üretilen tozların birikmesi için atomizasyon odasının alt kısmına Şekil 44 'deki gibi toz toplama kabi yerleştirilmiştir. Toz toplama kabi sirküle edilen yağla birlikte üretilen tozların su tankına gitmemesi ve bir tandoş dolusu sıvı metalden üretilen tozu emniyetli olarak alabilmesi için yeterli büyülükte imal edilmiştir.

Bu bakımından ilk madde için üretilen tozon kaba olarak yağıdan ayrılması için Şekil 46' daki gibi toz tutucu duvar yapılmıştır. Buradaki ayırmaya işleminde asılı duran çok ince tozların yağ tankına ulaşmaması için, dirlendirme yapıldıktan sonra yağ tankına boşaltılması ve daha sonra toz biriktirme kabındaki artık yağın, kapak altındaki vananın açılıp boşaltılması yapıldıktan sonra, toz boşaltma işlemi yapılmıştır.



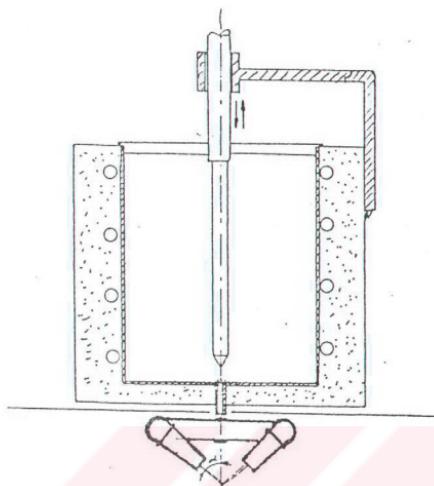
Şekil 46. Toz toplama kabı

#### 2.2.1.7. Fırın ve Tandış

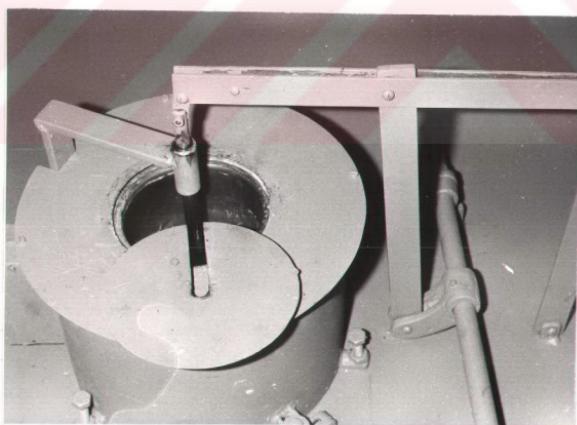
Tandış ergitilecek malzemeye göre seçilmiştir. Genelde kalay tozu için X10Cr18Ni8 çeliği seçildi. Kalayla paslanmaz çelik reaksiyona girmeden ve kalayın ergime sıcaklığı 232 °C olduğundan paslanmaz çelik kalay için emniyetli bir şekilde kullanılmaktadır. Aluminyum tozlarının üretimi için, paslanmaz çelik aluminyumlular reaksiyona girdiğinden, paslanmaz çelik tandış yerine grafit pota tandış olarak kullanılmıştır. Sıvı metale yol verme kumanda edilebilir bir grafit tıkaç (stoper) mekanizması ile yapılmıştır (Şekil 47, 48). Dolayısıyla istenilen sıcaklıkta ve istenilen anda sıvı metalin akışı sağlanmaktadır.

Sıvı metalin başka bir potada ergitilerek tandışe doldurulması yerine tandışın çevresine direnç teli yerleştirilerek ergitme sağlanmıştır. Tandışın dip nozulu da sürekli sıcak kaldığından metal katılmasına dolaylı tikanma söz konusu değildir. Ayrıca bu tip tandış sistemi ile iyi bir sıcaklık kontrolü sağlanmakta ve bir tandış dolusu sıvı metalle değişik basınçlarda ve değişik sıvı metal sıcaklığında deney yapmak mümkündür. Sıvı metal akışı dipten sağlandığı için toza çuruf da karışmamaktadır.

Tandış sıcaklığı yüksek sıcaklık termostatı ile kontrol edilmektedir. Atomizasyon ünitesinde Elimko E-2000serisi, digital göstergeli sıcaklık kontrol cihazı kullanılmıştır. Termostat ayar sıcaklığı ile sıvı metal sıcaklığı arasındaki ilişki daldırmalı termokupl ile kalibre edilmiştir.



Şekil 47. Tandış, nozul ve tıkaç geometrisi



Şekil 48. Fırın, tandış ve tıkaç görünümü

### **2.2.2. Eleme Cihazı ve Elekler**

Üretilen tozların elenmesinde Batı Alman yapısı Fritsch marka standart eleme cihazı kullanılmıştır. Elek serisi olarak ISO standartına uygun ve aynı zamanda ISO karşılığı olarak DIN 4188, R-565, AFNOR X II-501, ASTM E 11, bs 410 Standartlarına da uyan elek serileri kullanılmıştır[71]. Eleme işleminde 45, 63, 90, 125, 180, 250, 355, 500, 710, 1000 mikronluk elekler kullanılarak tozlar elek boyalarına göre ayrılmışlardır.

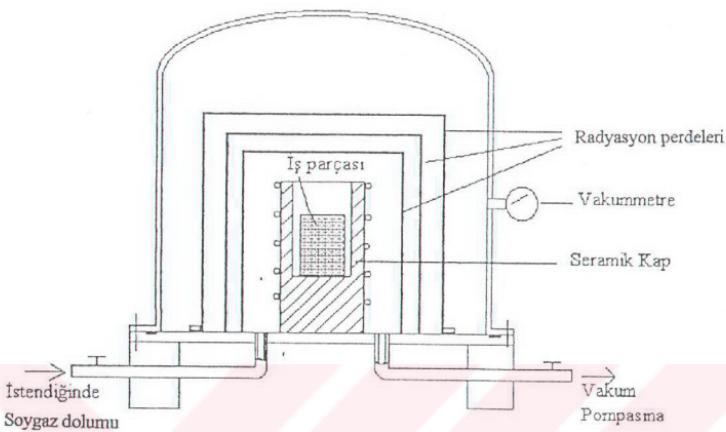
### **2.2.3. Fırınlar**

Tozların üretilmesinden sonra vakum altında gaz giderme, sinterleme ve yaşlandırma gibi işlemlerde aşağıdaki fırınlar kullanılmıştır. Bunlar:

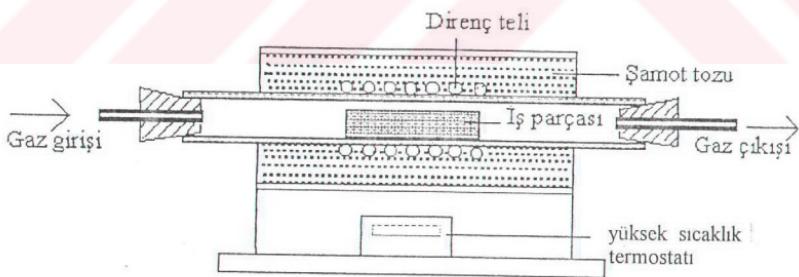
a) Vakum fırını: Tasarımı yapılarak imal edilen vakum fırının içindeki hava vakum pompasıyla (27.5" Hg) boşaltılmış ve ısıtma işlemi fırının orta kısmında yer alan seramik boruya sarılmış direnç teli ile yapılmıştır. Fırın dış sıcaklığının fazla yükselmemesi için, içe üç adet paslanmaz çelik ısı yansıtıcıları kullanılmıştır (Şekil 49). Fırın ortalama sıcaklığının belirlenmesi için seramik borunun merkezine termokupl yerleştirilmiş ve daha sonra kalibre edilmiştir. Fırın vakum fırını olarak kullanılabildiği gibi gerektiğinde atmosfer kontrollü fırın olarak da kullanılabilmektedir. Bunun için soy gaz girişini sağlayacak vanalı gaz giriş borusu ilave edilmiş ve firarda vakumun ölçülmesi için 30" Hg lik vakummetre, fırın gövdesine yerleştirilmiştir.

b) Atmosfer kontrollü fırın: Fırın Şekil 50'de görüldüğü gibi seramik boru etrafına sarılan direnç teli ile ısıtılmakta olup termokpulla, fırın içi sıcaklığı karşılaşırılarak kalibre edilmiştir. Fırına giren gazın neminin alınması için gaz, nem alıcıdan geçirilerek fırına gönderilmiştir. Ayrıca gaz debisinin kontrolü için boşaltılan gaz, su içersinden geçirilmiştir. Yapılan çalışmalarda kontrollü atmosfer için, yüksek saflikta argon gazi kullanılmış ve kalay tozunda oksijen miktarının tayininde ise, hidrojen gazi kullanılmıştır.

c) Tav fırını: Üretilen tozlardan imal edilen parçaların ısıl ve yaşlandırma işlemlerinde Heraeus marka fırınlar kullanılmıştır. Bnlardan bir tanesi hava sirkülasyonlu ve 0-600 °C diğeri ise 0-1000 °C arasındaki sıcaklıklara ayarlanabilmektedir.



Şekil 49 : Vakum fırını



Şekil 50 : Atmosfer kontrollü fırın

#### **2.2.4. Mikroskoplar**

Toz şekillerinin gözlenmesi ve fotoğraf çekiminde Nikon marka Stereo mikroskop, tozların iç yapısının belirlenmesinde ve mikrofotoğraflarının çekiminde Nikon Inverted mikroskop, yine iç yapı ve tane şeklinin incelenmesi ve fotoğraflama işleminde JEOL JSM-6400 marka tarama Elektron Mikroskopu (SEM) ve ayrıca tozların mikro sertliğinin ölçümünde REICHERT marka üniversal ışık mikroskopu kullanılmıştır.

#### **2.2.5. Deneylerde Kullanılan Diğer Cihazlar**

Üretilen tozların yıklanması işleminde Cole Parmer marka ultrasonik yıkama cihazı, tozların akış sürelerinin ve görünür yoğunluk ölçümlerinde ASTM B212 ve MPIF 28 standartlarına uygun ölçülerde yapılan Hall akış deney düzeneği, üretilen tozlardan yapılan parçaların sertlik ölçümünde üniversal sertlik ölçme cihazı ve metalografik muayene işlemleri için parlatma işlemlerinde Struers marka parlatma cihazları kullanılmıştır.

### **7.3. Deneylerin Yapılışı**

Atomize edilecek olan metal veya alaşım 3-5 cm boyutlarda kesildikten sonra fırına konarak ergitilmiştir. Ergitme işlemi tamamlanıp, metal istenilen sıcaklığa ulaştıktan sonra önce pompa çalıştırılıp basınç ayarlanarak, bunu takiben tandış tabanındaki tıkaç özel kumanda tertibatı yardımıyla açılıp sıvı metalin akması sağlanmıştır. Tandışındaki sıvı metalin tamamı veya istenilen miktarı aktiktan sonra tıkaç kapatılarak atomizasyon işlemi durdurulmuştur. Yağ içinde asılı kalan ince tozların dibe çökmesi için bir saat süreyle beklenmiştir. Daha sonra dönüş vanası açılarak yağ tanka boşaltılmıştır. Toz birkirtme kabındaki artık yağ ise kapak altındaki vana açılarak, ayrı bir kaba boşaltılmış ve bir saat daha dinlendirilip tozlar dibe çöktükten sonra üstteki yağ, yağ tankına boşaltılmıştır. Toz toplama kabında biriken toz alınarak temizlemek üzere ayrılmıştır. Atomizasyon işleminde Shell Voluta F (quenching) yağı kullanılmıştır [72]. Yağ analizi, TÜBİTAK Enstrumenal analiz laboratuvarında yaptırılmış olup, kimyasal bileşimi Tablo 15'de verilmiştir.

Tablo 15. Shell Voluta F yağı kimyasal bileşimi (%ağ.)

C	H	N	S	O
83.89	14.34	0.113	0.744	0.464

Viskozite (cSt/100 °C) : 4.4

Ayrılan tozların temizlenmesi iki aşamada yapılmıştır.

a) Yağın çözücü(solvent) yardımıyla temizlenmesi: Bunun için endüstriyel tiner kullanılarak her defasında temiz tiner kullanmak üzere dört defa ykanarak temizleme yapılmıştır.

b) Yıkanan tozlar yine tiner içinde ultrasonik temizleyiciye konularak değişik sürelerle (5, 15, 20 dak.) temizlenmiştir.

Bu yöntemlerle temizlenen tozların yağ miktarı KTÜ Kimya Bölümünde Soxhlet cihazında petrol eteri kullanılarak 10 dakikada bir sifon yapacak şekilde ekstraksiyon 4 saat sürdürülerek yapılmış birinci aşamadaki yağ miktarı %0.2 olarak bulunmuştur. Ultrasonik temizlemeye ise yağ miktarı temizleme süresi ile azalarak (% 0.04 - 0.022) yaklaşık %0.022 düzeyine inmiştir. Elek analizleri ve akıcılık ölçümleri bu yöntemlerle temizlenmiş tozlar kullanılarak yapılmıştır.

Elek analizi için tozlar ASTM B215 ve ISO 3954 'de belirtildiği gibi numune alma yöntemi ile hazırlanmış ve elek analizleri ASTM B214 ve ISO 4497 ye uygun olarak yapılmıştır [72, 73]. Elemede Kalay tozları için, standartta belirtildiği gibi görünür yoğunluğu  $1.5 \text{ g/cm}^3$  den büyük olduğu için 100g alınmış, AA2014, AA2011 ve ZnAl27 tozları için ise 50g numune alınmış ve 15 dakika elemek suretiyle yapılmıştır. Her elegen üzerinde kalan toz ağırlığı 0.01g hassasiyetle tariştirılmış.

Tozların akıcılığı bu çalışmada standartlar uygun olarak (ASTM B 212) imal edilen Hall akış aparatıyla yapılmıştır Şekil 37. Bunun için 50g temizlenmiş ve kurutulmuş toz alınarak akış süresi ölçülmüştür [54, 57]. Aynı alet görünür yoğunluk ölçümü için de kullanılmıştır. Bunun için  $25\text{cm}^3$  hacimli kap, aparat hunisi alt kısmı ile, kap üst yüzeyi arasında 1" (25.4 mm) mesafe olacak şekilde doldurulup üzeri dikkatlice spatula veya ince düz kenarlı bir cisimle düzeltilmesi yapıldıktan sonra ağırlığı 0.01g hassasiyetle ölçülmüştür.

Tozlardaki oksijen miktarı 5.1.5. de anlatıldığı gibi yapılmıştır[44]. Kalay tozlarında oksijen miktarı tayini için ASTM 159 da belirtildiği gibi 5g toz numune alınarak alumina kayıkçık içine konulmuş ve 550 °C da hidrojen gazi altında 30 dakika bekletilmiştir[44]. Kalay dışındaki alaşım tozlarının oksijen miktarı tayini TÜBİTAK Enstrumental Analiz Laboratuvarına yaptırılmıştır.

Üretilen tozların mikro sertliğinin ölçümü ve mikro yapılarının incelenmesi için tozlar tane boyutlarına göre soğuk akrilik içersine alındıktan sonra parlatılıp mikro sertlikleri, Reichert universal ışık mikroskopunda 10 g ağırlık kullanılarak Vickers sertliği olarak ölçülmüştür. Akrilik içindeki parlatılmış tozlar daha sonra 2000 serisi alüminyum alaşımı için hazırlanan ayıraçla (2ml HF, 3ml HCl, 5ml HNO<sub>3</sub>, 190 ml su) AA2011 ve AA2014 alüminyum alaşımı dağlanması, çinko alaşımı için hazırlanan ayıraçla (50 ml HCl, 50ml H<sub>2</sub>O) ZnAl27 çinko alüminyum alaşımı dağlanarak, tozlarda mikro yapı incelenmiş ve belirli büyütmelerle iç yapı fotoğrafları çekilmiştir.

Üretilen tozlarda dendrit kolları arası mesafelerinin ölçümü doğrusal kesitarme (ASTM E112) yöntemiyle yapılmıştır [74 ].

Alüminyum tozlarından parça üretimi için, çapı 15 mm olan silindirik kalıp yarıdimıyla 10 gram AA2014 tozu 13 tonda preslenerek alüminyum kap içersine alınarak sinterlemeden önce, vakum fırınında 450 °C 'de yarım saat gaz giderme işlemine tabi tutulmuştur. Çünkü yüzeyde bulunan su buharı, absorbe edilmiş hidrojen ve oksijenin uzaklaştırılması gereklidir. Bu işlem yapılmadığı takdirde sinterleme sırasında veya müteakip işlemlerde yüzeyde hidratların oluşmasıyla gaz açığa çıkar. Açığa çıkan gaz ıçında gözenek ve ayrılmalar oluşturarak alaşının izeliliklerini kötü yönde etkiler [65, 69, 75, 76]. Gaz giderme sonrası kompakt argon gazi altında 520 °C da tavlanarak sıcak dövme işlemi uygulanarak şekillendirme yapılmıştır. Dışındaki Alüminyum kap talaşlı işlemle alındı. Karşılaştırma yapmak amacıyla AA2014 tozundan üretilen parçadan ve AA2014 haddelenmiş kütükden 40x60x6 mm boyutlarında parça kesilerek sertlikleri ölçüldü. Her iki parça 540 °C de tavlanıp suda soğuttuktan sonra 150 °C'de yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Brinell sertliği ölçümünde yük 31.25 kp, bilya çapı 2.5 mm ve yükleme süresi 15 sn olarak alınmıştır.

### 3. DENEY SONUÇLARI

#### 3.1. Kalayın Atomizasyonunda Atomizasyon Basıncının Etkisinin İncelenmesi

Diger atomizasyon parametreleri sabit tutularak kalayın atomizasyonunda atomizasyon basıncının ortalama toz tane boyutuna etkisi Tablo 16-20 ve Şekil 51-62' de verilmiştir.

Tablo 16. Yağ atomizasyonu ile 0.5 MPa basınçta üretilen kalay toz elek analizi sonuçları

Deney No:2

Jet uzunluğu:80mm

Nozul sayısı:2

Nozul açısı:30°

Aşırı ısıtma miktarı : 120 °C

Sıvı metal sıcaklığı : 352 °C

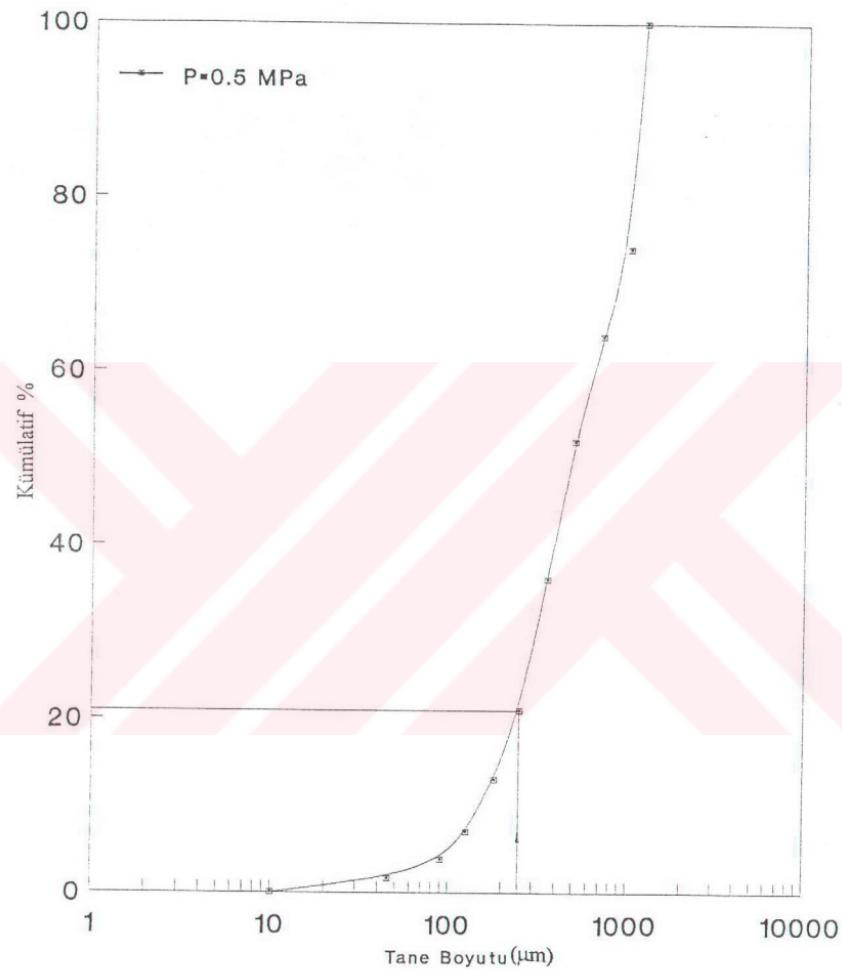
Tandış sıvı metal huzme çapı: 4 mm

Elek açıklığı(ʌm)	Toz % ağ dağılımı	Kümülatif toz %si
1000	26.00	100.00
-1000/710	11.05	74.00
-710/500	12.58	62.95
-500/355	17.37	50.37
-355/250	12.08	33.00
-250/180	7.99	20.92
-180/125	6.01	12.93
-125/90	3.20	6.92
-90/45	2.12	3.72
-45 (Tava)	1.60	1.60

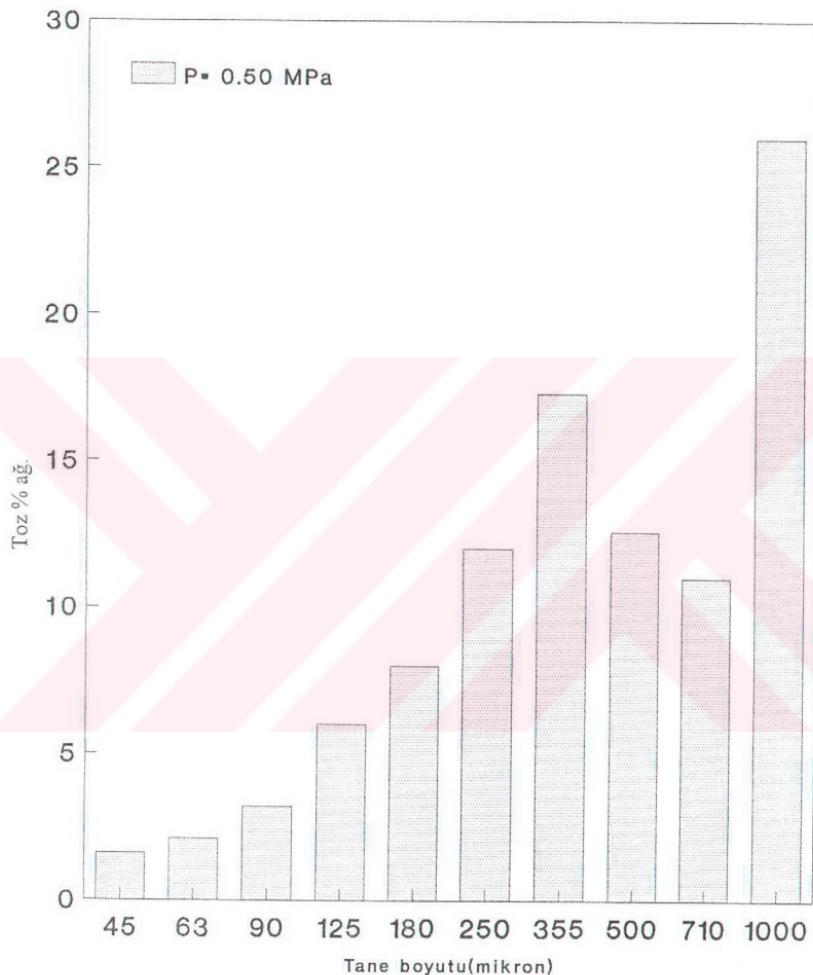
Verim: %20.92

Standart sapma:2.62

$d_m$ : 485  $\mu\text{m}$



Şekil 51. 0.5 MPa basınçta yapılan yağ Atomizasyonunda toz parçacık büyüğünü dağılımı kümülatif eğrisi (Kalay, Verim : %20.925)



Şekil 52. 0.5 MPa basınçta yapılan yağı atomizasyonunda toz tane büyüklüğü dağılımı

Tablo17.Yağ atomizasyonu ile 1.0 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları

Deney No:3

Jet uzunluğu:80mm

Nozul sayısı:2

Nozul açısı:30°

Aşırı ısıtma miktarı : 120°C

Sıvı metal sıcaklığı : 352°C

Tanıış sıvı metal huzme çapı:4mm

Atomizasyon basıncı : 1.0 MPa

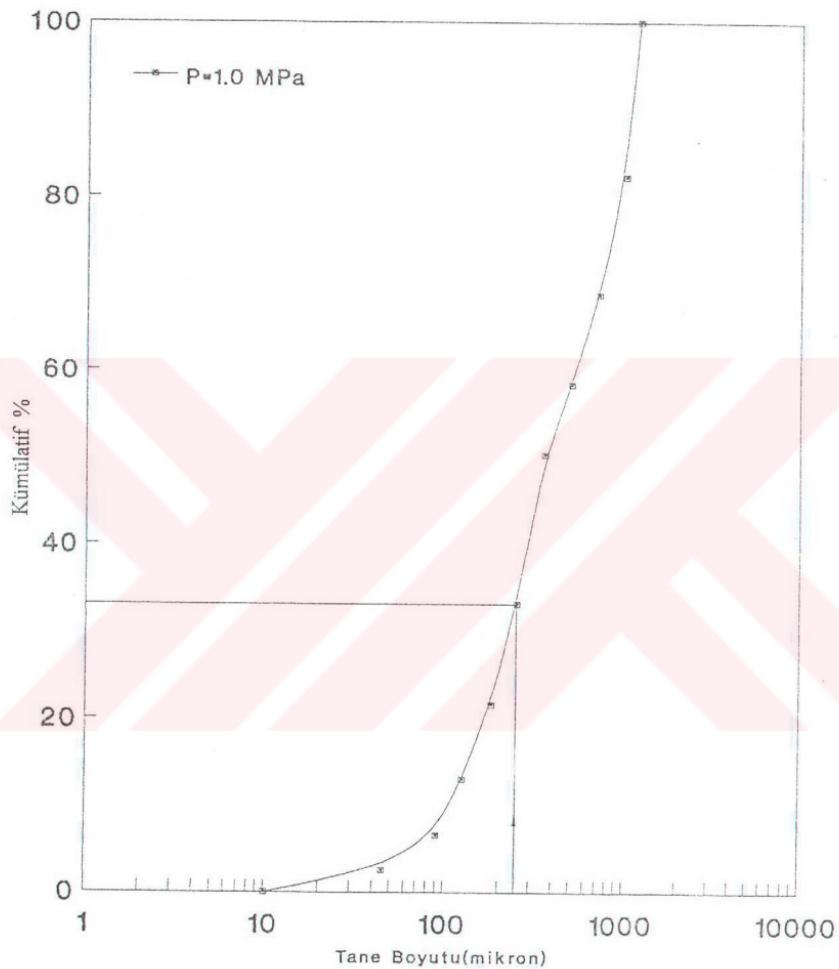
#### ELEK ANALİZİ

<u>Elek açılığı (Mikron)</u>	<u>Toz % ağı. dağılımı</u>	<u>Kümülatif toz % si</u>
1000	18.81	100.00
-1000/710	13.55	82.19
-710/500	11.45	68.64
-500/355	10.05	57.19
-355/250	14.06	47.14
-250/180	11.60	33.08
-180/125	8.56	21.48
-125/90	6.42	12.92
-90/45	4.00	6.50
-45 (Tava)	2.50	2.50

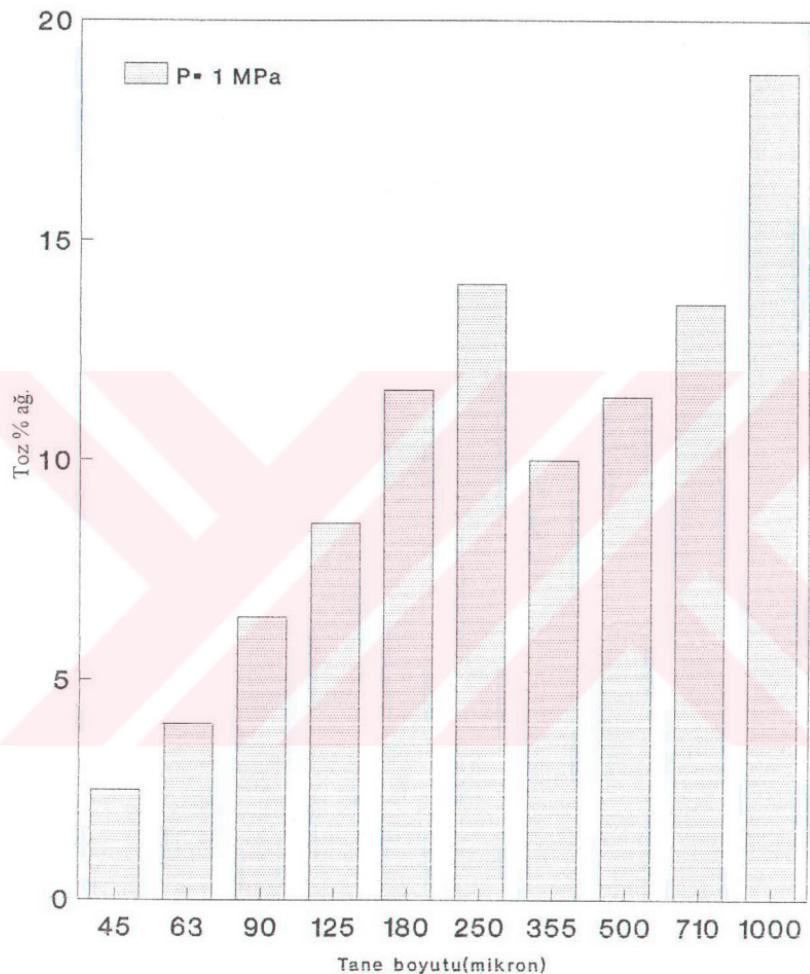
Verim:%33.08

Standart sapma:2.51

$d_m$  : 365  $\mu\text{m}$



Şekil 51: 1.0 MPa Basıncında yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyütüğü dağılımı kümülatif eğrisi (Kalay, verim %33.8)



Şekil 54. 1.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyüklüğü dağılımı

Tablo 18. Yağ atomizasyonu ile 1.5 MPa basıncıda üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.

Deney no: 7

Jet uzunluğu: 80mm

Nozul sayısı: 2

Nozul açısı: 30°

Aşırı ısıtma miktarı : 120°

Sıvı metal sıcaklığı : 352°C

Tardış sıvı metal huzme çapı: 4mm

Atomizasyon basıncı: 1.5MPa

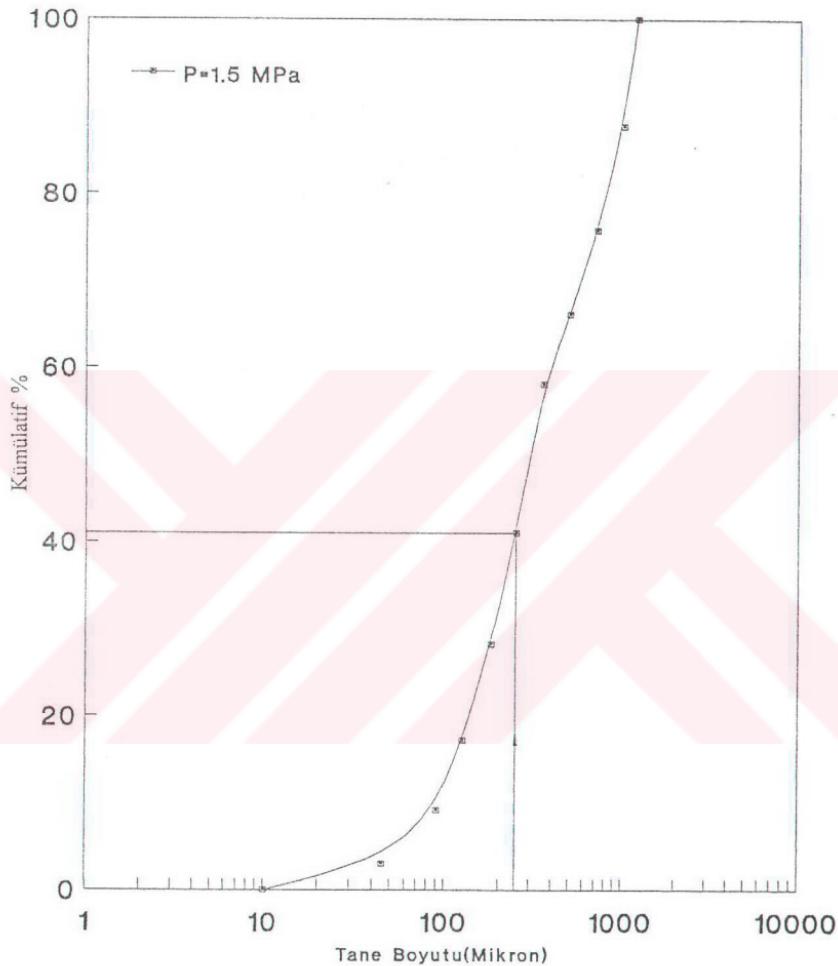
#### ELEK ANALİZİ

<u>Elek açıklığı</u>	<u>Toz % ağ. dağılımı</u>	<u>Kümülatif %</u>
1000	12.65	100.00
-1000/710	12.01	87.35
-710/500	9.26	75.34
-500/355	8.01	66.08
-355/250	17.02	58.07
-250/180	12.48	41.05
-180/125	11.41	28.57
-125/90	8.47	18.16
-90/45	6.25	9.69
-45 (Tava)	3.44	3.44

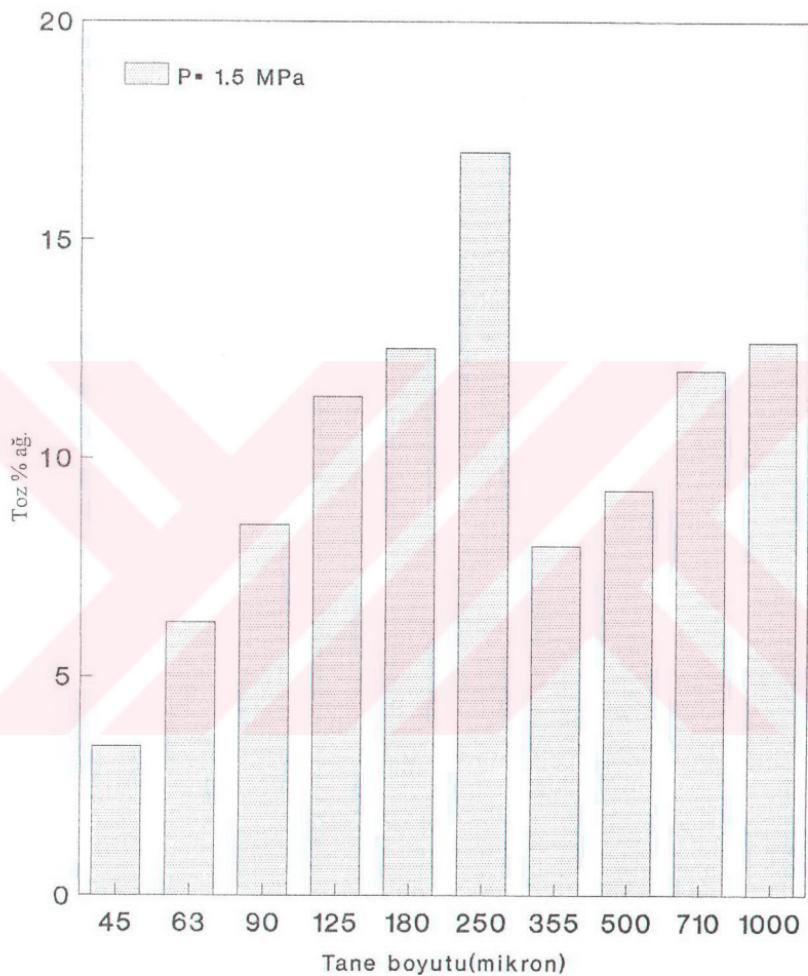
Verim : % 41.05

Standart sapma : 2.45

$d_m$  : 290  $\mu\text{m}$



Şekil 55. 1.5 MPa Basıncı altında yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyütüğü dağılımı kümülatif eğrisi (Kalay, verim %41.05)



Şekil 56. 1.5 MPa yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyüklüğü dağılımı

Tablo 19. Yağ atomizasyonu ile 2.0 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları

Deney No: 10

Jet uzunluğu: 80mm

Nozul sayısı: 2

Nozul açısı: 30°

Aşırı ısıtma: 120°C

Sıvı metal sıcaklığı: 352°C

Tanıış sıvı metal huzme çapı: 4mm

Atomizasyon basıncı: 2.0 MPa

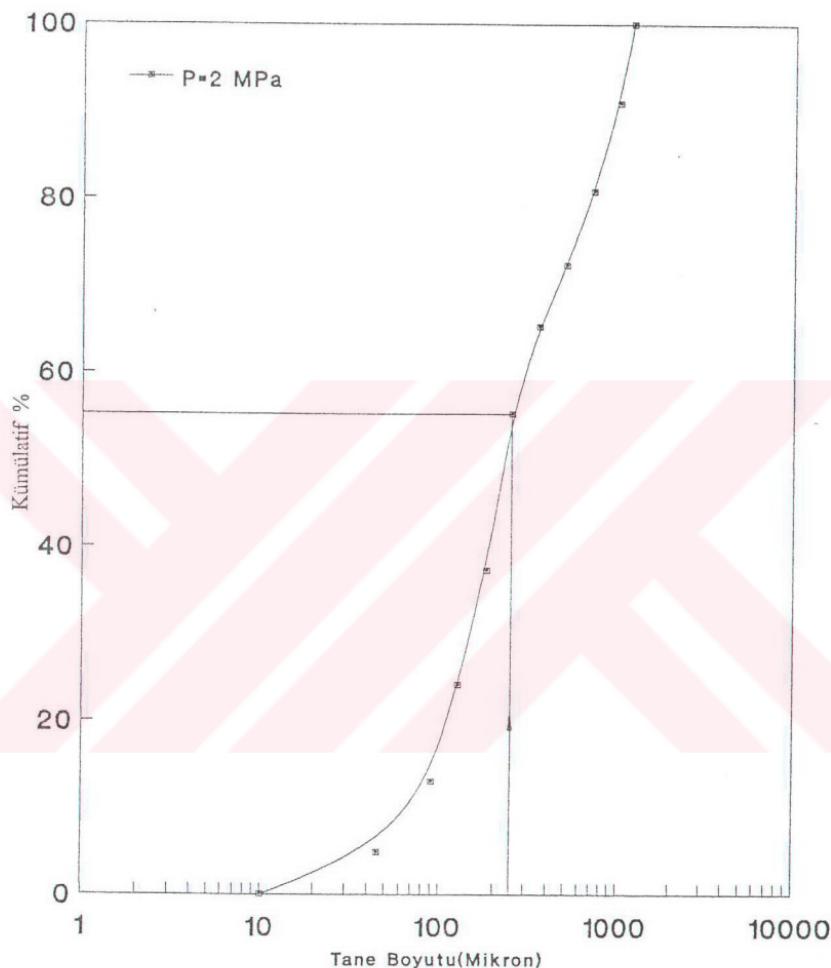
#### FLEK ANALİZİ

<u>Elek açıklığı(µm)</u>	<u>Toz % ağ. dağılımı</u>	<u>Kümülatif toz %si</u>
1000	9.12	100.00
-1000/710	10.11	80.88
-710/500	8.49	80.77
-500/355	7.02	72.28
-355/250	10.01	65.26
-250/180	18.01	55.25
-180/125	13.13	37.24
-125/90	11.11	24.11
-90/45	8.11	13.00
-45 (Tava)	4.89	4.89

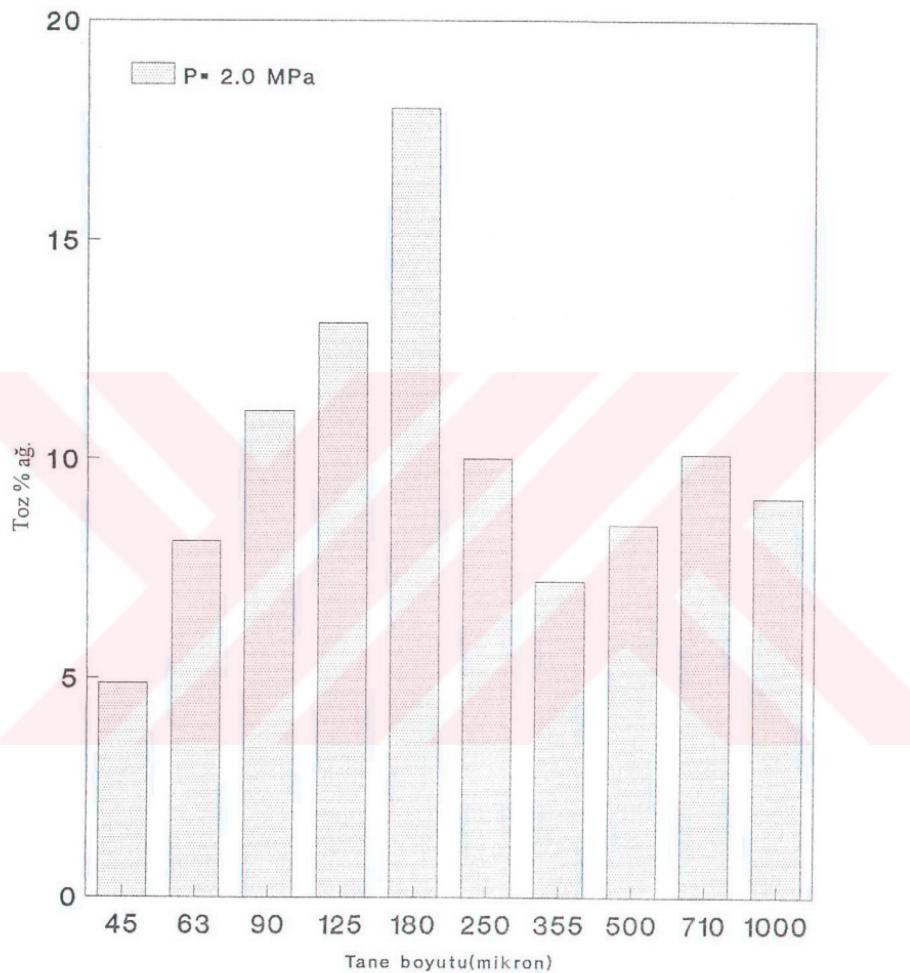
Verim : %55.25

Standart sapma: 2.39

$d_m$ :225 µm



Şekil 57. 2.0 MPa basınçta yağ atomizasyonunda toz parçacık büyüklüğü dağılımı kümülatif eğrisi(Kalay, verim %55.25).



Şekil 58. 2.0 MPa basınçta yağ atomizasyonunda toz tane büyüğlüğü dağılımı

Tablo 20. Yağ atomizasyonu ile 3.0 MPa basınçta üretilen kalay tozu elek analizi sonuçları.

Deney no: 17

Jet uzunluğu: 80mm

Nozul sayısı: 2

Nozul açısı: 30°

Aşırı ısıtma: 120°C

Sıvı metal sıcaklığı: 352°C

Tanıış sıvı metal nozul çapı: 4 mm

Atomizasyon basıncı: 3.0 MPa

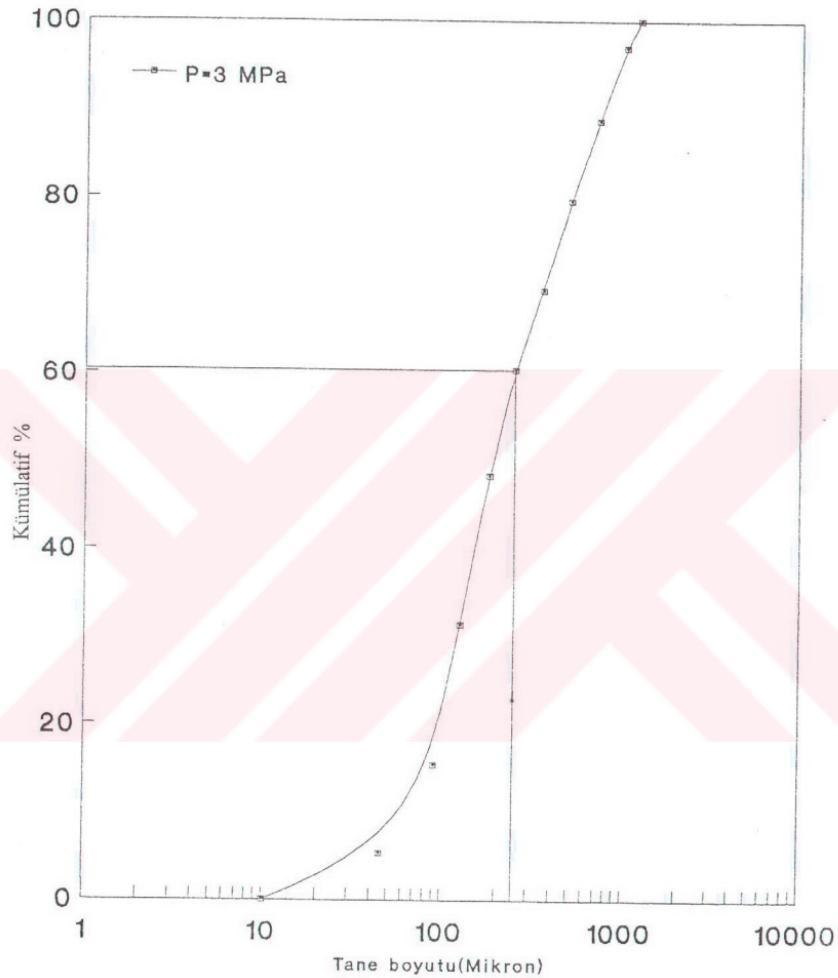
#### ELEK ANALİZİ

<u>Elek açıklığı(µm)</u>	<u>Toz % ağ. dağılımı</u>	<u>Kümülatif toz %si</u>
1000	5.03	100.00
-1000/710	7.30	94.97
-710/500	8.14	87.67
-500/355	10.17	79.53
-355/250	9.01	69.36
-250/180	14.04	60.35
-180/125	15.00	46.31
-125/90	16.03	31.31
-90/45	10.00	15.28
-45 (Tava)	5.28	5.28

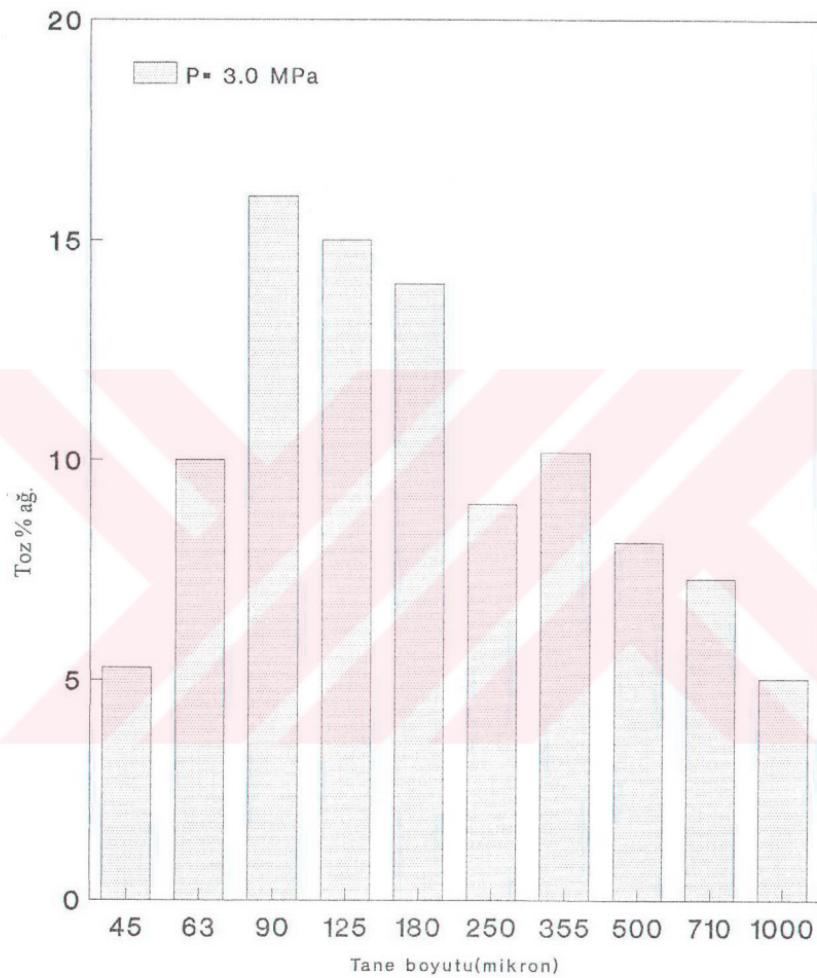
Verim : % 60.35

Standart sapma: 2.18

$d_m$ : 175 µm



Şekil 59. 3.0 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz parçacık büyütüğü dağılımı kümülatif eğrisi (Kalay, Verim % 60.35).



Şekil 60. 3.0 MPa basınçta yağ atomizasyonunda toz tane büyüklüğü dağılımı

Değişik basınçlarda elde edilen kalay tozlarının kümülatif toz oranına göre tane dağılımı şekil 61 ve 62'de gösterilmiştir. Netice olarak Basınç arttıkça ortalama toz tane boyutu küçüldüğü görülmekte dolayısıyla kulanılabilir toz % si (verim) artmaktadır. Şekil 61' de görüldüğü gibi tatbik edilen basınç 0.5 MPa dan 3 MPa çıkışlığında verim yaklaşık %21 den % 60 'a kadar artmaktadır. Bu durum Tablo 21' de görülmektedir. Ayrıca artan basınçla göre tozlardaki standart sapma 2.62 den 2.18 'e inmiştir (Tablo 23).

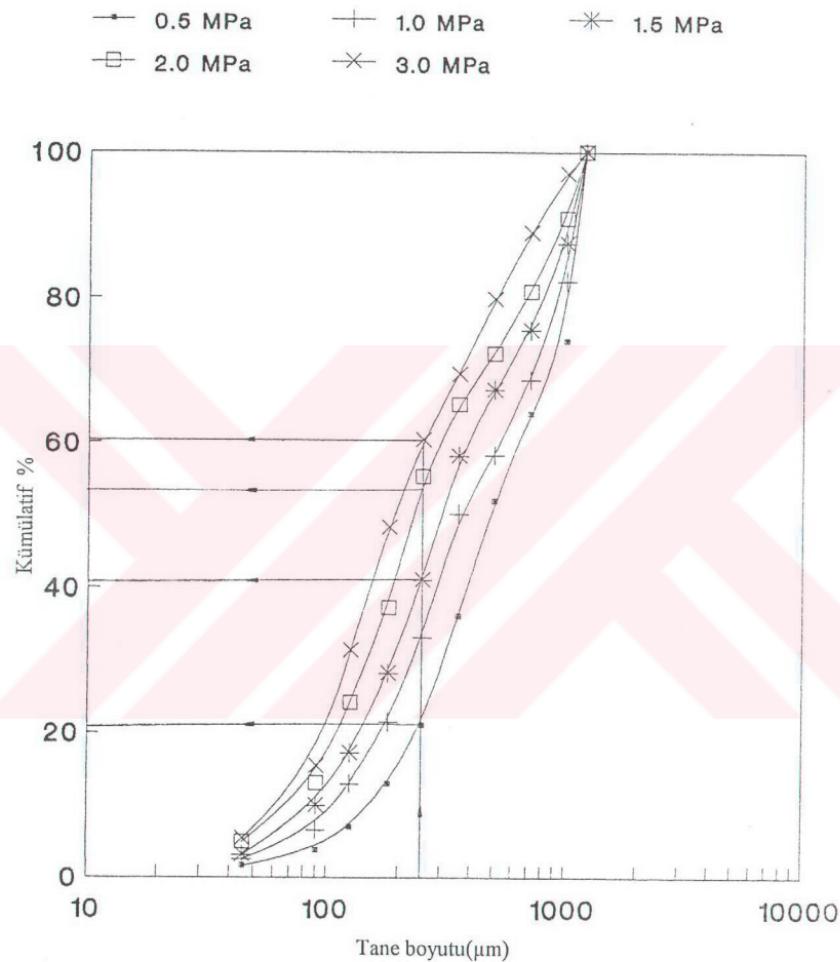
Tablo 21. Yağ atomizasyonunda basınçla göre verim değişimi

Uygulanan Basınç (MPa)	Verim (%)
0.5	20.92
1.0	33.08
1.5	41.05
2.0	55.25
3.0	60.35

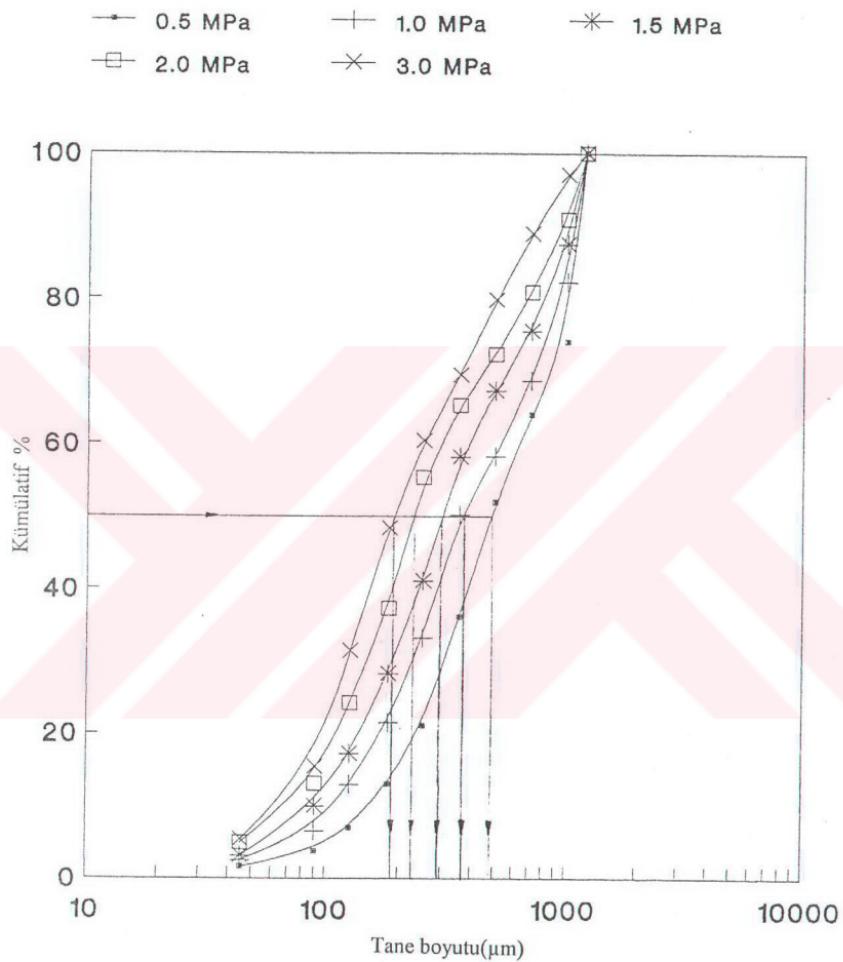
Uygulanan basınçla göre ortalama toz tane boyutu ise Tablo 22 ve Şekil 62' de verilmiştir. Basınç 0.5 MPa dan 3.0 MPa 'a çıkışlığında ortalama toz tane boyutu da  $485\mu\text{m}$  dan  $175\mu\text{m}$  'a inmiştir. Uygulanan düşük ve yüksek basınçta toz yüzdeleri Şekil 63'de karşılaştırılmıştır.

Tablo 22: Ortalama toz tane boyutunun atomizasyon basıncıyla değişimi

Uygulanan basınç (MPa)	Ortalama tane boyutu( $\mu\text{m}$ )
0.5	485
1.0	365
1.5	290
2.0	225
3.0	175



Şekil 61. Değişik basınçlarda üretilen kalay tozlarında verimliliğin basınçla değişimi.



Şekil 62. Değişik basınçlarda üretilen kalay tozlarında, basıncın ortalama tane boyutuna etkisi

Tablo 23. Kalayın yağ atomizasyonunda basınçlara göre standart sapma değerleri

Deney No:20

Jet mesafesi:80mm

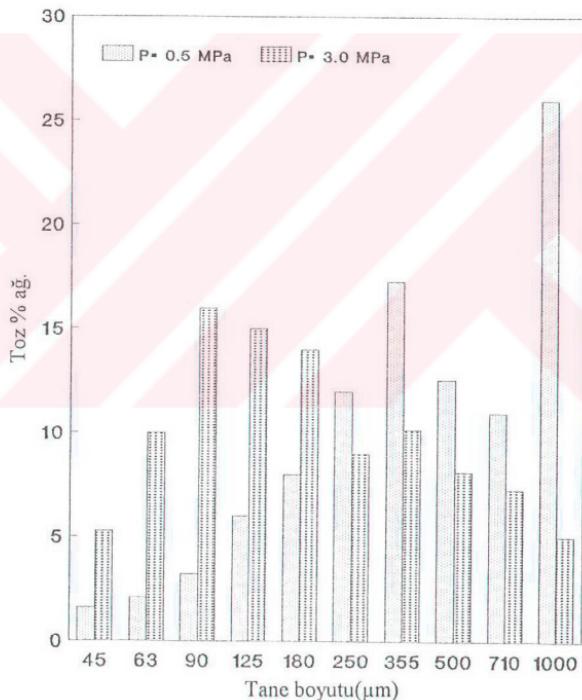
Nozul açısı:30°

Tandış sıvı metal huzme çapı :4mm

Sıvı metal sıcaklığı:340°C

Atomizasyon basıncı (MPa): 0.50 1.00 1.50 2.00 3.00

Standart Sapma: 2.62 2.51 2.45 2.39 2.18



Şekil 63. 0.5MPa ve 3MPa basınçta üretilen kalay tozlarında toz tane boyutu dağılımı

### 3.2. Alüminyum Alaşımlarının Atomizasyonunda Atomizasyon Basıncının Etkisi

Karşılaştırma yapmak amacıyla AA2014 alanında atomizasyon basıncının etkisi incelenmiştir. Ayrıca AA2011 ve ZnAl27 alaşımları da 2.0 MPa basınçta atomize edilerek sonuçlar karşılaştırılmıştır. AA2014 alaşımının atomizasyonunda atomizasyon basıncının etkisi Tablo 24, Şekil 56 ve 57'ye gösterilmiştir. Göründüğü gibi ortalama toz tane boyutu artan atomizasyon basıncı ile azalmaktadır. Ancak ortalama tane boyutundaki azalma ve verimdeki artma kalay'a göre daha az olmaktadır. Diğer alüminyum alaşımı AA2011 Çinko alaşımı ZnAl27 için de aynı atomizasyon basıncında yaklaşık sonuçlar alınmıştır (Tablo 25-26, Şekil 61, 62, 63, 64).

Tablo 24. Yağatomizasyonu ile 2.0 MPa basınçta üretilen AA2014 alaşımı tozu elek analizi sonuçları

Deney no: 24

Jet uzunluğu: 80 mm

Nozul sayısı: 2

Aşırı ısıtma: 120 °C

Sıvı metal sıcaklığı: 770 °C

Tandış sıvı metal nozul çapı: 4 mm

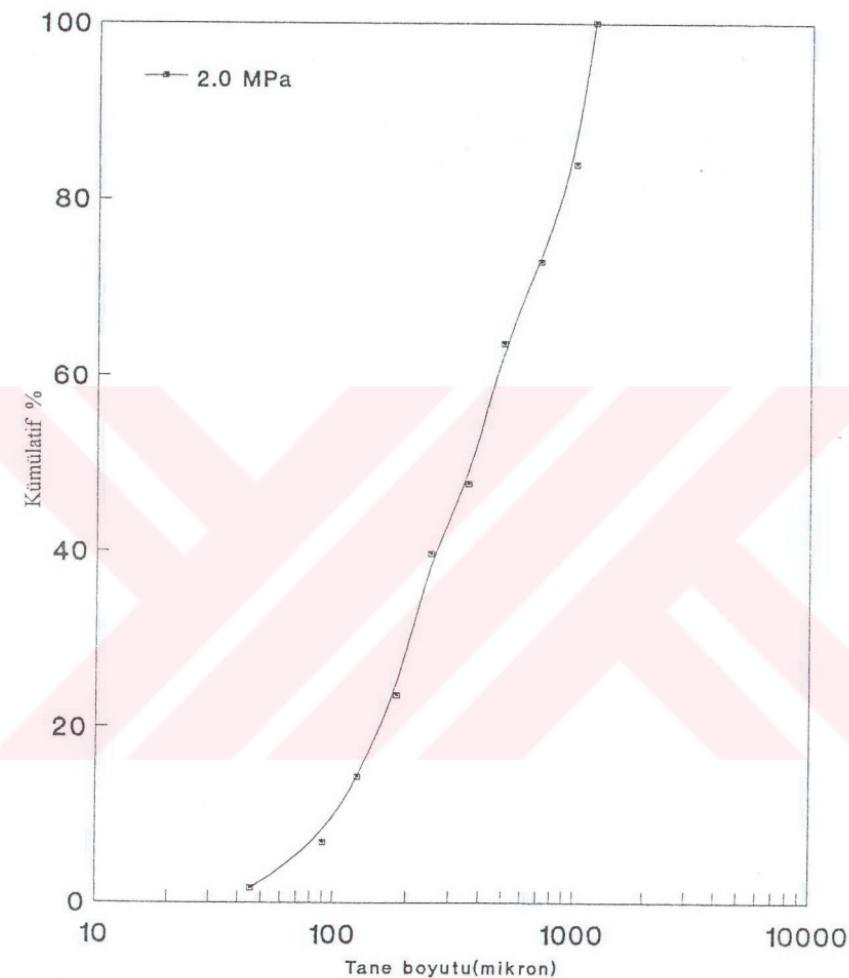
#### ELEK ANALİZİ

<u>Elek açıklığı(µm)</u>	<u>Toz %ağ. dağılımı</u>	<u>Kümülatif toz %si</u>
1000	15.25	100.00
-1000/710	11.05	84.75
-710/500	9.31	73.70
-500/355	14.00	63.89
-355/250	7.92	49.89
-250/180	16.00	41.97
-180/125	9.82	25.97
-125/90	8.05	16.15
-90/45	6.50	8.10
-45 (Tava)	1.60	1.60

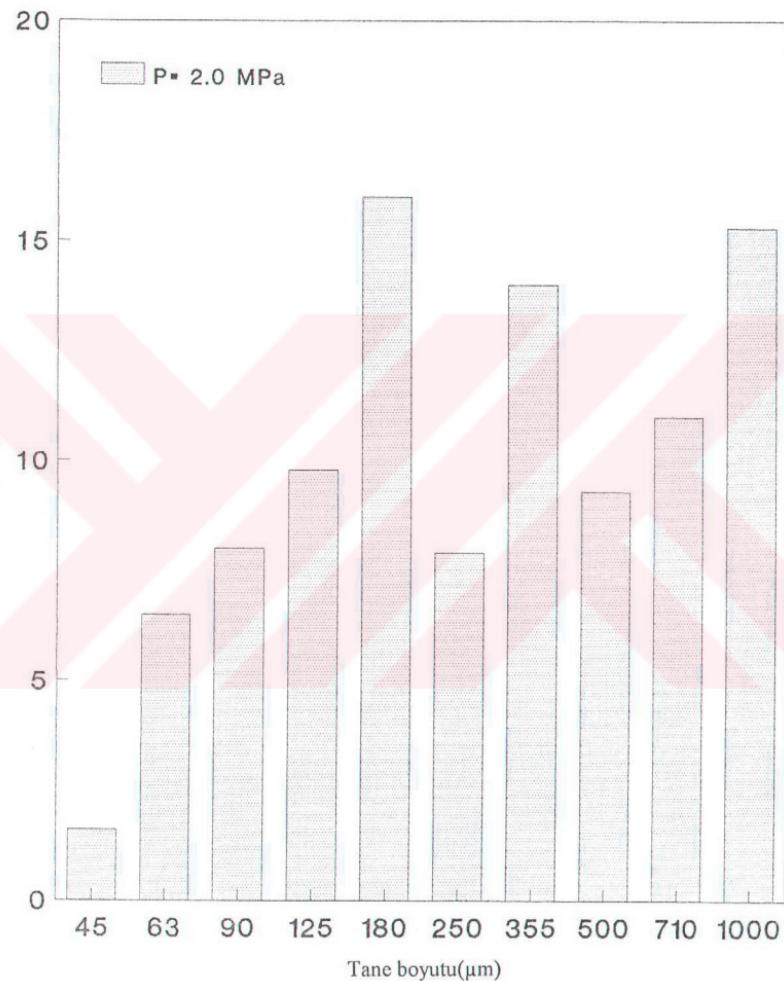
Verim : %41.97

Standart sapma : 2.49

$d_m$  : 296 µm



Şekil 64. 2.00 MPa basınçta yapılan atomizasyonda AA2014 alaşımı tozu toz parçacık büyülüüğü dağılımı kümülatif eğrisi.



Şekil 65: 2.0 MPa basınçta yapılan atomizasyonda toz tane büyüklüğü dağılımı (AA2014).

Tablo 25. 2.0 MPa basınçta üretilen AA2011 alaşımı tozu elek analizi sonuçları.

Deney no: 26

Jet uzunluğu: 80 mm

Nozul sayısı: 2

Nozul açısı: 30°

Aşırı ısıtma: 120 °C

Sıvı metal sıcaklığı: 770°C

Tandış sıvı metal nozul çapı: 4 mm

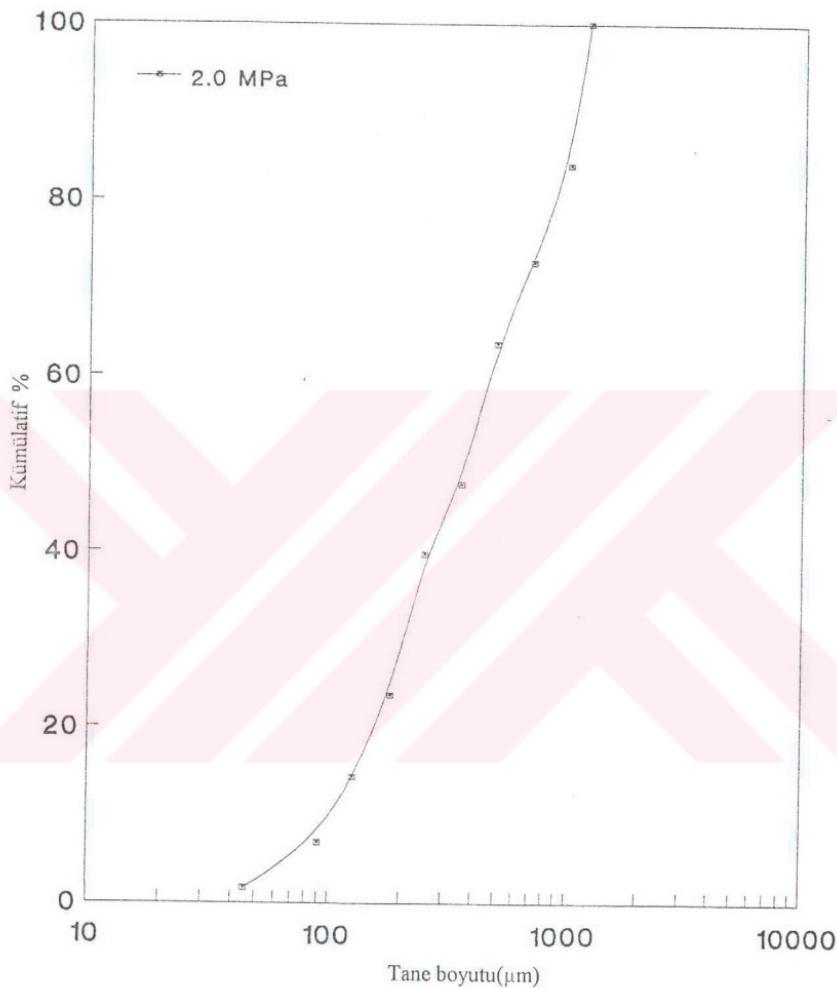
#### ELEK ANALİZİ

<u>Elek açıklığı</u>	<u>Toz %ağ. dağılımı</u>	<u>Kümülatif toz %si</u>
1000	15.24	100.00
-1000/710	11.04	84.76
-710/500	8.15	73.72
-500/355	15.00	65.57
-355/250	8.00	50.57
-250/180	15.92	42.57
-180/125	10.17	26.65
-125/90	8.28	16.48
-90/45	6.68	8.20
-45 (Tava)	1.52	1.52

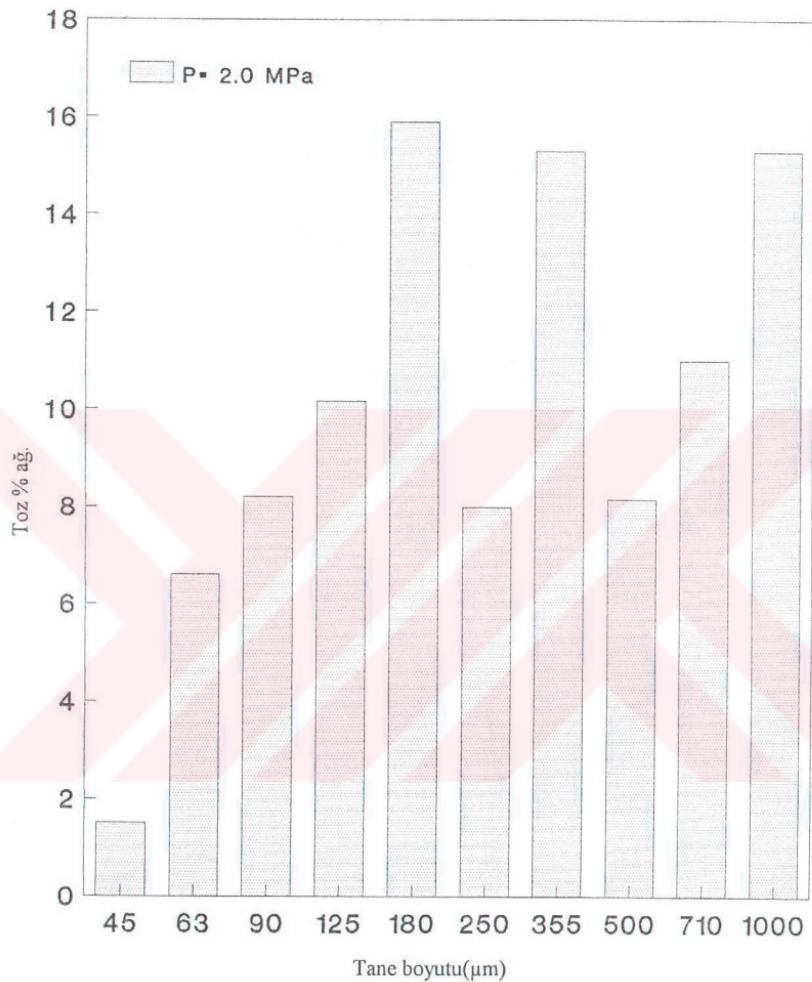
Verim : %43.52

Standart sapma : 2.50

$d_m$  : 298  $\mu\text{m}$



Şekil 66: 2.00 MPa basınçta yapılan atomizasyonda toz parçacık boyutlarının dağılımı kümülatif eğrisi (AA2011)



Şekil 67. 2.00 MPa basınçta yapılan yağ atomizasyonunda toz tane büyüklüğü dağılımı (AA2011).

Tablo 26. Yağ atomizasyonu ile 2.0 MPa basınçta üretilen ZnAl27 alaşımı tozu elek analizi.

Deney no: 28

Jet uzunluğu: 80 mm

Nozul sayısı: 2

Nozul açısı: 30°

Aşırı ısıtma : 120 °C

Sıvı metal sıcaklığı: 750 °C

Tardış sıvı metal nozul çapı : 4mm

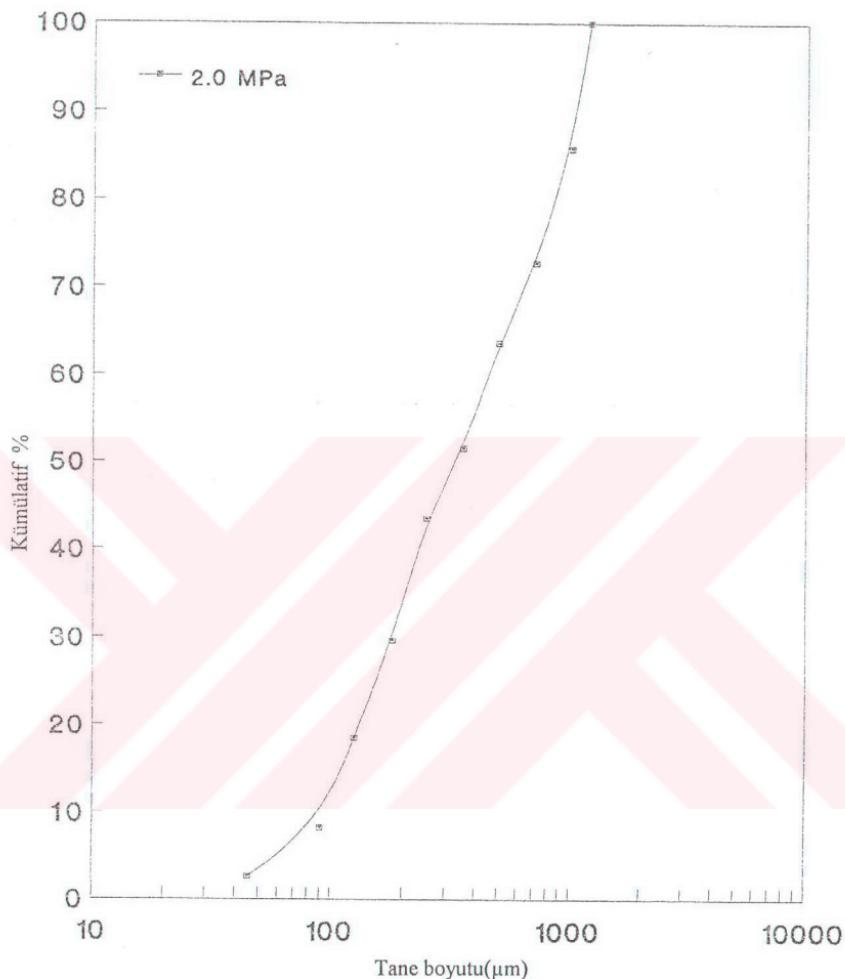
#### ELEK ANALİZİ

<u>Elek açıklığı(µm)</u>	<u>Toz % ağı</u>	<u>Kümülatif toz %si</u>
+1000	14.33	100.00
-1000/710	13.04	85.67
-710/500	9.15	72.67
-500/355	12.00	63.52
-355/250	8.00	51.52
-250/180	13.92	43.52
-180/125	11.12	29.60
-125/90	10.28	18.48
-90/45	5.68	8.20
-45 (Tava)	2.52	2.52

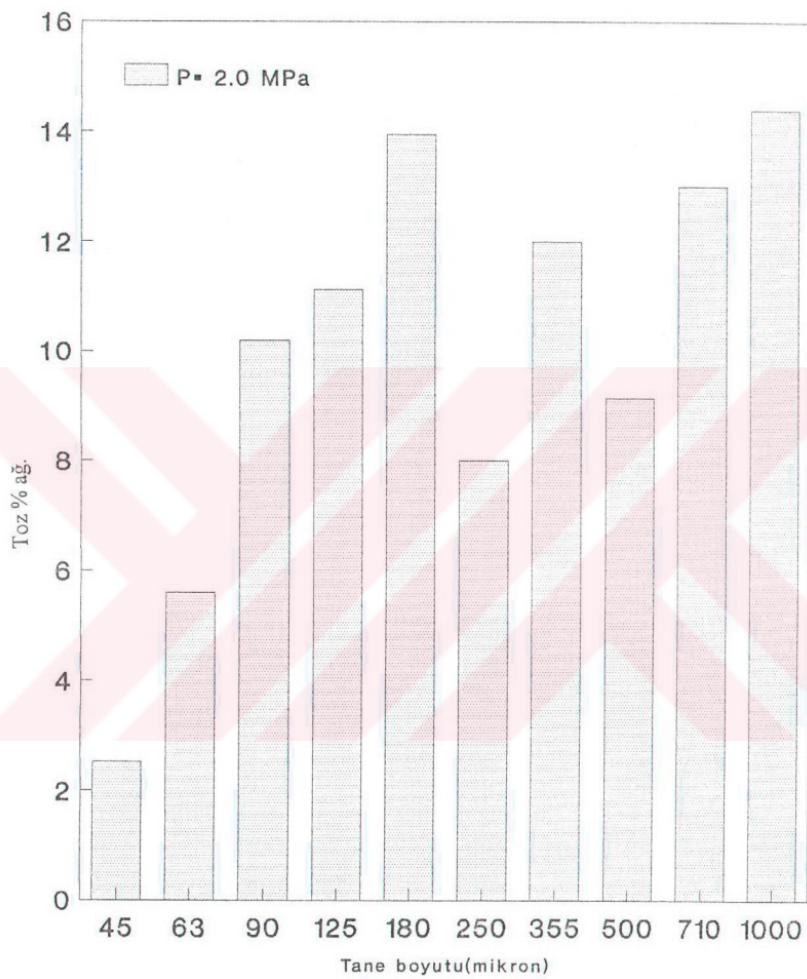
Verim : % 41.58

Standart sapma : 2.58

$d_m$  : 320 µm

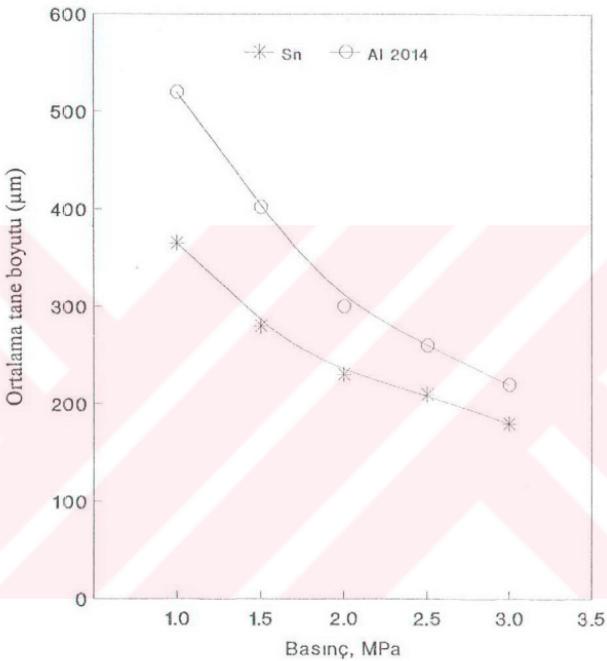


Şekil 68: 2.0 MPa basınçta yapılan atomizasyonda toz parçacık büyütüğü dağılımı kümülatif eğrisi(ZnAl27)



Şekil 69. 2.0 MPa basınçta yağ atomizasyonu, toztane büyüklüğü dağılımı(ZnAl27)

Atomizasyon basıncı ile ortalama toz tane boyutunun değişimi Kalay ve 2014 aluminyum alaşımı için Şekil 70'de verilmiştir. Şeklin incelenmesinden anlaşılabileceği gibi kalay için elde edilen ortalama toz tane büyütüğü, aynı basınç için daha düşük olmaktadır. Yüksek basınçlarda (3.0 MPa ve üstü) her iki eğri birbirine yaklaşmaktadır.



Şekil 70. Kalay ve aluminyum AA2014 alaşımının atomizasyonunda, ortalama tane büyütüğünün, atomizasyon basıncı ile değişimi.

### 3.3. Jet Uzunluğunun Etkisi

Yağ atomizasyonunda jet uzunluğunun etkisi kalay atomizasyonu için incelenmiş olup bulunan değerler Tablo 27'de verilmiştir. Görüldüğü gibi jet uzunluğu arttıkça verim düşmekte dolayısıyla ortalama toz tane boyutu artmaktadır.

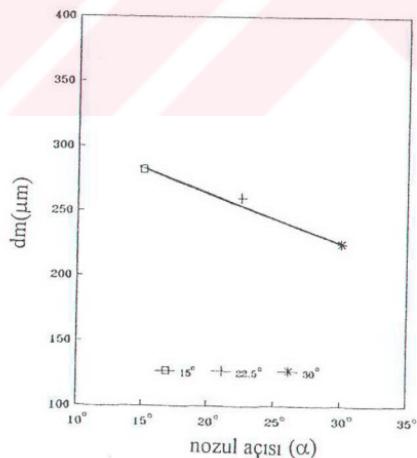
Tablo 27. Yağ atomizasyonunda değişik jet uzunlıklarının kalay tozu üzerinde etkileri

Deney No:66

Jet uzunluğu(mm)	60	75	130
Jet açısı (derece)	30	30	30
Tanış sıvı metal huzme çapı (mm)	4	4	4
Sıvı metal sıcaklığı (°C)	352	352	352
Yağ basıncı (MPa)	2.00	2.00	2.00
Verim (%)	62.25	58.71	41.01
$d_m$ ( $\mu\text{m}$ )	206	215	293

### 3.4. Nozul Açısının Etkisi

Kalay tozu üzerinde nozul açısının etkisi Tablo 28' de ve Şekil 71'de görülmektedir. Görüldüğü gibi nozul açısı  $15^\circ$  den  $30^\circ$  ye çıkarıldığında ortalama toz tane boyutu  $280\mu\text{m}$  dan  $225\mu\text{m}$ 'a düşmektedir.



Şekil 71. Nozul açısının ortalama toz tane boyutuna etkisi

Tablo 28. Nozul açısının ortalama toz tane boyutuna etkisi

Deney no:68			
Nozul açıları( $\alpha$ )	15°	22.5°	30°
Nozul sayısı	2	2	2
Jet uzunluğu(mm)	80	80	80
Basınç (MPa)	2.0	2.0	2.0
Sıvı metal sıcaklığı	350	350	350
Tanıış sıvı metal huzme çapı(mm)	4	4	4
<u>ELEK ANALİZİ</u>			
1000	12.113	10.004	9.120
-1000/710	11.672	10.558	10.115
-710/500	9.268	9.600	8.492
-500/355	9.034	8.725	7.005
-355/250	13.710	12.730	10.013
-250/180	16.537	17.082	18.016
-180/125	10.773	12.351	13.117
-125 /90	8.609	9.034	11.118
-90/63	5.645	6.619	8.114
-45 (Tava)	2.639	2.920	4.890
$d_m$ ( $\mu\text{m}$ )	280	264	225
Verim (%)	44.203	48.028	55.255

### 3.5. Aşırı Isıtmanın Etkisi

Atomizasyonda ergime noktası veya likidüs sıcaklığı üzerinde yapılan ısıtmaya aşırı ısıtma adı verilir. Bu çalışmada 120 °C ve 200 °C aşırı ısıtma miktarında elde edilen sonuçlar Tablo 29 'de verilmiştir. Görüleceği gibi verim bir miktar artmakta birlikte çok belirgin bir fark yoktur. Ancak Tablo 30 'de görüldüğü gibi yüksek aşırı ısıtmada oksijen miktarı artmaktadır.

Tablo 29: Kalayın yağ atomizasyonunda, aşırı ısıtmanın etkisi

Deney no:69

Jet uzunluğu:80 mm, Nozul sayısı : 2, Nozul açısı:30°, Sıvı metal huzme çapı : 4mm  
Basıncı: 2.0 MPa

Aşırı Isıtma:	120°C ↓	200°C ↓
---------------	------------	------------

ELEK ANALİZİ

Elek açıklığı ( $\mu\text{m}$ )	Elek altı toz % si	Elek altı toz % si
1000	9.120	9.007
-1000	10.115	11.031
-710	8.492	7.212
-500	7.005	6.040
-355	10.013	9.900
-250	18.016	18.263
-180	13.117	13.393
-125	11.118	10.305
-90	8.114	9.426
-45	4.890	5.423
Verim(%)	55.255	56.810
dm ( $\mu\text{m}$ )	225	219

Tablo 30. Kalayın su ve yağ atomizasyonunda aşırı ısıtmanın oksijen miktarına etkisi.

	Su atomizasyonu* O <sub>2</sub> (ppm)	Yağ atomizasyonu** O <sub>2</sub> (ppm)	Atomize edilen Metal veya alaşım
Aşırı ısıtma	120°C	640	160
Aşırı ısıtma	200°C	680	182

\*Onur, A.[73]

\*\*Bu Çalışma

### 3.6. Tandış Akış Deliği Çapının Etkisi

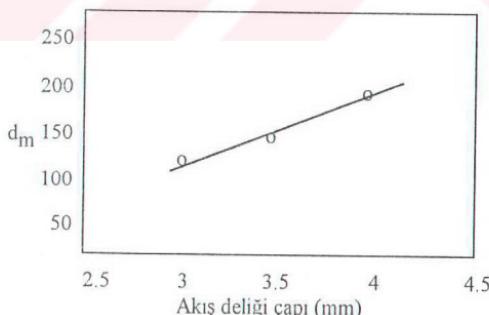
Atomizasyonda ortalama toz tane büyüklüğünü etkileyen en önemli faktörlerden bir taneside tandış dibindeki sıvı metal akış deliği çapıdır. Bu delik çapı arttıkça, sıvı metal debisi artacaktır.

Bu çalışmada kalay tozu üretiminde sıvı metal akış deliği çapının ortalama tane boyutu ve verime etkisi Tablo 31 ve Şekil 72'de verilmiştir.

Tablo 31. Yağ atomizasyonu ile kalay tozu üretiminde sıvı metal akış deliği çapının ortalama tane boyutu ve verime etkisi

Tandış delik çapı(mm)	$d_m(\mu\text{m})$	Verim(%)
4.0	175	60.355
3.5	148	64.628
3.0	125	68.249

Basınç: 3.0 MPa



Şekil 72. Sıvı metal akış deliği çapının, ortalama tane boyutuna etkisi  
(Nozul açısı:  $30^\circ$ , Basınç: 3.0 MPa)

### 3.7. Toz Özelliklerinin İncelenmesi

#### 3.7.1. Tozların Oksitlenme durumu

Yağ atomizasyonu ile üretilen tozlardaki oksijen miktarı bölüm 5.1.5. de anlatıldığı gibi 5 g kalay tozu alınıp alüminia kayıkçık içine konduktan sonra atmosfer kontrollü fırında saf hidrojen gazi altında 550 °C da 30 dakika tavlanarak gerekli ölçümler yapılmıştır. Bulunan sonuçlar Tablo 30 ve Tablo 32 'de verilmiştir. Yağ atomizasyonu ile imal edilen AA2011 alüminyum合金 tozlarındaki oksijen miktarı ise TÜBİTAK Enstrumetal Analiz Laboratuvarında ölçülmüş ve Tablo 32'de verilmiştir. Dunkley tarafından yapılan alüminyumun su ile atomizasyonunda oksijen miktarı yaklaşık %6 olarık bulunmuştur. Görüldüğü gibi yağ atomizasyonunda oksitlenme daha az olmaktadır. Atomizasyon ortamı, tozların temizlenmesi ve kurutulması soy gaz atmosferinde yapıldığında oksijen miktarı dahada azalacaktır.

Tablo 32: -125/45  $\mu\text{m}$  boyutundaki kalay ve AA2011合金 tozlarında oksijen miktarı

<u>Metal</u>	<u>Atomizasyon</u>	<u>Oksijen miktarı, ppm</u>		<u>Kaynak</u>
		<u>Atomizasyon sonrası</u>	<u>Uzun süre bekleme sonrası</u>	
AA2011	Yağ	480	900	Bu çalışma
Al	Su	6000	-	Dunkley[65]
Sn	Yağ	160	260	Bu çalışma
Sn	Su	620	-	Dunkley[77]
Zn Al27	Yağ	690	1830	Bu çalışma
304 L	Su	2000	-	"
316 L	Su	2600	-	"
Fe	Su	4855	-	"
Cu	Su	387	-	"
Ni	Su	645	-	"

### 2.7.2. Akış Hızı ve Görünür Yoğunluk

İmal edilen tozların akış hızı bölüm 5.2.6. da açıklandığı gibi, 50g kurutulmuş toz alınarak akıcılığı, Hall akış aparatı ile ölçülmüştür[54]. Bulunan sonuçlar başka araştırmacıların bulduğu sonuçlarla birlikte Tablo 33'de verilmiştir.

Tablo 33. Değişik üretim metodlarına göre metal tozu akıcılığı

Atomizasyon yöntemi	Metal	Gör. Yoğ.(ρ <sub>g</sub> )	Akış süresi(s)	Kaynaklar
Gaz atomizasyonu	Sn	3.26	24.5	Dönmez,[78]
Su atomizasyonu	Sn	1.40	70	Onur, [74]
Yağ atomizasyonu	Sn	2.13	47.5	Bu çalışma
Su atomizasyonu	paslanmaz çelik	2.2	45	Klar,[80]
" "	"	1.8	50	" "

Bilindiği gibi düzgün şekilli küresel tozların görünür yoğunluğu yüksek olduğu gibi akışkanlığı da yüksektir. Tablo 33'de görüldüğü gibi yağ atomizasyonu ile üretilen tozlar görünür yoğunluk ve akış hızı bakımından gaz ve su atomizasyonu yöntemlerinin arasında yer almaktadır. Yağ atomizasyonu ile üretilen değişik bileşimdeki tozların tane boyutuna bağlı olarak ölçülen görünür yoğunlukları Tablo 34'de verilmiştir. Beklendiği gibi iri taneli tozların görünür yoğunlukları daha yüksek çıkmaktadır. Toz tane boyutu küçüldükçe toz şeklinin daha düzenli olması nedeni ile görünür yoğunlukta bir miktar artma gözlemlenmektedir.

Tablo 34. Yağ atomizasyonu ile üretilen değişik metal tozlarının görünür yoğunluklarının tane büyütülüğü ile değişimi

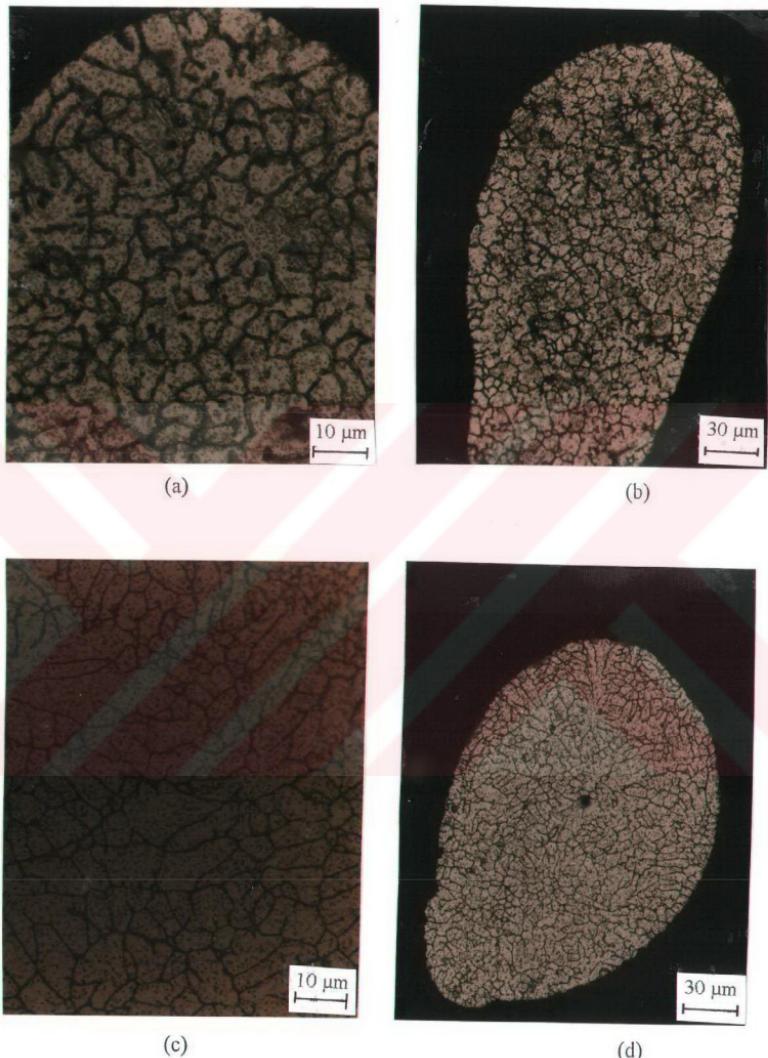
Metal	d <sub>m</sub> (μm)	Görünür Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
KALAY	-500/355	3.000
"	-355/250	2.475
"	-250/180	2.137
"	-180/125	2.072
"	-125/63	2.074
"	-63	2.430

Tablo 34'ün devamı

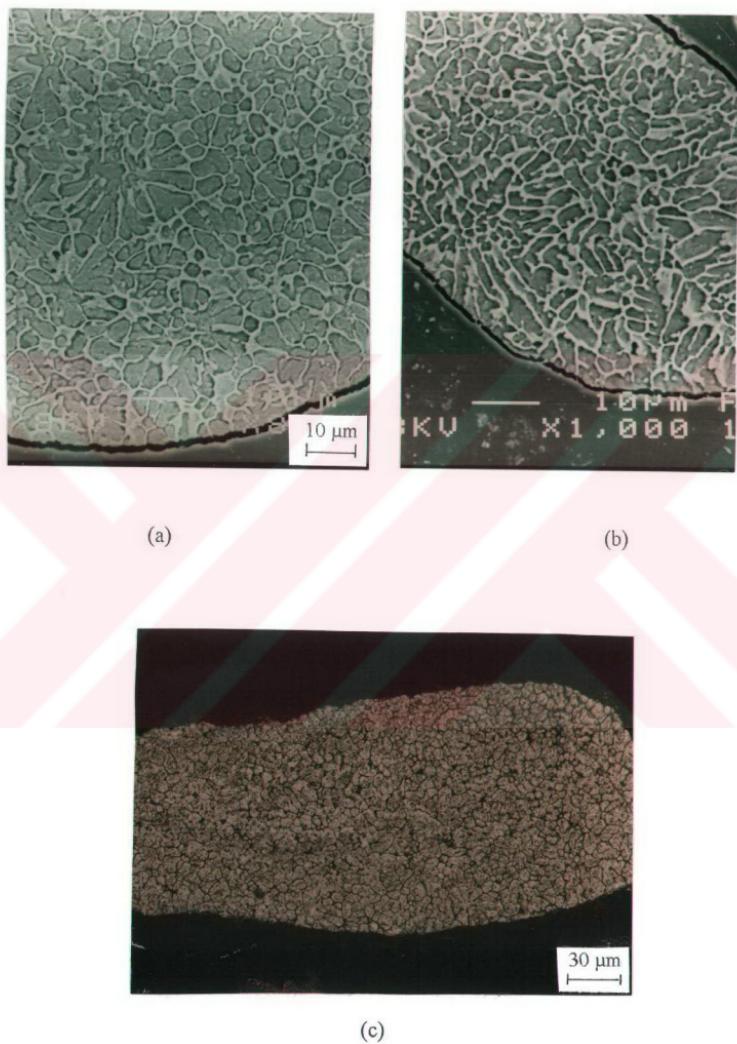
Metal	$d_m$ ( $\mu\text{m}$ )	Görünür Yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
AA2011	-500/355	0.838
"	-355/250	0.838
"	-250/180	0.837
"	-180/125	0.836
"	-125/90	0.836
"	-63	0.950
AA2014	-500/355	0.839
"	-250/80	0.836
ZnAl27	-355/250	1.156
"	-250/180	1.155
"	-180/125	1.154
"	-125/90	1.155
"	-90	1.370

### 3.7.3. Tozların İç Yapısı ve Yağ Atomizasyonunda Soğuma Hızı

Bu çalışmada yağ atomizasyonu yöntemiyle üretilen AA2014, AA2011 ve ZnAl27 alaşımlarının tozlarının mikro yapıları Şekil 73 ve 74'de gösterilmiştir. Dendritik hücre büyüğlüğü tozun tane boyutu ile değişmektedir. İnce tozlarda soğutmanın daha hızlı olması nedeniyle dendrit kolları arası mesafe daha küçük olmaktadır. Bu durum atomizasyonda toz üretiminde, bütün araştırmacıların gözlediği durumdur [13, 16, 25, 42, 81, 82].



Şekil 73. Yağ atomizasyonu ile üretilen tozların mikro yapıları.  
 a) AA2011, 80 $\mu$  b)AA2011, 160 $\mu$  c) AA2014, 200 $\mu$  d) AA2014, 160 $\mu$



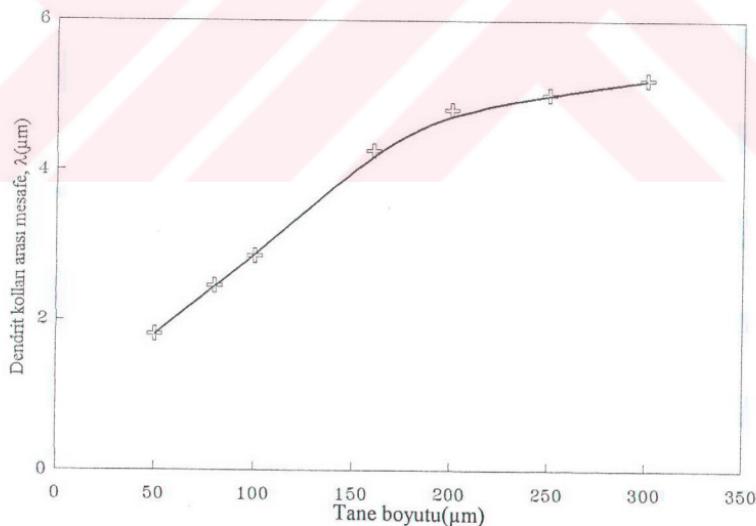
Şekil 74. Yağ atomizasyonuyla üretilen tozların mikro yapıları  
a) (SEM) AA2014, 100 $\mu$  b) (SEM) AA2011, 60 $\mu$  c) ZnAl27, 150 $\mu$

Tozların mikro yapıları üzerinde doğrusal kesitreme yöntemiyle yapılan dendritik hücre büyülüğu ölçümlerinde toz tane büyülüğu ile değişmekte birlikte bulunan değerler Tablo 35'de verilmiştir.

Tablo 35. Tane boyutlarına göre dendrit kolları arası mesafelerin ( $\lambda$ ) değişimi.

Metal veya alaşım adı	Tane boyutu ( $\mu\text{m}$ )	Dendrit kol mesafesi ( $\mu\text{m}$ )
AA2011	80	2.45
AA2011	100	2.85
AA2011	160	4.25
AA2011	180	4.60
AA2014	50	1.80
AA2014	160	4.50
AA2014	200	4.95
ZnAl27	150	4.25

Bu çalışmada bulunan tane boyutlarına göre, sekonder dendrit kol mesafeleri değişimi Şekil 75' de verilmiştir.



Şekil 75. AA 2014 alaşımının yağ ile atomizasyonunda toz tane boyutlarına göre sekonder dendrit kol mesafesi değişimi.

Alüminyum alaşımları için Grant tarafından verilen soğuma hızı ile dendrit kol mesafesi ilişkisi Şekil 76'da verilmiştir[38]. Buna göre bu çalışmada bulunan soğuma hızı değerleri incelendiğinde toz tane büyüklüğüne bağlı olarak  $10^2 - 10^4$  °C arasında olduğu anlaşılmaktadır. Joly ve Mehrabian tarafından yapılan çalışmalar da yaklaşık aynı sonuçlar bulunmaktadır[82].

Alüminyum alaşımlarında hızlı katılıştırma için Jansen ile Jones tarafından verilen soğuma hızı sınırı  $10^3$  K/s dir[83, 84]. Bu çalışmada bulunan sonuçlara göre yağ atomizasyonu ile hızlı katılıştırma yapmak mümkündür.

Vetter ve arkadaşları dendrit kol mesafesi ile soğuma hızı arasındaki ilişkiyi aşağıdaki formülle vermişlerdir[ 31].

$$\lambda = B \cdot \epsilon^{-n} \quad (34)$$

Burada:

$\lambda$  : Dendrit kol aralığı

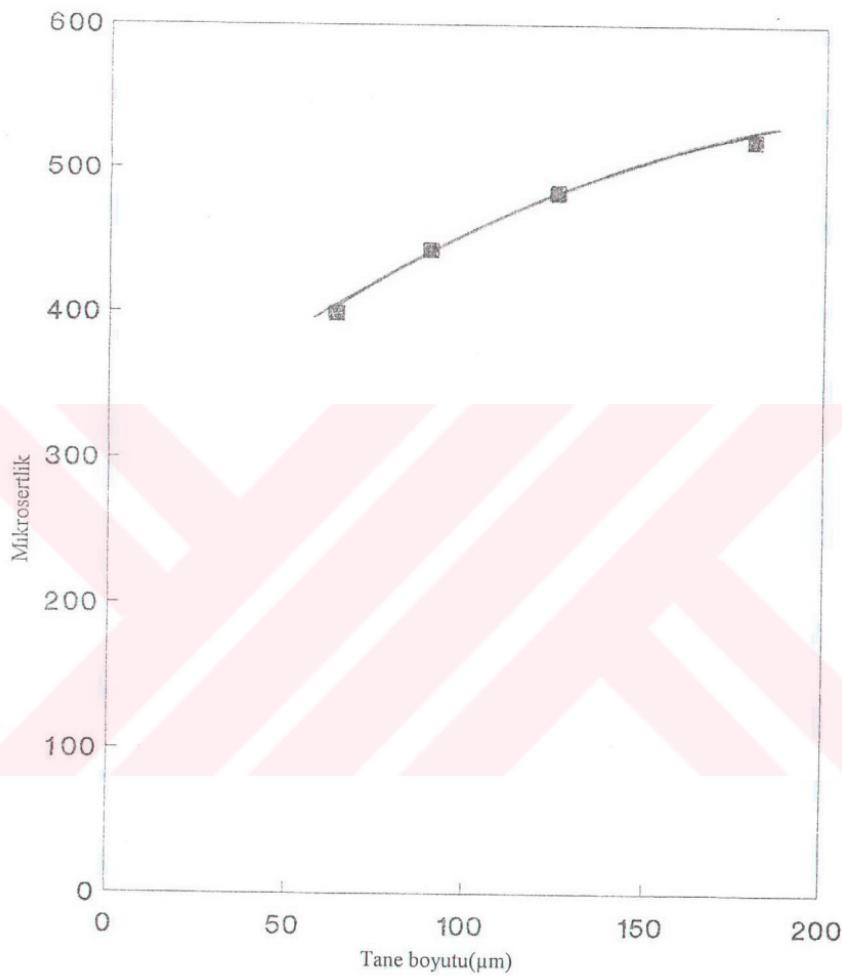
$B = 160$ ,  $n = 0.4$  olarak sabit olup,

$\epsilon$  ise soğuma hızıdır(K/s)

Bu çalışmada elde edilen bulgular bu formüle uygulandığında soğuma hızı yine yukarıdaki bulgulara uygun olarak yaklaşık  $10^3 - 10^4$  K/s arasında bulunmaktadır.

Toz tane boyutuna göre iç yapı değiştiği gibi mikro sertlik değerleri de değişmektedir. Bu çalışmada üretilen AA2014 alaşımı tozlarının mikro sertlik değerlerinin toz tane boyutu ile değişimi Şekil 77 'de verilmiştir. Göründüğü gibi tane boyutu arttıkça mikro sertlik değerleri artmaktadır. Toz tane boyutu küçüldükçe metalografik tane büyüklüğünün azalmasına rağmen bu sertlik artışıının nedeni atomizasyon sırasında katılışma sonrası daha fazla ısı içeren iri taneli tozların kendi kendini ısıtarak yaşlanması ile açıklanabilir.

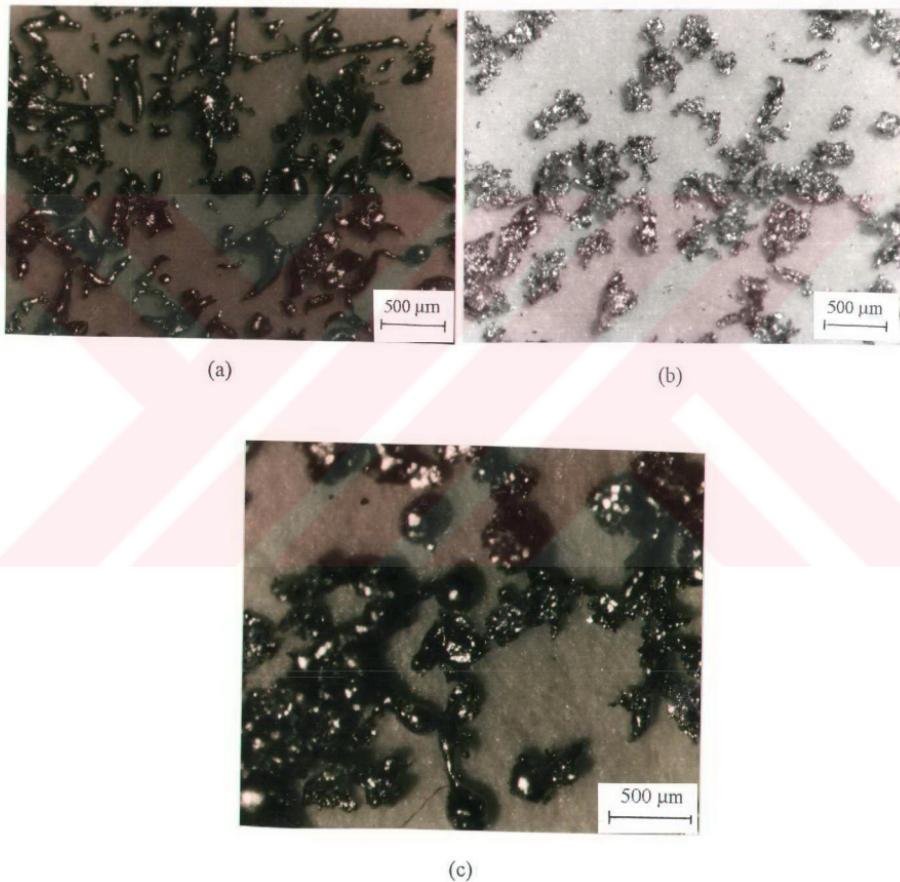




Şekil 77. AA2014 tozlarında tane boyuna göre mikro sertlik değerleri

### 3.8. Yağ Atomizasyonu ile Üretilen Tozların Tane Şekli

Üretilen kalay tozlarının tane şekli gaz, hava, yağı ve su atomizasyonu ile karşılaştırılmış olarak Şekil 78 'da verilmiştir.



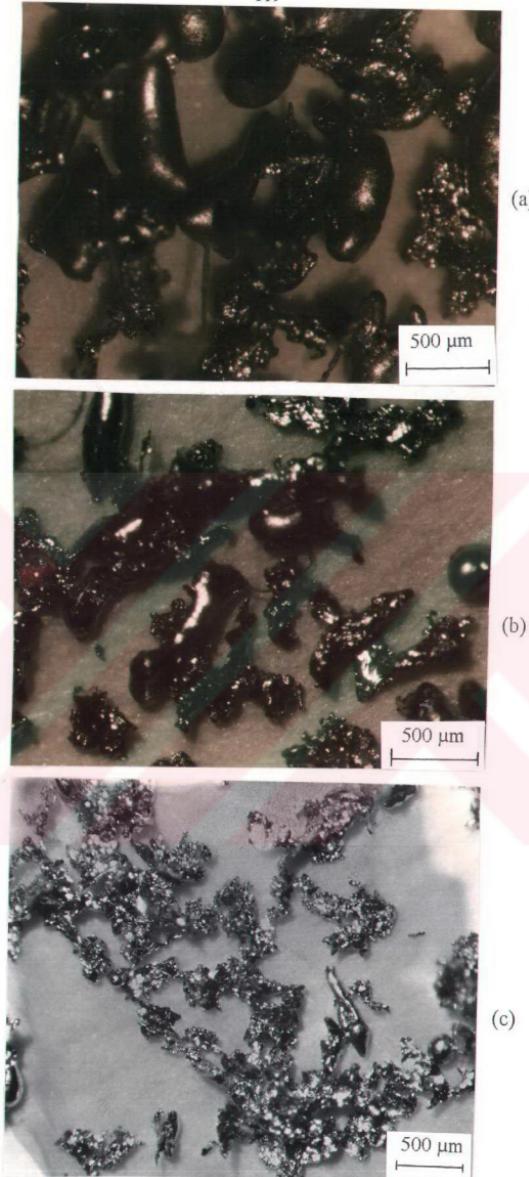
Şekil 78. Değişik yöntemlerle atomize edilmiş kalay tozları  
a) Gaz[74]      b) Su[73]      c) Yağ[Bu çalışma]

Göründüğü gibi yağ atomizasyonu ile üretilen tozlar şekil yönünden su ile gaz(hava) atomizasyonu arasında yer almaktadır.

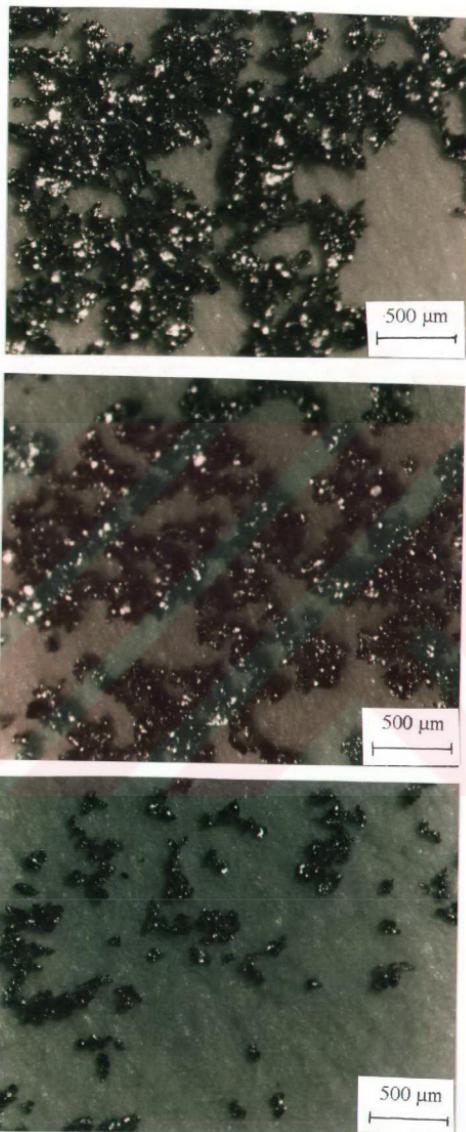
Stereo mikroskopta fotoğrafı çekilen kalay tozları azalan tane boyutuna göre Şekil 79 ve 80'de, yine kalay tozlarının Tarama Elektron Mikroskopunda çekilmiş olan fotoğrafları Şekil 81 ve 82 'de görülmektedir. Söz konusu şekil dikkatle incelendiğinde iri tozların yumru biçiminde ve dış yüzeylerinin gözeneksiz olduğu, orta irilikte olanların (-250/180 $\mu\text{m}$ ) daha düzensiz şekilli(bazları yapraksi) ve gözenekli olduğu görülmektedir. Arada yapışık tozlara da rastlanmaktadır. Fakat daha ince tozlar (-63/45 $\mu\text{m}$ ) incelenliğinde pul yapılı tozların yanında küresel ve iğne şekilli tozların oranının azalan tane boyutu ile arttığı dikkati çekmektedir.

Alüminyum alaşımının(AA2011, AA2014) toz tane şekilleri arasında önemli bir fark gözlenmemiştir. Bu nedenle AA2011 ve 2014 alaşımı tozlarının Stereo mikroskopta çekilen fotoğrafları Şekil 83'de, AA2011 alaşımının Tarama elektron mikroskopunda(SEM) çekilen fotoğrafları ise Şekil 84 ve 85 'de verilmiştir. Şekil 83 , Şekil 84 ve Şekil 85 incelendiğinde toz şekillerinin kalaya göre daha düzensiz ve dış yüzeylerinin daha pürüzsüz olduğu görülmektedir. Tozlar nispeten sıvı uçlu ve çubuksu şekilde olup küresel şekilli toza kalaydaki kadar sık rastlanmamaktadır. Tarama elektron mikroskop mikroskopunda çekilen fotoğraflar incelendiğinde küçük boyutlu tozların damlacık şeklinde ve çubuksu parça cıklardanoluştugu (Şekil 85), orta irilikteki tozların daha düzensiz şekilli ve gözenekli yapıda olduğu görülmektedir (Şekil 84 ).

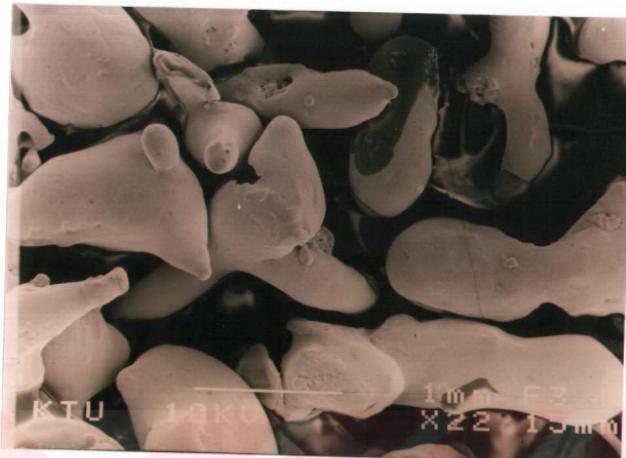
ZnAl27 alaşının tozlarının stereo mikroskop görüntüsü Şekil 86 'da verilmiştir. Göründüğü gibi tane şekli düzensiz olup yüzey düzgünlüğü açısından kalayla alüminyum alaşımı arasında yer almaktadır. Toz tane boyutu küçüldükçe toz şekilleri küresel yaklaşmaktadır. Karşılaştırma yapmak amacıyla dört değişik metalin eşit boyuttaki tozları Şekil 87' de verilmiştir.



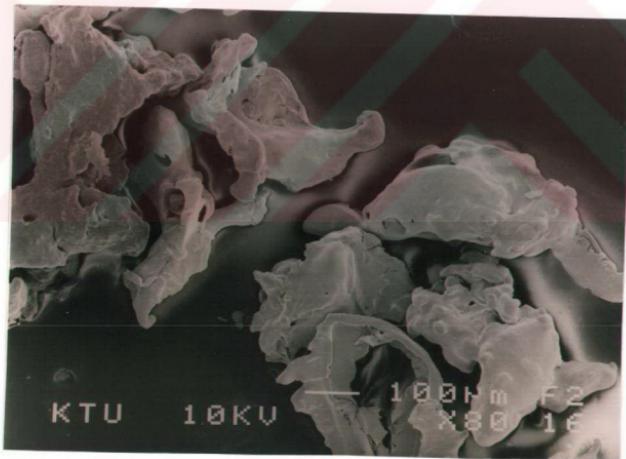
Şekil 79. Yağatomizasyon ile üretilen kalay tozlarının azalan tane boyutlarına göre tane şıkları. a) -500/250      b) -350/250      c) -250/180



Şekil 80. Yağatomizasyon ile üretilen kalay tozlarının azalantane boyutlarına göre tane şekilleri. a) -180/125 b) -125/90 c) -90/63

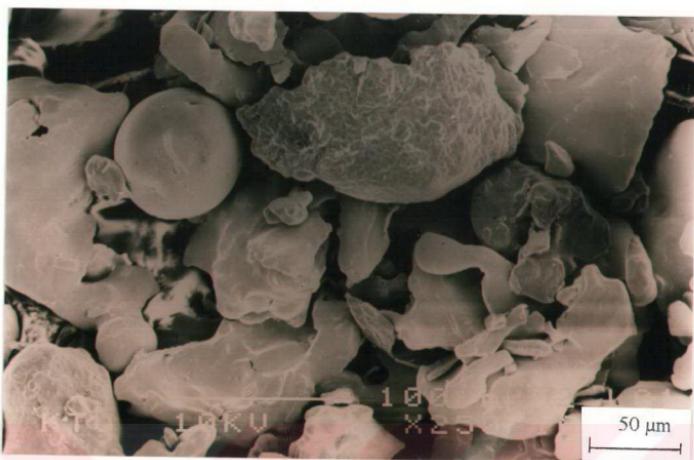


(a)

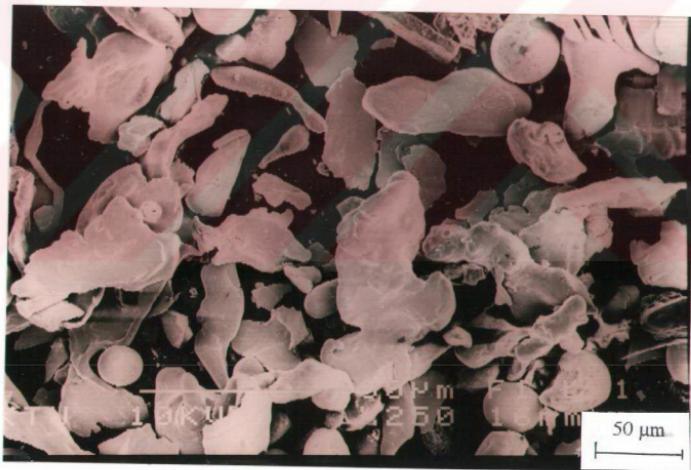


(b)

Şekil 81. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozları  
a) -355/250      b)-250/180



(a)



(b)

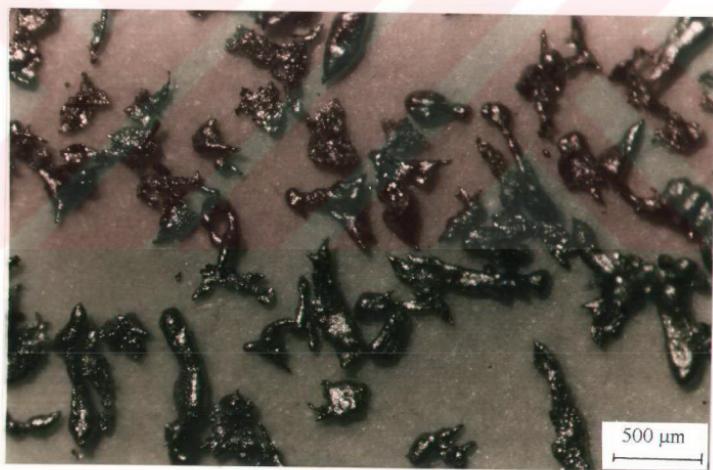
Şekil 82. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozları

(a) -90/63

(b) -63/45



(a)



(b)

Şekil 83. Yağ atomizasyonu ile üretilen AA2011 ve AA2014 alaşımı tozları  
a) AA2011      b) AA2014



(a)



(b)

Şekil 84. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen AA2011 alaşımı tozları

a) -355/250                  b) -180/125



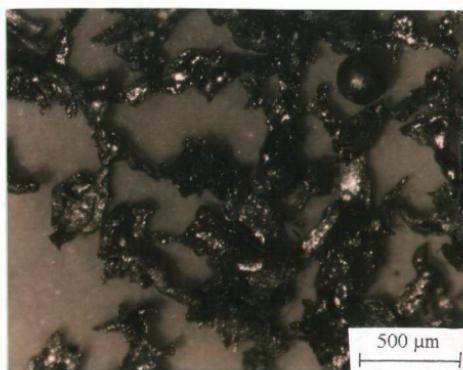
(a)



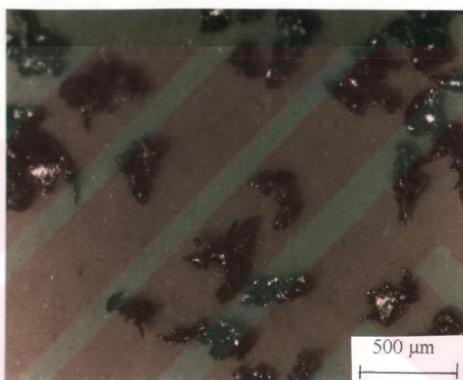
(b)

Şekil 85. (SEM) Yağ atomizasyonu ile üretilen AA2011 alaşımı tozları

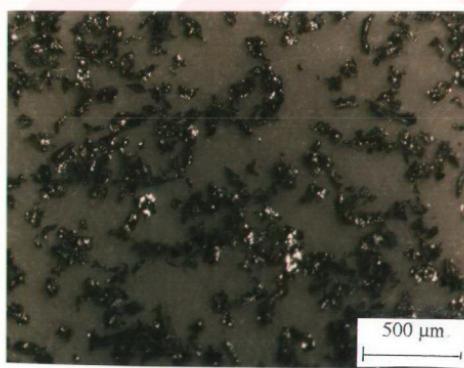
a) -90/63                  b) -63/45



(a)

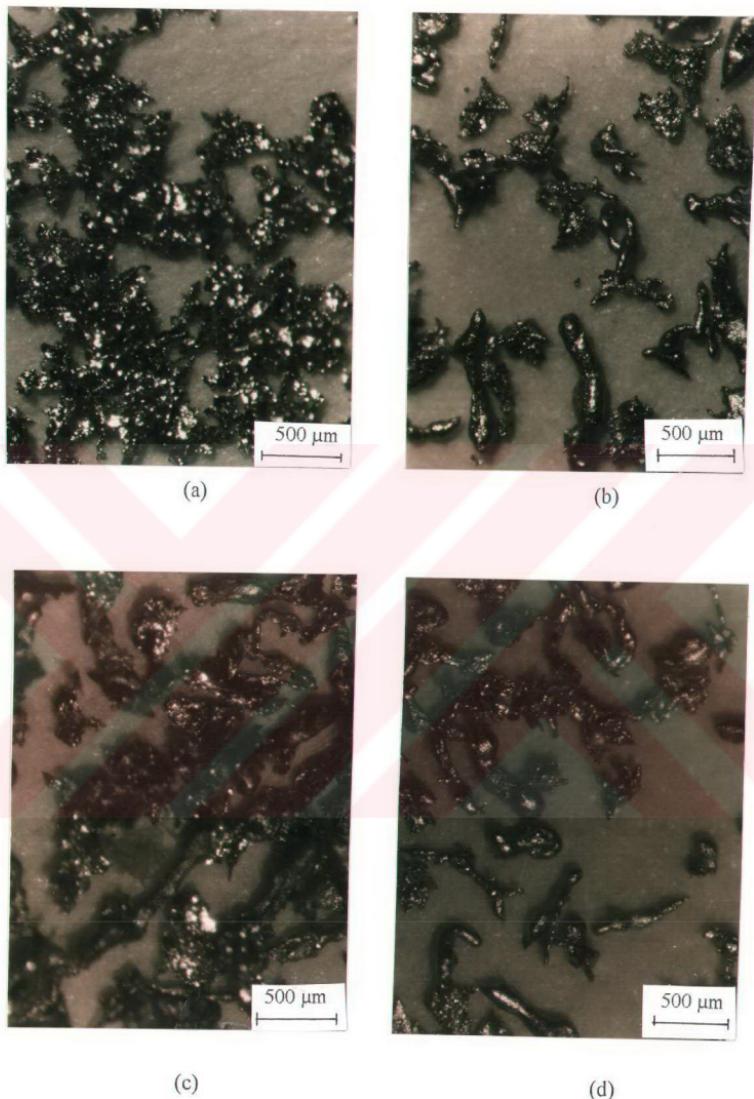


(b)



(c)

Şekil 86. Yağ atomizasyonu ile üretilen ZnAl27 alaşımı tozları  
a) -355/250      b) -250/180      c) -180/125



Şekil 87. Yağ atomizasyonu ile Üretilen değişik metal ve合金 tozları(-250/180)

a) Sn      b) AA2011      c) ZnAl27      d) AA2014

### 3.9. Yağ Atomizasyonu ile Üretilen AA2014 Alaşımı Tozundan Parça İmalı

Üretilen alüminyum alaşımı(AA2014) tozları çapı 15 mm olan silindirik kalıp yardımıyla 10 gram toz 13 tonda preslenerek alüminyum kap içersine alınarak fırında 520 °C 'de yarım saat vakum altında ısıtıldıktan sonra sıcak dövme yapıldı. Sıcak dövme sonrası dıştaki kap talaşlı imalat yöntemiyle alınarak tozlardan yapılan parça zımparalanarak parlatıldı. Tozdan yapılan numunenin Brinell sertliği 64, hadde mamülü AA2014 alaşımının Brinell sertliği ise 76 olarak ölçülmüştür.

AA2014 ve AA2014 tozu ile üretilen parçalara yaşılandırma sertleşmesi uygulandı. Bunun için AA2014 alaşımı ve bu alaşımından yapılan tozlardan elde edilen numunelere aynı şartlarda su vermeyi sağlamak ve sertleşmeyi karşılaştırmak için, su verme öncesi ölçülerini aynı boyuta getirildi. Hazırlanan numuneler 540 °C fırında iki saat ısıtıldıktan sonra suda soğutuldu. Çözündürme işlemi sonrası yapılan sertlik ölçümlerinde, haddelenmiş alaşımın sertliği 74 BSD, dövme ile üretilen alaşımın sertliği ise 62 BSD olarak bulundu.

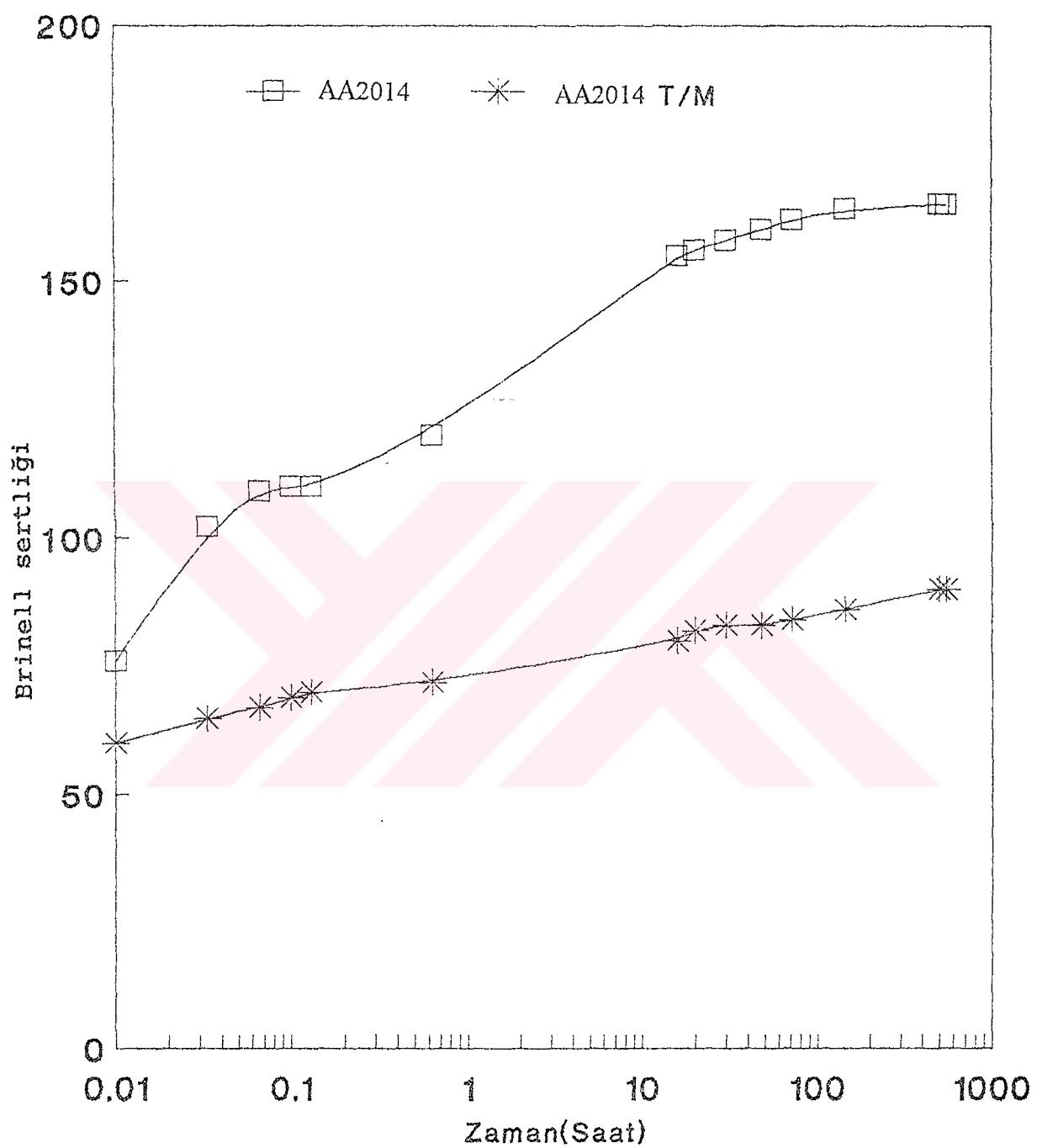
Parçalar yaşılandırma sertleşmesi için 150 °C de sıcak tav fırınına konularak belirli aralıklarla sertlik ölçümü yapıldı. Bulunan sertlik değerleri aşağıdaki Tablo 36 ve Şekil 88'de verilmiştir.

Görüldüğü gibi haddelenmiş alaşımda sertlik artışı daha hızlı olmaktadır. Ayrıca sıcak dövme yöntemi ile imal edilen alaşımın sertlik değerlerinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Çünkü gözenekli olan T/M ürünü alaşımda makro sertlik düşük olmakta ayrıca ısimna da daha yavaş olmaktadır.

Tablo 36. AA2014 Alüminyum合金a 150 °C de uygulanan yaşlandırma sertleştirmesi sırasında sertlik değişimi.

Deney no:110

Zaman(Dakika)	Hadde AA2014	Sertlik(Brinell)
	AA2014 T/M	
0	76	62
2	100	66
4	109	68
6	110	70
8	111	71
40	120	73
960	155	81
1200	156	83
1800	158	84
2880	160	85
8640	164	87
20000	164	92



Şekil 88. Haddelenmiş ve AA2014 tozlarından sıcak dövme yöntemi ile imal edilmiş parçaların yaşlandırma eğrileri.

#### 4. İRDELEME

Deneysel deneylerde elde edilen bulgular, su ve gaz atomizasyonunda olduğu gibi yağ atomizasyonunda da atomizasyon basıncının ortalama toz tane boyutunu etkileyen en önemli faktör olduğunu göstermektedir (Şekil 61, 62, 70) Kalay atomizasyonunda basınç 0.5 MPa dan 3 MPa 'a arttırıldığında ortalama toz tane boyutu  $485 \mu\text{m}$  dan  $175\mu\text{m}$  ye düşmektedir. Bu çalışmada kullanılan atomizör için ortalama toz tane boyutu ile atomizasyon basıncı arasındaki ilişki Dunkley tarafından verilen bağıntıyla ( $d_m = K P^{-n}$ ) benzer şekilde aşağıdaki amprik ifade ile verilebilir [43].

$$d_m = K P^{-n} \quad (12)$$

(Kalay için  $K=2700$ ,  $n= 0.8$ ) (P:basınç, bar)

Alüminyum alaşımlarında (AA2014) atomizasyon basıncının ortalama toz tane boyutuna etkisi Şekil 70 de verilmiştir. Görüldüğü gibi aynı atomizasyon basıncında kalay tozu boyutları daha düşük olmaktadır. Aynı durum su atomizasyonunda Small ve Bruce tarafından, gaz atomizasyonunda ise Ünal tarafından gözlenmiştir [26, 33]. Bu durum alüminyum alaşımının yüzey geriliminin nisbeten daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca alüminyum alaşımının oksitlenme eğilimi daha fazladır. İncelenen diğer alaşımalar da AA2014 alaşımına çok yakın davranış sergilemişlerdir.

Kalay atomizasyonunda jet uzunluğunun ortalama toz tane boyutuna etkisi Tablo 27 de verilmiştir. Atomizasyon basıncı 2.0 MPa alınarak yapılan deneylerde atomizasyonda jet uzunluğu 60 mm den 130 mm ye çıkartıldığında ortalama toz tane boyutunun  $206 \mu\text{m}$  den  $293 \mu\text{m}$  ye yükseldiği gözlenmiştir. Bu durum diğer araştırmacılar tarafından da gözlenmiş olup jet uzunluğunun artmasıyla akışkanın sıvı metale çarptığı noktada hızın düşmesinden kaynaklanmaktadır.

Nozul açısının etkisini incelemek amacıyla nozul açısı  $15^\circ - 30^\circ$  arasında değiştirilmiştir (Şekil 71). İncelenen aralıkta nozul açısı arttıkça ortalama tane boyutunun  $280\mu\text{m}$   $225\mu\text{m}$  düşüğü gözlenmiştir. Diğer araştırmacıların bulguları da bu durumu doğrulamaktadır [ 33 ]. Nozul açısının toz tane şecline belirgin bir etkisi gözlenmemiştir.

Atomizasyonda önemli parametrelerden bir tanesi de ergime noktası veya likidüs sıcaklığı üzerinde yapılan aşırı ısıtma miktarıdır. Bu çalışmada aşırı ısıtma miktarı  $120^\circ\text{C}$  ve  $200^\circ\text{C}$  alınarak karşılaştırılmıştır. İncelenen aralıkta aşırı ısıtma miktarı arttıkça ortalama tane büyütüğü bir miktar küçülmektedir. Farklı atomizasyon yöntemlerinde aşırı ısıtma miktarı arttıkça ortalama tane boyutunun küçülmesi durumu başka araştırmacılar tarafından gözlenmiştir [29, 33, 85]. Ancak bu çalışmada elde edilen bulgulara göre aşırı ısıtma miktarı arttıkça tozlardaki oksijen miktarı da artmaktadır (Tablo 30). Klar ve Fesko da alaşımı çeliklerin su atomizasyonunda aynı durumu gözlemlerdir [27].

Atomizasyonda tandoş nozul çapı (sıvı metal huzmesi çapı) toz tane büyülüğünü etkileyen en önemli faktörlerden bir tanesidir. Genel olarak bütün araştırmacılar nozul çapı küçültükçe ortalama toz tane boyutunun küçüldüğünü gözlemişlerdir [1, 8, 45]. Bu çalışmada 3 MPa atomizasyon basıncında tandoş nozul çapı 4 mm den 3 mm ye indirilerek ortalama toz tane boyutuna etkisi incelenmiştir (Şekil 72). Şekilden de görüldüğü gibi nozul çapı 4 mm den 3 mm ye indirildiğinde aynı atomizasyon basıncında ortalama toz tane boyutu  $175\mu\text{m}$  den  $125\mu\text{m}$  ye inmektedir.

Atomizasyonda karşılaşılan önemli sorunlardan bir tanesi atomizasyon sırasında tozların oksitlenmesidir. Toz yüzeyinin oksitlenmesinin toz özelliklerini kötü yönde etkilediği bilinen bir gerçektir. Bu çalışmada yağ atomizasyonu ile üretilen tozlardaki oksijen oranı diğer yöntemlerle karşılaştırılmış olarak Tablo 32' de verilmiştir. Bu çalışmada atomizasyon işlemi hava ortamında yapılmıştır. Yağ atomizasyonu yeni gelişmekte olan bir yöntem olduğundan bu konudaki çalışmalar çok sınırlıdır [63]. Atomizasyonun hava ortamında yapılması nedeniyle alüminyum合金ındaki oksijen miktarı genelde düşük olmakla birlikte Dunkley'in verdiği değerlerden bir miktar fazla çıkmıştır [65].

Atomizasyon sırasında  $400^{\circ}\text{C}$  üzerinde atomizasyon kabi içerisinde duman oluştugu gözlenmiştir. Alüminyum合金ının atomizasyonu yağ debisinin yüksek tutulmasıyla gerçekleştirilebilmiştir. Düşük yağ debilerinde  $500^{\circ}\text{C}$  üzerinde tutuşma tehlikesi vardır. Bunun önlenmesi için koruyucu gaz atmosferinde çalışılması gereklidir.

Bu çalışmada üretilen tozların tane şekli Şekil 79-87 de verilmiştir. Nisbeten iri kalay tozları (-500/350, -350/250) incelendiğinde düzensiz tozların yanında yer yer küresel ve damlacık şekilli tozlara rastlanmaktadır (Şekil 79-81). Orta irilikteki (-250/180, -125/90) tozlar incelendiğinde düzensiz, yapraklı şekilde ve gözenekli oldukları görülmektedir (Şekil 79-80-81). Daha ince (-63/45) boyutlu tozlar incelendiğinde ise küresel toz oranı artmakta, çoğunuğu yassı pul şeklindeki tozların içinde çubuk şeklindeki tozlara da rastlanmaktadır (Şekil 82). Bu toz şekli görünür yoğunluğu da etkilemektedir. İri tozlarda  $3\text{ g/cm}^3$  olan görünür yoğunluk  $2.07\text{ g/cm}^3$  düştükten sonra ince tozlarda tekrar  $2.43\text{ g/cm}^3$  'e yükselmiştir (Tablo 34).

Yağ atomizasyonu ile üretilen kalay tozlarının akış özellikleri sıvı ve gaz atomizasyonu arasında yer almaktadır (Tablo 31).

Alüminyum合金ı tozları (AA2011, AA2014) genellikle şekil olarak birbirine benzemektedir (Şekil 83, 85). İri tozlar (-180/125) düzensiz çubuksu şekilli olup önemli oranda gözenekli toz içermektedirler. Toz tane boyutu küçültükçe tozlar daha gözeneksiz yapıda olup uzunluk/çap oranı daha küçük olan çubuksu şekildedir (Şekil 85). Görünür yoğunluk değerleri  $0.83\text{ gr/cm}^3$  civarında olup düşük boyutlu tozlarda, tozlar daha düzenli şekilde sahip olduğundan  $0.95\text{ g/cm}^3$  'e yükselmektedir (Tablo 34).

Çinko alüminyum合金 (Zn Al27) tozu şeklinde daha çok alüminyum合金'a benzeridir. İri boyutlu tozlarda yer yer küresel tozlara rastlanmaktadır (Şekil 86).

Üretilen tozların iç yapısı incelendiğinde alüminyum合金larında tane büyülüklerine göre sekonder dendrit kol mesafesinin  $1.8 \mu\text{m}$  ile  $4.95 \mu\text{m}$  arasında değiştiği gözlenmektedir (Şekil 73-75). Grant tarafından Alüminyum合金ları için verilen soğuma hızı dendrit kol mesafeleleri diyagramından bu çalışmada üretilen tozların soğuma hızının  $10^2$  ile  $10^4$  arasında değiştiği bulunmuştur (Şekil 76). Kainer ve Mordike tarafından yağ atomizasyonu için bulunan soğuma hızı değerlerine uymaktadır (Şekil 43). Bulunan bu soğuma hızı değerleri yağ atomizasyonuyla hızlı katılaşırma yapılabileceğini göstermektedir. Diğer atomizasyon yöntemleri ile karşılaşıldığında soğuma hızlarının su ve gaz atomizasyonu arasında yer aldığı ve su atomizasyonuna çok yakın olduğu görülmektedir.

Üretilen alüminyum合金 (AA2014) tozları üzerinde yapılan mikro sertlik ölçümlerinde elde edilen sonuçlar Şekil 77'de verilmiştir. Genellikle toz tane boyutu küçüldükçe tozlarda mikro sertliğin artması beklenir. Çünkü toz tane boyutu küçüldükçe dendrit kol aralığı azalmaktadır. Fakat Şekil 77'de de görüldüğü gibi bu çalışmada üretilen alüminyum合金 (AA2014) tozlarının tane büyülüklüğü arttıkça mikro sertliği de artmaktadır. Bilindiği gibi incelenen alüminyum合金 (AA2014) yaşlandırma ile sertleştirilebilen bir合金'dır. Bu çalışmada beklenenin tersine olarak toz tane boyutu arttıkça mikro sertliğinin artması nisbeten iri taneli tozların atomizasyonla parçalandıktan sonra daha fazla ısı taşımaları nedeniyle kendi kendine yaşılanmasıyla açıklanabilir.

Üretilen tozlar kullanılarak imal edilecek olan parçaların özelliklerini incelemek amacıyla AA2014 tozlarından sıcak dövme yöntemiyle parça üretimi yapılmıştır. İmal edilen parça ile haddelenmiş durumdaki AA2014合金'ı karşılaştırmak için her ikisinden  $40 \times 60 \times 6$  mm boyutlarında parça kesilerek  $540^\circ\text{C}$ 'de tavlayıp suda soğutulduktan sonra  $150^\circ\text{C}$ 'de yaşlandırma işlemeye tabi tutulmuştur (Şekil 88, Tablo 36). Görüldüğü gibi haddelenmiş合金'ın sertliği ilk sekiz dakikada hızla artmaktadır. Ayrıca sertliği T/M ile üretilen parçadan yüksek çıkmaktadır. Bilindiği gibi T/M ürünlerinde bir miktar gözenek bulunmaktadır. Bu gözenekler合金'ın ısı iletim kat sayısını düşürdüğü gibi makro sertliğini de düşürmektedir. Bu nedenle bu çalışmada üretilen parçanın makro sertliğinin daha düşük ve yaşılanma süresinin daha uzun olmasını gözenekli olmasına açıklayabiliyoruz.

## 5. SONUÇLAR

Bu çalışmada yağ atomizasyonu yöntemiyle Saf kalay, alüminyum alaşımıları (AA2011, AA2014) ve ZnAl27 alaşımının tozları üretilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir.

1. Yağ atomizasyonuyla üretilen metal tozları genel olarak düzensiz şekilli olmakla birlikte su atomizasyonuna göre biraz daha düzenli olmaktadır. Özellikle yüzey gerilimi ve oksitlenme eğilimi düşük olan kalay tozlarında küresel taneciklere rastlanmak tadır. Küçük tane boyutlarında küresel toz oranı artmaktadır.
2. Kalay tozu üretiminde atomizasyon basıncı 0.5 MPa 'dan 3 MPa 'a çıkarıldığından ortalama toz tane boyutu  $485\mu\text{m}$  'dan  $175\mu\text{m}$  'a düşmektedir. Atomizasyon basıncı ile ortalama toz tane boyutu arasında  $d_m = K P^{-n}$  bağıntısı bulunmuştur. Aynı atomizasyon basıncında su atomizasyonuna göre nisbeten daha ince tane boyutu elde edilmektedir.
3. Aynı atomizasyon basıncında üretilen kalay tozu boyutları alüminyum ve çinko alaşımı tozlarına göre daha düşük olmaktadır.
4. Sabit atomizasyon basıncında (3 MPa) sıvı metal huzme çapı 4mm den 3mm ye indirildiğinde ortalama toz tane boyutu  $175\mu\text{m}$  'dan  $125\mu\text{m}$  'a düşmektedir.
5. Jet uzunluğu (2 MPa 'da) 60mm den 130mm ye çıkartıldığında ortalama toz tane boyutu  $206\mu\text{m}$  dan  $293\mu\text{m}$  'a artmaktadır.
6. Nozul açısı  $15^\circ$  den  $30^\circ$  ye yükseltildiğinde 2 MPa atomizasyon basıncında ortalama toz tane boyutu  $280 \mu\text{m}$  'dan  $225\mu\text{m}$  'a düşmektedir. Buna göre incelenen aralıkta nozul açısı arttıkça toz tane boyutu küçülmektedir.
7. Ergime sıcaklığı üstünde aşırı ısıtma miktarı arttıkça incelenen aralıkta ( $120-200^\circ\text{C}$ ) ortalama toz tane boyutu küçülmektedir. Ancak aşırı ısıtma miktarı arttıkça tozlardaki oksijen miktarı da artmaktadır.
8. Yağ atomizasyonu ile üretilen tozlardaki oksijen miktarı kalay tozlarında 160 ppm, alüminyum alaşımı tozlarında 480ppm, çinko alüminyum alaşımı tozlarında ise 690ppm olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlara göre yağ atomizasyonundaki oksitlenme miktarı su atomizasyonuna göre çok düşüktür.

9. Üretilen kalay tozlarının görünür yoğunluğu iri tozlarda ( $-500/355\mu\text{m}$ )  $3 \text{ gr}/\text{cm}^3$ , orta irilikteki ( $-250/180\mu\text{m}$ ) tozlarda  $2.14 \text{ gr}/\text{cm}^3$ , ince tozlarda ise ( $-63\mu\text{m}$ )  $2.43 \text{ gr}/\text{cm}^3$  'e yükselmektedir. Çünkü ince tozlar daha gözeneksiz ve daha düzenli şekilde sahiptir.

10. Yağ atomizasyonuyla üretilen tozların akıcılığı, su ile gaz atomizasyonu arasında yer almaktadır. Toz tane şekli de bu durumu doğrulamaktadır.

11. Yağ atomizasyonuyla üretilen alüminyum alaşımının tozlarında toz tane büyüğüğe bağlı olarak dendrit kol mesafesi  $1.8 \mu\text{m}$  ile  $4.95 \mu\text{m}$  arasında değişmektedir. Buna göre soğuma hızları  $10^2 - 10^4 \text{ K/s}$  arasında bulunmuştur. Bu sonuçlar yağ atomizasyonunda hızlı katılışma avantajlarının sağlanacağını göstermektedir.

12. Üretilen alüminyum alaşımı (AA2014) tozlarının mikro sertliği toz tane boyutu arttıkça artmaktadır.

13. Üretilen alüminyum alaşımı (AA2014) tozları kullanılarak sıcak dövme yöntemiyle imal edilen parçaların yaşlanması daha yavaş olmaktadır. Ayrıca, yaşlandırma öncesi makro sertlik değeri daha düşüktür.

14. Üretilen tozların yağılardan temizlenmesinde ultrasonik temizleme yöntemi yararlı olmaktadır.

## 6. KAYNAKLAR

1. Kuhn, H. A. ve Lawley, A., Powder Metallurgy Processing, Academic Press, Inc., New York, 1978
2. Goetzel, C. G., Treatise on Powder Metallurgy, Vol.4., Interscience Publishers, New York, 1949
3. Stevenson, R. W., Cemented Carbides, Metals Handbook, Ninth Edition, Vol. 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 773-783.
4. Suyder, J. J. , P/M Porous Part, ibid, 1976, 696-700
5. James, W. B., Overview of High Density P/M forming Process, Int. Con. Powder Metallurgy '84, Toronto, Canada, 1984.
6. Nadkarni, A. V. ve Woodruff, J. R., Electrical and Magnetic Applications, ibid, 1987, 624-645.
7. Tien, J. K., ve Howson, T. E., Advances in P/M and ODS Super alloys, Advances in Powder Technology, 1987.
8. Beddow, J. K., The Production of Metal Powders by Atomization, Heyden and Son. Ltd., London, UK ,1978.
9. Yoshitake, Y., Production of Metal Powder and Their Application in Composite Materials: Part 1, Metal Powder Report, June 1995, 323-331.
10. Powder Metallurgy Desing Solutions MPIF N.J USA 1993, 1-2.
11. Avner, S. H., Introduction to Physical Metallurgy, Second Edition, Mc Graw- Hill Book Company, New York, 1974.
12. Mondalfo, L. F. ve Zmeskal, O., Engineering Metallurgy, McGraw-Hill Book Company. New York, 1955.
13. Arnhold, V., Hummert, K., Baumgarten, J. ve Brockmann, G., High Performance Aluminum for Automotive Applications, Advances in Powder Metallurgy, Volume 2, Metal Powder Industries Federation American Powder Metallurgy Institute(APMI), New Jersey, 1989, 201-212
14. Tietz, T. E. ve Palmer, G. I., Advanced P/M Auminum Alloys, Advances in Powder Technology, 1981 ASM Materials Science Seminar, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, 189-220.

15. Lawley, A., Powder Consolidation, Advanced P/M Aluminum Alloys, Advances in Powder Technology, 1981 ASM Materials Science Seminar, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, 75-95
16. German, R. M., Powder Metallurgy Science, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 1984.
17. Dunkley, J. J., Liquid Atomization, Powder Metallurgy, Vol. 32, No.2, 1989, 96-98
18. Davy McKee (Sheffield) Ltd. and IPS Steel powder AB of Sweden, "Hydrocarbon Atomization", Davy, Powder Metallurgy Dep. 1990.
19. Lawley, A., Modern Powder Metallurgy Science and Technology, Journal of Metals, August 1986, 15-25.
20. Uygur, E. M., Metal Tozlarının imali, ODTÜ Uygulamalı Araştırmalar Dergisi eki, Cilt 2, Sayı 5, 1979.
21. Burke, J. J. ve Weiss, V. Powder Metallurgy for High Performance Applications, Syracuse University Press, 1972.
22. ASM Committee on Milling, Milling of Brittle and Ductile Materials, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 57-70
23. Doğan, C., Investigation of Parameters Controlling Metal Powder Production by Centrifugal Atomization, Ph. D. in Mechanical Engineering, ODTÜ, Ankara, 1989
24. Backmark, U., Bäckström N., ve Arnberg L., Production of Metal Powder by Ultrasonic Gas Atomization, Powder Metallurgy International, Vol.18 No. 6, 1980, 422-425.
25. US. Patent 2997245 "Metod and Device for Pulverizing and for Decomposing solid Materials, 1961.
26. Ray, R., Ultrarapid Solidification Processes, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984
27. Klar, E. ve Fesko, J.W., Atomization, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals, USA,1984, 25-42.
28. Vetter, J. M. ve Bergmann, H. W., Production of Metal Powders by Atomizing Their Melts with Liquid Gases, Metal Powder Report, February 1990, 100-103
29. Small, S. ve Bruce, T. J., Int. J. Powder Metallurgy, No: 7, 1968.

30. Dunkley, J. J. Evaluating the Performance of Atomizers, Advances in Powder Metallurgy, Volume 2, Metal Powder Industries Federation American Powder Metallurgy Institute(APMI), New Jersey, 1989. 1-14.
31. Vetter, J. M., Gross, G., ve Bergmann, H. W., Production of Metal Powders by Atomizing Their Melts with Liquit Gases, Advances in Powder Metallurgy, Volume 2, Metal Powder Industries Federation American Powder Metallurgy Institute(APMI), New Jersey, 1989, 15-28.
32. Rao, P., Shape and Other Properties of Gas Atomized Metal Powders, Ph.D. Disserdation, Dept. Chm. Eng. Drexel University, 1973 Philadelphia, Pennsylvania.
33. Gummesson, P. U. Powder Metallurgy for High Performance Applications (J.J. Burke ve V. Weiss, eds), Syracuse Univ. Press, 1972.
34. Putimtsev, B. N., Sov. Powder Metall. Met. Ceram. 11:839, 1968, Poroskavaya Metall. 11:1, 1968.
35. Uygur, E. M., Metallerin Atomizasyonu, TÜBİTAK VII. Bilim Kongresi, İzmir, 29 Eylül - 3 Ekim 1980, 573-584.
36. Özbilen, S., Ünal, A., ve Sheppard, T., Gaz Atomized Aluminum Powders, Physical Chemistry of Powder Metals Production and Processing, Edited by Small, M. W. (1989).
37. Nichiporenko, O. S., Nadia, Y. I., ve Medredovskii, A. B., Sov. Powder Metall and Met. Ceram. 11:1000, 1973, Poroshkavay Metall, 12:64, (1972).
38. Fetz, E., Hollingherg, D. R., ve Cavanagh, R. L., Modern Devolopments in Powder Metallurgy, Cilt 7, (Hausner and Simith ed.) MPIF, 1974, 537-585.
39. Fritz, V. L., Powder Metallurgy, Prenciples and Aplications, Metal Powder Industries Federadion, Princeton, New Jersey, (1980).
40. Brewin, P. R., Walker, P.I. ve Nurthen, P.D., Production of High Alloy Powders by Water Atomization, Powder Metallurgy, Vol.29, No.4, (1984) 281-285.
41. Grandzol, R. J., ve Talmadge, J.A., Efekt of Jet Angle on Water Atomization, The International Journal of Powder Metallurgy, Powder Technology, Vol.11, No.1, (1972) 103-114.
42. Grant, N. J., Powder ve Particulate Production of Metallic Alloys, Advances in Powder Technology, 1981 ASM Materials Science Seminar, American Society for Metlals, Metals Park, Ohio. 1-21.
43. Dunkley, J. J., The Production of Metal Powders by Water Atomisation, Powder Metallurgy International Vol.10, No. 1, (1978) 38-45.

44. Seki, Y., Okamoto, T. H., ve Kawai, N., Efect of Atomization Variables on Powder Charakteristics in the High- Pressured Water Atomization Process, Metal Powder Report, 1990, 38-42.
45. Sien Lin, C., Jih, G.J., Chang ve Chiou, S., The Processing Parameters of High Pressure Gas Atomization, Advances in Powder Metallurgy, Vol.2, APMI, New Jersey, 1989, 57-65.
46. ASM Committee, Bulk Chemical Analysis of Metal Powders, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984
47. Hubbard J. L., Microscopy ve Image Analysis, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984.
48. Neupaver, A. J., ve Witsberger, J. C., Sampling of Metal Powders, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984.
49. Allen, T., Particle Size Analysis, Chapman and Hall, London, 1968, 1-176
50. Hirschhorn, J.S., Introduction to Powder Metallurgy, American Powder Metallurgy Institute, New York, 1969.
51. Heinzer, P. J., Qualitative SEM Examination of Particles, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, pp 233-236.
52. Chang, C., Conventional Shape Factors, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, pp 236-237.
53. Exner, H. E., Stereological Characterization of Shape, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, pp 237-240.
54. ASM Committee on Aparent Density, Apparent Density of Metal Powders, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 272-275.
55. Peterson, J. E. ve Small, W. M., Phsical Behavior of Water-Atomized Iron Powders; Particle Size distribution and Apparent Density, The International Journal of Powder Metallurgy, Volume 29, No.2, (1993) 131-137.
56. Peterson, J. E. ve Small, W.M., Phsical Behavior of Water-Atomized Iron Powders: Efcts of Relative Humidity and Particle Size, The International Journal of Powder Metallurgy, Vol. 29, No2,1993, 121-129.

57. Patel, K. B., Flow Rate of Metal Powders, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984.
58. Beliles, R. P., Toxicity of Metal Powders, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984.
59. Lyle, J. P. ve Cebulak, Fabrication of High-Strength Aluminum Parts from Powder, Proc. 18th Sagamore Army Material Reserch Conference on Powder Metallurgy for High Performance Applications, John Burke and Valker Weiss, Syracuse University Press, Syracuse, NY(1972) 231-254.
60. Jones, H., Developments in Aluminum Alloys by Solidification at Higher Cooling Rate, Aluminum, 1978.
61. Duszczyk, J. ve Jongenburger, P., Properties of Particles Produced by Different Rapid Solidification Techniques, Powder Metallurgy, Vol.29, No.1, 1986.
62. Oil Atomization Suitable for PM? Metal Powder Report, December, 1992, 26-28.
63. Dunkley, J. J., Which Atomization Route to High Alloy Steel Powders? Metal Powder Report, February, 1990, 120-122.
64. Davy McKee Ltd., "Powder Metallurgy Department" (Sheffield), Hidrocarbon Atomisation, Davy, December, 1990, 1-9
65. Davy McKee Ltd., An assessment of Atomization with Hydrocarbons, Metal Powder Report, February 1992, 20-23.
66. Dunkley, J. J. , PM International, Vol. 10, No.1 1978, 38-41.
67. Suzuki, S., Toyama, K. ve Konda, N., Development of As-Sintered Automotive Connecting Rods, Metal Powder Report, November 1988, 761-764.
68. Suzuki, S., Toyama, K. ve Konda, N., Development of As-Sintered P/M Connecting Rods for Automobiles, The International Journal of Powder Metallurgy, Vol. 24, No.3. 1988
69. Kainer, K.U. ve Mordike, B.L., Oil Atomization- A Method for the Production of Rapidly Solidified Iron-Carbon Alloys, Metal Powder Report, January, 1989. 28-31.
70. Steel Powder with Low Oxygen Content and High Compressibility. Technical Information, No.82121, Sumitamo Metal Industries, 1986.
71. Ullrich, W. J., Particle Size and Size Distribution, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, (1984) 215-216.
72. Shell Yağları ve Gresleri Katoloğu, Mecidiyeköy, İstanbul, 1989.

73. Klar, E., Bulk Chemical Analysis of Metal Powders, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 247-248.
74. Metallography, Structures and Phase Diagrams, ASM, Metals Handbook, 8th. Edition, Vol. 18. 1980
75. Williams, J. E., Production of Aluminum Powder, Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 125-130.
76. Dudas, J. H., ve Thompson, C. B., Improved Sintering Procedures for Aluminum P/M Parts, In Modern Developments in Powder Metallurgy, Vol.5, Plenum Press, New York, (1971) 19-36.
77. Dunkley, J.J., Evaluating the Performance of Atomisers, Advances in Powder Metallurgy, Volume 2, Metal Powder Industries Federation American Powder Metallurgy Institute(APMI), New Jersey, 1989. 1-14.
78. Dönmez, A. G., Gaz Atomizasyonu Yöntemiyle Kalaytozu Üretimi ve Toz Özelliklerinin incelenmesi, Yük. Lis. Tezi, KTÜ, Trabzon, Ocak 1992.
79. Onur, A., Su Atomizasyonu yöntemi ile Kalay Tozu Üretimi, Yük. Lis. Tezi, KTÜ, Trabzon, Şubat 1989.
80. Klar, E., Production of Stainless Steel, Low-Alloy Steel, and Tool Steel Powders. Metals Handbook, NinthEdition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 101-104.
81. Joly, P.A., and Mehrabian, R., Complex Alloy Powder Produced by Different Atomization Techniques: Relationship Between Heat Flow and Structure, J. Mater Sci., Vol. 9, 1974, 1446-1455.
82. Ray, R., Ultrarapid Solidification Processes, Metals Handbook, NinthEdition, Volume 7, Powder Metallurgy, American Society for Metals(ASM), Ohio, 1984, 47-51.
83. Jansen, C. H., MIT Ph D. Thesis, "Splat Cooled Al-rich Transition Metal Alloys", Aug.1971.
84. Jones, H., Proc. Second Inter. Conf. on Rapidly Quenched Metals, Sect. I. Eds. N. J. Grant and B. C. Giessen, MIT Press, Cambridge, Mass., 1976.
85. Özbilen, S., Taşkan, A., Gazla Atomize AA2014 Tozlarının Tane Ebatına Ergime üstü sıcaklığı Etkisinin İstatistik Analizi, Endüstriyel Teknoloji, 1995, 25-29.

## 7. ÖZGEÇMİŞ

1955 Yılında Kumru-Tekke köy'de doğdu. İlk ve Orta öğrenimini Fatsa'da tamamladı. Liseyi, Burslu olarak, Samsun Teknik Lisesi, Makina Bölümünden 1975 yılında, Okul birincisi olarak mezun oldu. Aynı yıl Ankara Yüksek Teknik Öğretmen Okulu (Teknik Eğitim Fakültesi) Makina Bölümünü kazandı ve 1979 yılında Bölüm birincisi olarak mezun oldu. 1979-1985 yıllarında Isparta Teknik Lisesi Makina Bölümünde Öğretmen olarak çalıştı. Daha sonra 1985' de Çankırı Teknik Lisesi'ne atandıktan kısa bir süre sonra Türkiye Elektirik Kurumu'na geçerek Ordu İşletme Müdürlüğüne Makina - İkmal Grubu Şefi Olarak görev yaptı. 1986' da KTÜ-Mak. Müh. Yüksek Lisans Sınavını kazanarak Trabzon TEK' e tayin oldu 1989'da Yüksek Lisansı tamamlayarak aynı yıl Doktoraya başladı. 1990 Yılında TEK' den KTÜ Ordu Meslek Yüksek Okuluna Öğretim Görevlisi olarak atandı ve halen, aynı görevde olup, evli ve bir çocuk babasıdır.