

GAZ ATOMİZASYON YÖNTEMİNDE
YENİ BİR NOZUL TASARIMI VE TOZ ÜRETİMİ

Mehmet AYDIN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Makine Eğitimi Anabilim Dalı
Aralık-2005

GAZ ATOMİZASYON YÖNTEMİNDE
YENİ BİR NOZUL TASARIMI VE TOZ ÜRETİMİ

Mehmet AYDIN

DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca
Makine Eğitimi Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Rahmi ÜNAL

Aralık - 2005

KABUL VE ONAY SAYFASI

Mehmet AYDIN'ın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı “GAZ ATOMİZASYON YÖNTEMİNDE YENİ BİR NOZUL TASARIMI VE TOZ ÜRETİMİ” başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

16. 12. 2005

Üye : Prof. Dr. Ramazan KÖSE

Üye : Yrd. Doç. Dr. Rahmi ÜNAL (Danışman)

Üye : Yrd. Doç. Dr. İbrahim USLAN

Fen Bilimleri Enstitüsün Yönetim Kurulu'nun/...../..... gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Sabri ÖZYURT

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

GAZ ATOMİZASYON YÖNTEMİNDE YENİ BİR NOZUL TASARIMI VE TOZ ÜRETİMİ

Mehmet AYDIN

Makine Eğitimi, Yüksek Lisans Tezi, 2005

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Rahmi ÜNAL

ÖZET

Gaz atomizasyon yöntemi metal tozu üretiminde kullanılan tekniklerden biridir. Bu yöntemle metal tozu üretiminde nozul, gaz jetinin akışını kontrol ederek, istenilen özelliklerde tozun üretilmesini sağlar. Nozullar, serbest düşmeli ve yakından eşlemeli olmak üzere iki tip olarak tasarlanmaktadır. Gaz atomizasyon yöntemi ile metal tozu üretiminde nozul tipi toz boyutu ve dağılımını ve tozların şeklini birinci derecede etkilediği için son derece önemlidir.

Bu çalışmada, gaz atomizasyon yöntemi ile metal tozu üretimi için, dairesel yarıklı süpersonik bir nozul tasarımı yapılarak metal tozu üretimi gerçekleştirilmiştir. Nozula ait temel parametreler; boğaz alanı, gaz çıkış alanı, gaz çıkış açısı ve nozul geometrisi deneysel çalışmalar sonucunda belirlenmiştir. Yeni tasarlanan ve imal edilen nozul ile Dumlupınar Gaz Atomizasyon Ünitesi'nde toz üretim deneyleri yapılmıştır. Atomizasyon gazı olarak azot kullanılmıştır. Kalay 430°C'ye kadar aşırı ısıtılmış ve farklı basınçlarda atomize edilmiştir. Tozların boyutu ve dağılımı lazer toz boyutu ölçme cihazı ile tespit edilmiştir. Tozların şekli, yüzey morfolojisi ve mikroyapısı ışık mikroskobu ve taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Tozların içerdiği oksit miktarı X – ışını kırınımı cihazı ile araştırılmıştır. En ince tozlar, 1.47 MPa basınçla üretilmiş ve ortalama toz boyutu (d_{50}) 12.63 μm olarak ölçülmüştür. Tozlar, genelde düzgün yüzeyli ve küresel şekilli olup, 20 μm 'den büyük tozlarda hücreli yüzey yapısı görülmüştür. Azot atomize kalay tozlarının oksit içermediği ve az miktarda uydulaşma olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Gaz atomizasyon, nozul geometrisi, gaz basıncı ve debisi, metal tozu.

A NEW NOZZLE DESIGN AND POWDER PRODUCTION BY GAS ATOMIZATION

Mehmet AYDIN

Machine Education, MSc. Thesis, 2005

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Rahmi ÜNAL

SUMMARY

Gas atomization is one of the techniques used in metal powder production. In this technique, nozzle produces the metal powder with desired features by controlling the gas flow. Nozzles are, generally designed in two types: free fall and closed couple. On the metal powder production by gas atomization, nozzle type is very important because of effecting the particle size, distribution and shape.

In this study, annular slotted type of supersonic nozzle has been developed and tested for powder production by gas atomization. Basic parameters belonging to the nozzle; the narrowest cross section, gas exit area, jet angle and geometry of the nozzle have been determined after the experiments. Experimental study on powder production has been realized by using the new designed and manufactured nozzle at the Dumlupınar Gas Atomization Unit. Atomization gas was nitrogen. Melt tin was heated to 430°C and was atomized at different pressures. Particle size and distribution were measured by laser scattering instrument. Powder shape, surface structure and microstructure were examined by using light microscopes and scanning electron microscope. Crystal structure and the quantity of powder surface oxide has been investigated by X – ray diffraction instrument. The finest powders have been produced at pressure of 1.47 MPa and mean size was 12.63 µm. Powders has generally smooth surfaces and spherical shapes. Powders with size greater than 20 µm have cellular surface structures. It is observed that nitrogen atomized tin powders have no oxide and there is only few satellites formation.

Keywords: Gas atomization, nozzle geometry, gas pressure and flowrate, metal powder.

TEŐEKKÜR

Bu tezin hazırlanması sırasında deęerli katkılarıyla beni yönlendiren tez danışmanım Sayın Yrd. Doç. Dr. Rahmi Ünal'a, toz boyutu analizi aşamasında laser toz boyutu ölçme cihazı ile tozların boyutlarının ölçülmesinde yardımcı olan Sayın Yrd. Doç. Dr. İbrahim USLAN'a, deneysel çalışmalar sırasındaki yardımları için Sayın Arş. Gör. Alperen AKSOY'a ve nozulların imalatı sırasındaki deęerli katkılarından dolayı laboratuarlarda görevli teknisyenlerimize teşekkür ederim. Ayrıca çalışmalarım boyunca maddi ve manevi desteklerini benden esirgemeyen babam İsmail AYDIN'a ve tüm aile fertlerime teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	iv
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	x
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xiv
1. GİRİŞ	1
2. TOZ METALURJİSİ	3
2.1. Toz Metalurjisi Yönteminin Temel Basamakları.....	3
2.1.1. Toz üretim teknikleri.....	4
2.1.1.1. Mekanik yöntemler	5
2.1.1.2. Kimyasal yöntemler	6
2.1.1.3. Elektroliz yöntemi	7
2.1.1.4. Atomizasyon yöntemleri	8
2.1.2. Tozların karıştırılması	13
2.1.3. Tozların preslenmesi (sıkıştırılması).....	13
2.1.4. Sinterleme	14
2.2. Toz Metalurjisinin Uygulama Alanları	15
2.3. Toz Metalurjisinin Avantajları ve Dezavantajları.....	16
3. GAZ ATOMİZASYONU	17
3.1. Gaz Atomizasyon Mekanizmaları.....	19
3.2. Gaz Atomizasyonunda Üretim Değişkenleri.....	20
3.2.1. Toz boyutu ve dağılımı	20
3.2.2. Tozların şekil, yüzey morfolojisi ve mikroyapısı.....	24
3.2.3. Tozun kimyasal bileşimi	26
3.3. Gaz Atomizasyon Nozul Tipleri	27
3.3.1. Serbest düşmeli nozul sistemi	28
3.3.2. Yakından eşlemeli nozul sistemi.....	28
3.3.3. Gaz atomizasyon nozul geometrisi	29
3.3.3.1. Mach sayısı (M)	30

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
3.3.4. Nozul tasarımlarında temel parametreler	31
3.3.5. Nozul gaz akışı.....	31
3.3.5.1. Metal akış borusu ucundaki basıncın etkisi.....	32
3.3.6. Nanoval nozul sistemi	34
4. DENEYSEL YÖNTEM.....	36
4.1. Gaz Atomizasyon Ünitesi	36
4.1.1. Gaz sistemi	37
4.1.2. Isıtma ve ergitme	38
4.1.3. Atomizasyon kulesi	38
4.1.4. Siklon	39
4.1.5. Nozul tasarımı	39
4.2. Nozul Değişkenlerinin Gaz Akışına Etkisinin İncelenmesi	40
4.3. Atomizasyon Gaz Debisinin Ölçülmesi	42
4.4. Metal Akış Borusu Ucundaki Basınç Değişimlerinin İncelenmesi.....	43
4.5. Atomizasyon Çalışmaları	43
4.6. Sıvı Metal Debisinin Ölçülmesi	45
4.7. Toz Boyutu Analizi	46
4.8. Tozların Şekil, Yüzey Morfoloji ve Mikroyapılarının Tespiti	46
4.9. Tozların İçerdiği Oksit Miktarının Araştırılması	48
5. DENEYSEL NETİCELER VE DEĞERLENDİRİLMESİ.....	49
5.1. Nozul Değişkenlerinin Gaz Akışına Etkisi	49
5.2. Nozul Tasarımı.....	50
5.3. Atomizasyon Gaz Debisi.....	51
5.4. Metal Akış Borusu Ucundaki Basınç Değişimleri	53
5.5. Sıvı Metal Debisi.	54
5.6. Toz Boyutu ve Dağılımı.....	55
5.7. Tozların Şekil, Yüzey Morfolojisi ve Mikroyapıları	58
5.8. Tozların İçerdiği Oksit Miktarı	63
6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	68
6.1. Sonuçlar	68
6.2. Öneriler	68

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

KAYNAKLAR DİZİNİ 69

EKLER

Ek 1. 1.47 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Analiz Raporu
(Toz Toplama Kapları)

Ek 2. 1.47 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Analiz Raporu
(Siklon)

Ek 3. 1.4 MPa Gaz Basıncında LYN I 10.42/19.62 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı

Ek 4. 0.54 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı

Ek 5. 0.9 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı

Ek 6. 1.23 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı

Ek 7. 1.31 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Toz metal parçaların üretim aşamaları	4
2.2. Bilyalı öğütme	5
2.3. Mekanik alaşımlama yöntemi.....	6
2.4. Kimyasal yöntemle demir tozu üretimi	7
2.5. Elektroliz ile toz üretimi	8
2.6. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.....	9
2.7. Su atomizasyon işlemi	10
2.8. Tozların genel yüzey görüntüleri.....	10
2.9. Döner disk atomizasyon yöntemi	11
2.10. Döner elektrod atomizasyon yöntemi.....	11
2.11. Vakum Atomizasyon Yöntemi	12
2.12. Ultrasonik gaz atomizasyonu.....	12
2.13. Karıştırıcı.....	13
2.14. Presleme işleminin basamakları	14
2.15. Çift-küre sinterleme modeli.....	15
2.16. Toz metalurjisi uygulamaları.....	16
3.1. Yatay gaz atomizasyon ünitesi	17
3.2. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.....	18
3.3. Sıvı metal tabakasının bölünme mekanizması.....	19
3.4. He, Ar ve N ₂ gazları kullanılarak üretilen alüminyum tozlarının frekans dağılımı...	21
3.5. Farklı basınç ve ergiyik sıcaklıklarında alüminyumun toz boyutunun değişimi	22
3.6. Azot atomize kalay tozlarının ortalama boyutuna gaz debisinin etkisi	23
3.7. Azot gazı hızının ve çarpma açısının toz boyutuna etkisi	23
3.8. Farklı metal ve alaşımlar için toz boyutunun özgül gaz tüketimine göre değişimi ...	24
3.9. Atomize alüminyum tozları.....	25
3.10. Atomize çelik tozunun hücresel yapılı yüzeyi.....	25
3.11. Kısmi bir toz yüzeyinde uydu tozlar.....	26
3.12. Nozul gaz jeti tipleri	27
3.13. Serbest düşmeli nozul sistemi.....	28
3.14. Yakından eşlemeli nozul sistemi	29
3.15. Ses hızının altındaki ve üstündeki akışlar için nozul geometrisi.....	29

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.16. Nozul geometrisi tipleri	30
3.17. Laval tipi nozulda gaz akışı	32
3.18. Nozul çıkışında basınç birikmesi oluşumu	33
3.19. Metal akış borusu ile gaz jetleri arasındaki atomizasyon rejimleri	34
3.20. Nanoval nozul sistemi	34
3.21. Nanoval sistemde özgül gaz tüketiminin ortalama toz boyutuna etkisi	35
4.1. Dumlupınar gaz atomizasyon ünitesi	37
4.2. Basınç ayar vanası	37
4.3. Ergitme fırını ve pnömatik sistem	38
4.4. Siklon	39
4.5. Tasarımlara ait metal akış borusu ve nozul geometrisi	39
4.6. Su atomizasyon düzeneği	40
4.7. İlk nozul için akış borusunun konumlarına göre gaz çıkış alanları	41
4.8. Yeni nozul (LYN I) için akış borusunun konumlarına göre gaz çıkış alanları	42
4.9. SIEMENS SITRANS F C MASSFLO MASS 2100 kütleli debi ölçer	42
4.10. Metal akış borusu ucunda oluşan basıncın ölçülmesi	43
4.11. Gaz atomizasyon akış şeması	45
4.12. Lazer ışını prensibinin şematik resmi	46
4.13. SEM'in şematik yapısı	47
5.1. Nozul değişkenlerinin gaz akışına etkisinin incelenmesi sırasında bulunan büyüklükler	50
5.2. Atomizasyon çalışmaları sırasında bulunan büyüklükler	51
5.3. LYN I ve II için kütleli debi kalibrasyon eğrileri	52
5.4. Metal akış borusu ucunda oluşan basıncın gaz basıncıyla değişimi	53
5.5. LYN II 28.5/10 ile üretilen azot atomize kalay tozlarının toz boyutuna (d_{50} , d_{vs}) gaz basıncının etkisi	56
5.6. LYN II 28.5/10 ile üretilen azot atomize kalay tozlarının toz boyutuna (d_{50} , d_{vs}) gaz debisinin etkisi	57
5.7. LYN II 28.5/10 ile üretilen azot atomize kalay tozlarının toz boyutuna (d_{50} , d_{vs}) gaz/metal debisi oranının etkisi	57
5.8. 0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize tozların genel görüntüleri	59

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>		<u>Sayfa</u>
5.9.	1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize tozların genel görüntüleri.....	60
5.10.	1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozunun hücrel yapılı yüzeyi	61
5.11.	0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize tozlarda oluşan uydulaşmalar	61
5.12.	Azot atomize kalay tozlarına ait çeşitli dentritik ve hücrel-dentritik katılma mikroyapıları (Işık Mikroskobu x400).....	63
5.13.	1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının XRD kırınım desenleri (Toz toplama kapları).....	65
5.14.	1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının XRD kırınım desenleri (Siklon)	66

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
3.1. Nanoval nozul sistemi ile üretilmiş metal tozlarının özellikleri	35
4.1. Gaz akışının incelenmesinde kullanılan değişkenler	40
4.2. LYN I ve II için atomizasyon değişkenleri.....	45
5.1. Gaz çıkış alanlarındaki değişikliklere göre metal akış borusu ucunda oluşan basınçlar.....	49
5.2. \dot{m}_{metal} sıvı metal debisi ve $\dot{m}_{azot} / \dot{m}_{metal}$ oranları	54
5.3. LYN I 10.42/19.62 ile üretilmiş tozlara ait boyutlar	55
5.4. LYN II 28.5/10 ile üretilmiş tozlara ait boyutlar	56
5.5. 1.47 MPa ve 0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının difraksiyon pik şiddetleri ve açıları	64

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
A	Nozul gaz çıkış alanı, mm ²
A*	Boğaz alanı, mm ²
c	Ses hızı, m/s
d _m , d ₅₀	Ortalama toz boyutu, μm
d _{met}	Sıvı metal akış borusu çapı, mm
d _{vm}	Hacim ortalama çapı, μm
d _{vs}	Sauter ortalama çapı, μm
d _{15.9}	Tozların ağırlıkça % 15.1'inin kendisinden küçük olduğu toz çapı
d _{84.1}	Tozların ağırlıkça % 84.1'inin kendisinden küçük olduğu toz çapı
F	Özgül gaz tüketimi, m ³ /kg
h	Metal akış borusunun boğazdan yüksekliği, mm
K	Sabit katsayı
k	Özgül ısıların oranı (Cp/Cv)
k _g	Isı iletim katsayısı, W/m K
M	Mach sayısı
<i>ṁ</i>	Kütleli gaz debisi, kg/dak
<i>ṁ_{metal}</i>	Sıvı metal debisi, kg/dak
P	Gaz basıncı, MPa
q	Yoğunluk, kg/m ³
R ²	Korelasyon katsayısı
T	Gazın sıcaklığı, K
T _m	Sıvı metal sıcaklığı, °C
V	Akışkanın hızı, m/s
α	Gaz çıkış açısı, °
δ	Metal akış borusu çıkıntı mesafesi, mm
σ _g	Standart sapma
σ _m	Metalin yüzey gerilmesi, kg/s ²

Kısaltmalar**Açıklama**

CFD	Sayısal Akışkanlar Dinamiği
LYN	Laval tipi yeni nozul sistemi
MA	Mekanik alaşımlama
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
T/M	Toz Metalurjisi

1.GİRİŞ

Toz Metalurjisi (T/M) geleneksel döküm, sıcak ve soğuk presleme ve talaş kaldırma üretim yöntemlerine alternatif olarak geliştirilmiştir. T/M tozların imalatı, karakterize edilmesi ve kullanışlı parçalara dönüştürülmesi çalışmalarını içerir. Genellikle karmaşık şekilli ve diğer üretim teknikleri ile üretimi mümkün olmayan mukavemet, aşınma ve korozyona karşı dayanımı yüksek parçaların imalatında uygulanan ileri bir teknolojidir. Farklı boyut, şekil ve paketlenme özelliğine sahip metal tozlarını hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştürür. İstenen mikroyapıda, fiziksel ve mekanik özelliklerde alaşım ve kompozit malzeme üretmek mümkündür. Bu işlem; şekillendirme veya presleme ve daha sonra parçacıkların sinterleme yolu ile ısıl bağlanması olmak üzere iki temel basamaktan oluşmaktadır. T/M nispeten düşük enerji tüketimine, yüksek malzeme kullanımına ve düşük maliyete sahip otomatikleşmiş işlemleri verimli kullanır. Bu özellikler ile T/M verimlilik, enerji ve hammadde gibi günümüz kaygılarını ortadan kaldıran farklı bir üretim tekniğidir.

Metal tozlarının veya metal tozlarının preslenip sinterlenmesiyle çeşitli parçaların üretilmesi olarak tanımlanan toz metalurjisi'nde ilk aşama "toz"un üretilmesidir. Bir çok toz üretim tekniği arasından, ticari olarak; mekanik yöntemler, kimyasal yöntemler, elektroliz yöntemi ve atomizasyon yöntemleri kullanılır. Sıvı metal demetinin basınçlı akışkanlar ile veya mekanik olarak çok küçük damlacıklara ayrılması olarak tanımlanan atomizasyon işlemi için; su atomizasyonu, gaz atomizasyonu, santrifuj atomizasyonu, vakum atomizasyonu ve ultasonik gaz atomizasyonu yöntemleri kullanılmaktadır. Gaz atomizasyonu bu yöntemlerden en yaygın olanıdır. Bu yöntem ergitilebilen tüm metal ve alaşım tozlarının üretiminde kullanılabilir. Üretilen tozlar arasında paslanmaz çelik, pirinç, demir, alüminyum, magnezyum, çinko, kalay ve kurşun gibi metal ve alaşımların tozları sayılabilir. Gaz atomizasyonun da, sıvı metal demetini parçalamak için hava, N₂, Ar, CO₂ ve He gibi gazlar kullanılabilir. Gaz jetlerinin açısı, akışkan hızı, debisi, akan sıvı metalin çapı gibi bir çok parametreyi değiştirerek toz boyutu ve dağılımını kontrol etmek mümkündür.

Gaz atomizasyonun da nozul, akışkanın hızını artırırken basıncını düşüren geometrik yapıdır. Nozul geometrisi gaz akışını kontrol ettiği için bir atomizasyon uygulamasında son derece önemlidir. Gaz akışı nozul geometrisine göre değişmektedir. Nozul geometrisi, gaz hızını ses hızının altındaki hızlarla sınırlayan daralan tasarım veya ses hızının üstündeki hızlara ulaşmasına imkan veren daralan – genişleyen tasarım şeklinde olabilir. Nozul tasarımı ve geometrisini değiştirerek toz boyutu ve dağılımını kontrol etmek mümkündür. Bu çalışmada, dar bir aralıkta çok ince ve küresel şekilli metal tozlarının üretimini gerçekleştirecek süpersonik

bir nozul tasarımı ve imalatı yapılarak toz üretimi gerçekleştirilmiştir. Metal tozu üretimi çalışmaları sonucunda toz boyutu ve dağılımına, tozların şekli, yüzey morfolojisi ve mikroyapısına ve yüzeyde oluşan oksit miktarına üretim değişkenlerinin etkisi araştırılmıştır.

2.TOZ METALURJİSİ

Metal işleme teknikleri içinde en farklı üretim yöntemi olan T/M [1]; metal tozu ve ondan kütleli gereçler ve şekillendirilmiş parçalar üretme teknolojisi ve sanatıdır [2]. Türk Standartları Enstitüsü toz metalurjisini “metalurjinin metalik toz veya bu tozların şekillendirilip sinterlenmesiyle ilgili bölümü” olarak tanımlamaktadır [3].

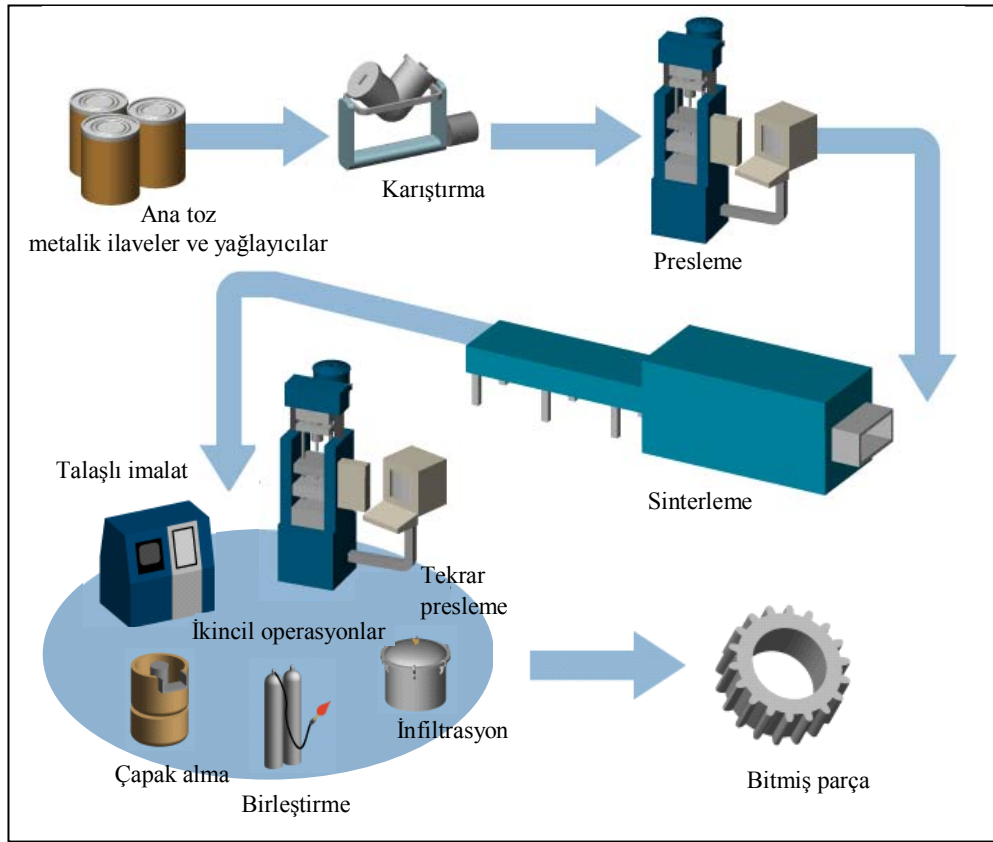
Toz metalurjisinin gayesi; metal ve metal alaşımlarının tozlarını ergitmeden, basınç ve sıcaklık yardımıyla dayanıklı cisimler haline sokmaktır. Bu amaçla; tozlar bir kalıp içinde sıkıştırılır ve oluşturulan şekil sinterlenerek gerekli mukavemete kavuşturulur. Tozların sıkıştırılması oda sıcaklığında, bazen de daha yüksek sıcaklıklarda yapılır. “Sinterleme” adı verilen ısı işlemi, kullanılan metal tozunun ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta yapılmaktadır. Eğer kullanılan toz bir karışım ise; sinterleme işlemi bu tozlardan en yüksek ergime sıcaklığına sahip olan tozun ergime sıcaklığının altında yapılır. Sinterleme ile elde edilen parçalara bazen son şeklini vermek için ikincil bir işlem uygulanabildiği gibi, buna lüzum kalmayabilmektedir. Toz metalurjisinin hangi aşamasıyla ilgili olunursa olsun [1], başlangıç aşamasının tozun üretilmesi olduğu unutulmamalıdır.

T/M bileşim esnekliği, alaşım elementlerinin en az düzeyde ayrışması ve ince taneli mikroyapıların kolayca elde edilmesi gibi özellikler sunar. Aynı parçadan çok sayıda üretim söz konusu olduğunda T/M en iyi uygulanabilen bir tekniktir. Boyut kontrolü ve şekil karmaşıklığı T/M tekniklerinin en bariz avantajlarıdır [4]. T/M ile üretilen parçaların en çok kullanıldığı alan otomotiv endüstrisidir ve demir tozu da en fazla tüketilen metal tozudur.

2.1.Toz Metalurjisi Yönteminin Temel Basamakları

Toz metalurjisinde temel basamaklar, toza şekil verilmesi veya sıkıştırma işlemi ve sinterleme yolu ile tozların ısı birleştirilmesidir [1]. T/M parçalarının üretiminde Şekil 2.1’de de görüldüğü gibi, genel olarak beş aşama mevcuttur [5];

1. Toz üretimi
2. Presleme
3. Sinterleme
4. Yağ emdirme ve kalibrasyon (gerekirse)
5. Tam yoğunluk işlemleri



Şekil 2.1. Toz metal parçaların üretim aşamaları.

2.1.1. Toz üretim teknikleri

Metal tozlarının imalinde kullanılan teknikler, tozların birçok özelliklerini tayin eder. Tozun geometrik şekli üretim yöntemine bağlı olarak küreselden dendritik formlara kadar çok farklı olabilmektedir. Tozun yüzey durumu da üretim yöntemine göre değişiklik göstermektedir. Malzemelerin çoğu, özelliklerine uygun bir teknik kullanılarak toz haline getirilebilir. Bir çok toz üretim tekniği arasından, ticari olarak şu teknikler kullanılmaktadır [1,6]:

1. Mekanik yöntemler
2. Kimyasal yöntemler
3. Elektroliz yöntemi
4. Atomizasyon yöntemleri

2.1.1.1. Mekanik yöntemler

Mekanik yöntemler talaşlı üretim, öğütme ve mekanik alaşımlama olmak üzere üç grupta incelenebilir.

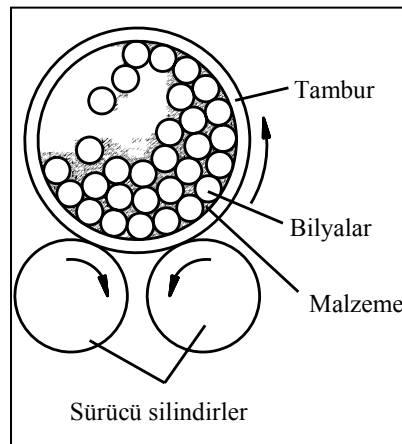
1. Talaşlı Üretim:

Bu yöntemle tornalama, frezeleme ve taşlama gibi talaş kaldırma teknikleri kullanılarak çok iri ve karmaşık tozlar üretilir. Üretilen tozlar, öğütülerek ince tozlar haline getirilebilir. Toz özelliklerinin kontrolündeki zorluk, oksitlenme, yağlanma, kir tutma ve diğer malzeme hurdaları ile karışarak kirlenme problemleri olabilir. Yüksek karbonlu çelik tozları bu yöntemle üretilir.

2. Öğütme:

Bir metal tozu üretim tekniği olmakla birlikte, diğer tekniklerle üretilmiş tozların kırılması için de kullanılan öğütme, en çok bilyalı değirmenlerde yapılmaktadır. Kırılgan malzeme tozlarının üretiminin yapıldığı bu yöntemde, temel prensip parçalanacak malzeme ile sert bir cisim arasında bir darbe meydana gelmesini sağlamaktır.

Öğütülecek metal, içinde büyük çaplı, sert ve aşınmaya karşı dayanıklı bilyaların bulunduğu kaba, önceden kaba bir biçimde kırılmış olarak yerleştirilir. İri taneli öğütülecek malzeme öğütücü kap içinde büyük çaplı, sert ve aşınmaya karşı dayanıklı bilyalar ile birlikte döndürülerek veya titreştirilerek darbe etkisiyle çok küçük tozlara bölünür (Şekil 2.2).

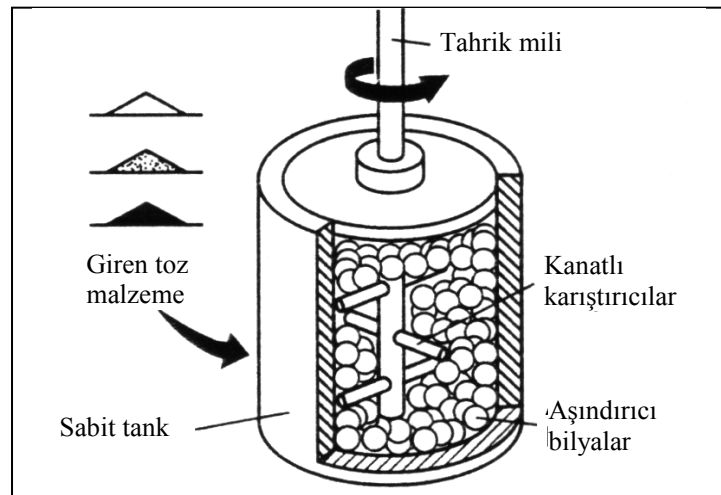


Şekil 2.2. Bilyalı öğütme [1].

Eğer öğütülen malzeme gevrek ise, bilyalarla çarpışmanın etkisiyle çok küçük tozlara bölünür. Öğütülen malzeme sünek parçacıklardan oluşuyor ise, çarpışma sonucunda şekil değiştirerek yassılaşırlar [2]. Homojen bir karışım için kaba konulacak bilyaların hacmi ve öğütülecek malzeme miktarı çok önemlidir. Bilyaların hacmi kap hacminin yaklaşık yarısı ve öğütülecek malzeme miktarı kap hacminin yaklaşık % 25'i oranında olmalıdır [1]. Demir – krom, demir – silisyum v.b. kırılğan malzemeler mekanik olarak bilyalı değirmenlerde öğütülürler.

3. Mekanik alaşımlama:

Mekanik alaşımlama (MA) yöntemi, kuru ve katı haldeki tozların birbirlerine periyodik olarak kaynaklanmasını ve tekrar bu kaynakların kırılmasını sağlayarak daha ince ve homojen bir mikroyapıya sahip yüksek dayanımlı kompozit malzemelerin üretilmesinde kullanılır [7]. MA yönteminde tozlar kapalı bir kap içerisine konular ve tahrik mili döndürülür (Şekil 2.3). Tozlar, mil üzerindeki kanatlar ve bilyalar yardımı ile deforme edilir ve bu tozlarda kırılma ve soğuk kaynaklaşmalar meydana gelir.

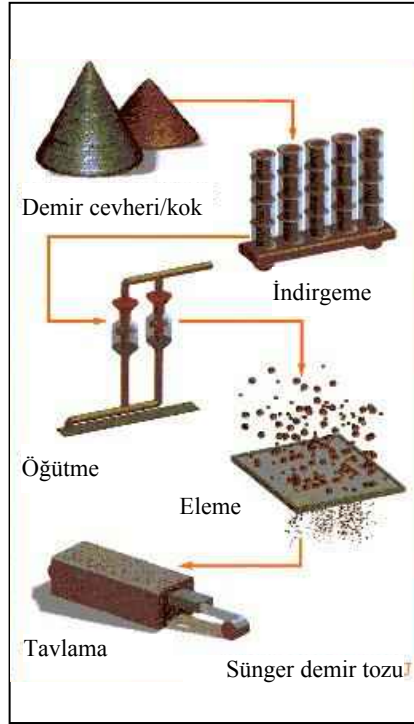


Şekil 2.3. Mekanik alaşımlama yöntemi.

2.1.1.2. Kimyasal yöntemler

Metal tozlarının kimyasal yöntemle üretimi, metal oksitlerin (demir, bakır, tungsten, molibden, nikel ve kobalt) CO veya hidrojen gibi indirgeyici gazlarla oksitlerinden kimyasal olarak indirgenmesidir [1].

Kimyasal yöntemle üretilen sünger-demir tozu bu yöntemin önemli bir uygulama örneğidir. Sünger demir, demir oksit cevherinin uygun nitelikte indirgeyici elemanlara indirgenerek süngerimsi bir kütleye dönüştürülmesiyle elde edilir. Magnetit (Fe_3O_4), kok ve kireç taşı ile karıştırılır ve seramik kaplara doldurulur. Karışım seramik kaplar içerisinde $1260^{\circ}C$ sıcaklıktaki fırınlarda 68 saat bekletilir [2]. İndirgenmenin tamamlanması ile sünger demir elde edilir. Şekil 2.4’de kimyasal yöntemle demir tozu imalatı görülmektedir. Elde edilen sünger demir külçeleri yüksek sıcaklıkta ($1260^{\circ}C$) birbirine kaynak olmuş tozlardan oluştuğundan öğütülerek istenilen tane büyüklüğüne getirilir. Hidrojen gazı altında $870^{\circ}C$ ’de tavlansarak oksijen ve karbondan mümkün olduğu kadar arıtılır ve son olarak elekten geçirilir [8].



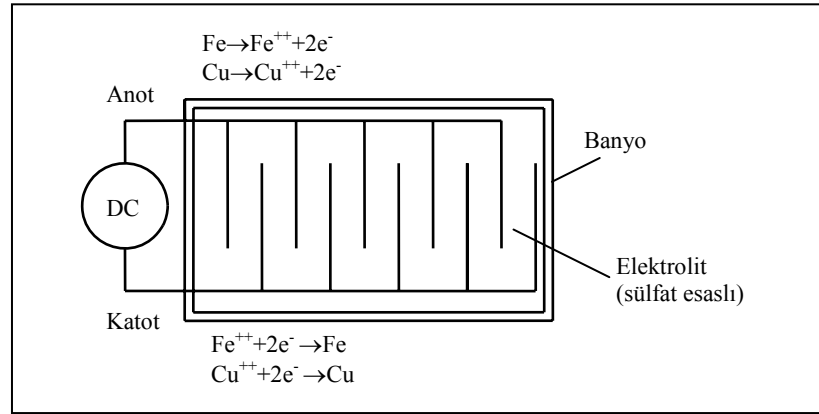
Şekil 2.4. Kimyasal yöntemle demir tozu üretimi [9].

2.1.1.3. Elektroliz yöntemi

Elektroliz yöntemiyle, oksitlerden oluşan tozlar katoda akım vermek suretiyle elektrolitik banyoda çökertilir ya da iyi kırılabilme özelliğinde katot da toplanır (Şekil 2.5).

Banyo teknesi kurşun kaplıdır. Elektrolitik olarak bakır sülfat ve sülfirik asit kullanılır. Anot bakır katot ise antimuanlı kurşundur [10]. Elektroliz yöntemi ile bakır tozları imal edilir.

Elektroliz yönteminde, elektrolitik banyoda çökertilen veya katotta toplanan metal kolaylıkla öğütülerek ince toz haline getirilir ve üretilen tozlar yıkanarak elektrolitten iyice temizlenir. Kurutma asal gazlar altında yapılarak oksitlenme önlenir [2]. Elektroliz sırasında oluşan parçacıklar dendritik bir yapı gösterirlerse de daha sonraki işlemlerle bu yapı kaybolur. Elektrolitik tozların en büyük avantajı yüksek safiyetleri, dolayısıyla iyi sıkıştırabilme özelliklerine sahip olmalarıdır.



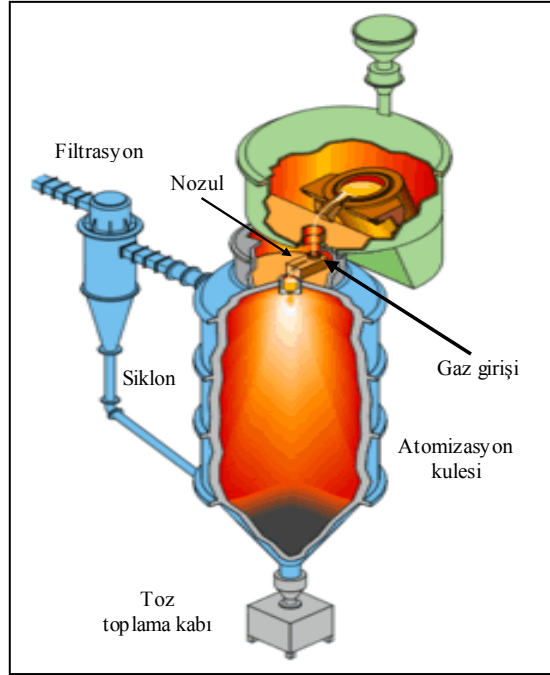
Şekil 2.5. Elektroliz ile toz üretimi [11].

2.1.1.4. Atomizasyon yöntemleri

Atomizasyon, bir sıvı demetinin farklı boyutlardaki çok sayıda damlacıklara ayrılmasıdır [12]. Temel prensip, bir potanın dibindeki delikten akmakta olan ergimiş metalin üzerine yüksek basınçlı gaz veya sıvı püskürtülmesidir (Şekil 2.6). Hava, azot ve argon sıklıkla kullanılan gazlardır ve su ise çok sık tercih edilen sıvıdır. Burada gaz veya sıvı, ergiyik haldeki metal demetini farklı boyutlarda çok sayıda damlacıklara ayırır. Damlacıklar daha sonra katılarak metal tozlarını oluştururlar. Bu üretim yöntemi üç ana bölüme ayrılır:

1. Ergitme
2. Atomizasyon
3. Katılma ve soğuma

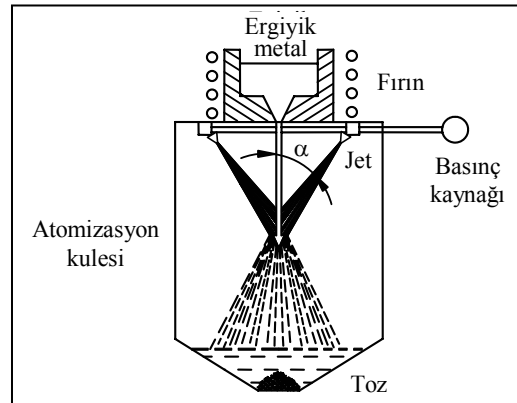
Bu işlemlerden sonra çoğu zaman yüzey oksitlerinin azaltılması, gazlardan uzaklaştırma ve toz boyutu dağılımı gibi ürünün istenen niteliklere getirilmesi için ek işlemler yapılmaktadır.



Şekil 2.6. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.

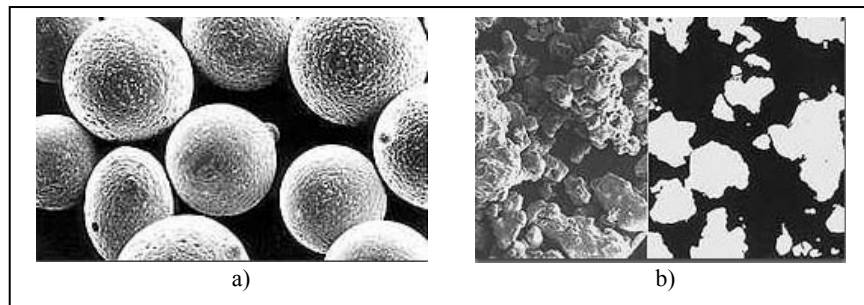
Metal tozlarının üretiminde yaygın olarak kullanılan atomizasyon yöntemleri paslanmaz çelik, pirinç, demir, alüminyum, çinko, magnezyum, kalay ve kurşun gibi metal ve alaşımları için oldukça iyi sonuçlar vermektedir [13]. Ayrıca atomizasyon yöntemleri, alüminyum ve alaşım tozlarının üretiminde en yaygın ve en ekonomik olan yöntemlerdir.

Atomizasyon yöntemlerinden su atomizasyonu, sıvı metalin su jeti ile parçalanması, gaz atomizasyonu ise gaz jeti ile parçalanması olarak tanımlanır. Tipik bir suyla atomizasyon tankı Şekil 2.7'de verilmiştir. Çevresel olarak yerleştirilmiş olan memelerde oluşan basınçlı su jetleri sıvı metali keserek parçalar. Oluşan damlacıklar tankın dibine doğru hareket ederken soğuyarak katılaşırlar ve dibe çökelirler. Su çok iyi bir soğutucu olduğundan, suyla atomizasyon tankları kısadır (1m civarında). Gaz atomizasyonunda benzeri şekilde oluşur. Ancak gazlar iyi soğutucu olmadıklarından gaz atomizasyon tankları daha uzundur [2].



Şekil 2.7. Su atomizasyon işlemi [1].

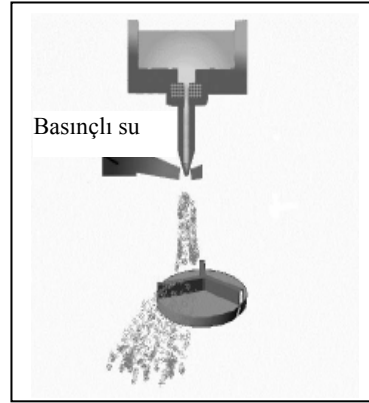
Gaz atomize tozlar küresel veya küresele yakın şekillidirler (Şekil 2.8a). Bu yöntemle üretilen tozların tane boyutu 20 – 300 μm arasındadır. Su atomize tozlar genel olarak karmaşık şekilli olup (Şekil 2.8b), bu tozların sıkıştırılabilirlikleri ve sıkıştırılma sonrası ham mukavemetleri yüksektir. Su atomizasyon yöntemiyle elde edilen tozların ortalama tane boyutu 30 – 1000 μm arasındadır [14].



Şekil 2.8. Tozların genel yüzey görüntüleri.

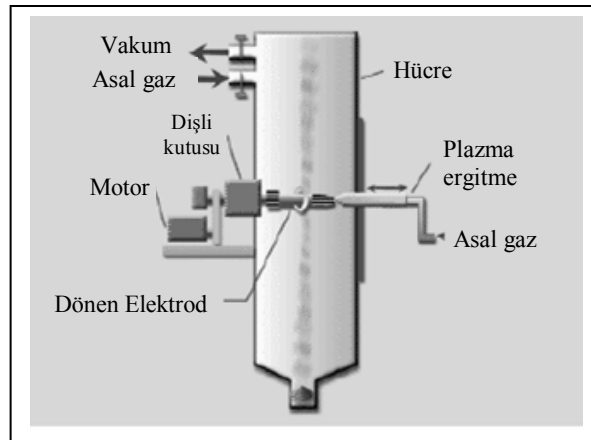
a) Gaz atomize tozlar b) Su atomize tozlar

Ergiyik metalden toz üretimi için merkezkaç kuvvetinin kullanılması olarak bilinen döner disk santrifüj atomizasyon yönteminde, sıvı metal dönen bir disk üzerine akıtılır (Şekil 2.9). Disk üzerindeki set ve yarıklara çarpan sıvı metal parçalanarak şekildeki gibi saçılır. Saçılan metal parçacıklar soğutularak katılaşmaları sağlanır [11, 13].



Şekil 2.9. Döner disk atomizasyon yöntemi [11].

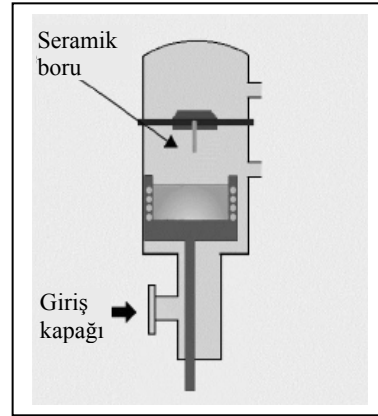
Döner elektrot kullanılarak yapılan santrifüj atomizasyon yöntemi ise, dönmekte olan elektrotun ergiyen ucundaki sıvı metal damlaların atomize olması esasına dayanır (Şekil 2.10) [15].



Şekil 2.10. Döner elektrot atomizasyon yöntemi [11].

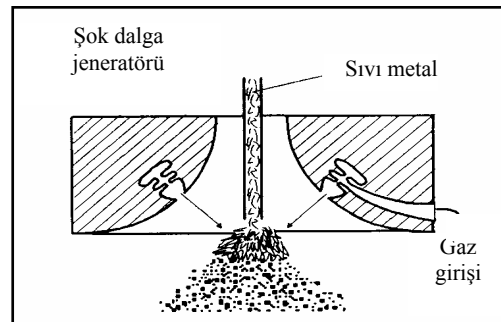
Döner elektrot kullanılarak yapılan santrifüj atomizasyon yönteminde tozu elde edilecek metalden yapılmış elektrot ile ergimeyen tungsten elektrot arasında ark oluşturulur. Ergiyen elektrotun döndürülmesiyle, elektrik arkı altında oluşan damlacıklar savrulur ve tankta toplanır. Oksidasyonu önlemek için toz toplama tankı helyum, argon gibi asal gazlarla doldurulur [11]. Döner elektrot yöntemiyle, kobalt, krom ve titanyum alaşım tozları üretilmektedir [6].

Vakum atomizasyonu yöntemi, basınçlı gaz altındaki sıvı metale ani olarak vakum uygulanması sonucu gazın genleşmesi ve metalin atomize olmasıyla gerçekleştirilen bir metottur [16]. Bu yöntemde, silindirik bir tankın alt kısmında sıvı metal potası, üst kısmında da vakum atomizasyon odası bulunmaktadır (Şekil 2.11). Vakum altındaki sıvı metal önce belirli bir sıcaklığa kadar ısıtılır, bundan sonra bu bölüme hidrojen gazı doldurulur. Potadaki sıvı metalde hidrojen gazı çözüldükten sonra potayı yukarı taşıyan mil potayı yukarı iterek seramik boruyu potaya daldırır. Üst kısımda vakum olduğu için sıvı metal memeden geçerek parçalanır. Böylece metal ve alaşımlarından ince küresel tozlar üretilir [11].



Şekil 2.11. Vakum atomizasyon yöntemi [11].

Ultrasonik gaz atomizasyon yönteminde ise, yüksek basınçlı gaz rezonans boşluklarının birinden diğerine ivmelendirilerek ultrasonik ses dalgaları oluşturulur (Şekil 2.12) ve yüksek katılma hızına bağlı olarak çok ince ve küresel şekilli tozlar üretilir [17].

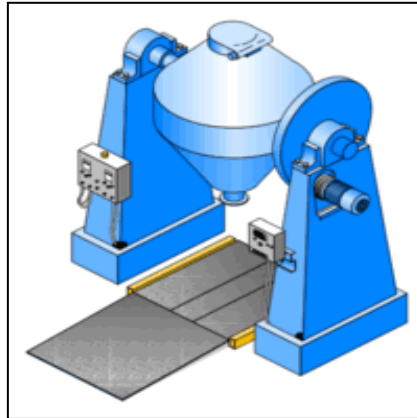


Şekil 2.12. Ultrasonik gaz atomizasyonu [18].

Atomizasyon yöntemleriyle bir tozun ortalama boyutu, toz boyutu dağılımı, toz şekli, yüzey kompozisyonu da dahil olmak üzere kimyasal bileşimi ve mikroyapısı kontrol edilebilir. Bu temel özellikler, tozların ve bitmiş parçaların görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik ve tokluk gibi özelliklerini belirler [18]. Bunların yanı sıra, atomizasyon yöntemlerindeki yüksek toz üretim hızı, ekonomik olarak bir üstünlüktür. Her atomize partikül bir ön alaşım veya küçük bir kütük gibidir ve her partikülde bileşim aynıdır [6].

2.1.2. Tozların karıştırılması

Tozların karıştırılması V veya Y tipi karıştırıcılar adıyla bilinen çift borulu ve çift-koni karıştırıcılarda yapılmaktadır (Şekil 2.13). Karıştırma işlemi, tozların tane boyutuna ve şekline göre yığılmasını önlerken, akma hızını ve görünür yoğunluğunu da değiştirir. Karıştırma işleminin uzun tutulması taneciklerin kırılarak küreselleşmesine ve önemli ölçüde plastik deformasyona uğramasına sebep olabilir. Buda tozun sıkıştırılabilme özelliğini azaltıp, şekillendirme sırasında gerekenden fazla soğuk işlem gerektirir.

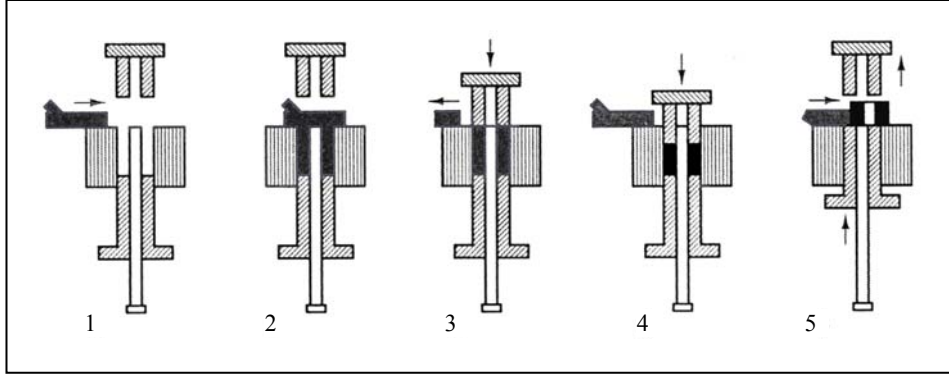


Şekil 2.13. Karıştırıcı.

2.1.3. Tozların preslenmesi (Sıkıştırılması)

Sıkıştırma, bir yük altında serbest yapıdaki toz partiküllerinin istenilen şekle dönüştürülmesi için yoğunluk kazandırma işlemi olarak tanımlanabilir. Tozların sıkıştırılmasındaki ana amaç; ham yoğunluk ve dayanımın elde edilmesidir [14]. Bu işlem için hidrolik, mekanik ve pnömatik presler kullanılmaktadır. Preslerin uyguladıkları basınç değerleri 70 ila 700 MPa arasındadır ve pratikte kullanılan basınç değerleri ise genellikle 145 – 450 MPa arasındadır [19]. Bir çok halde preslemeden önce tozlar 400 – 800°C arasında bir ısıtmaya tabi tutulur. Böylece oksitler, rutubet, karbon, kükürt ve fosfor mümkün mertebe

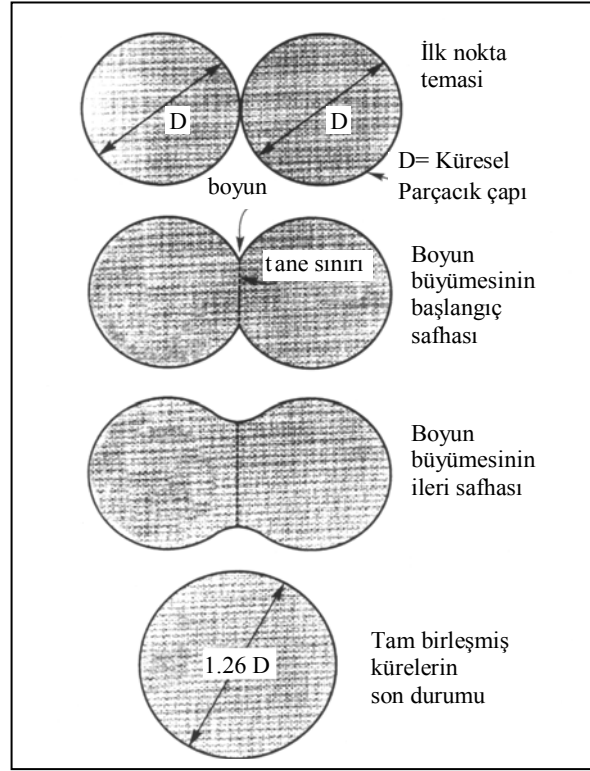
ortamdan uzaklaştırılmış olur. Ayrıca ısı işlem tozların sertliklerini de azaltır ve tozların sıkıştırılabilme imkanı artar. Sıkıştırılabilme tavlama sıcaklığı arttıkça, oksijen azaldıkça artar. Presleme sıcak veya soğuk yapılabilir [20]. Şekil 2.14’de tipik bir aksel presleme işleminin basamakları görülmektedir.



Şekil 2.14. Presleme işlemi [9]. 1. İşlem başlangıcı, 2. Toz doldurma, 3. Presleme başlangıcı, 4. Preslemenin bitişi, 5. Preslenmiş parçanın çıkarılması

2.1.4. Sinterleme

Sinterleme, gözenekli yapıda bir form kazandırılmış tozların yüzey alanının küçülmesi, partikül temas noktalarının büyümesi ve buna bağlı olarak gözenek şeklinin değişmesine ve gözenek hacminin küçülmesine neden olan ısı olarak aktive edilmiş malzeme taşınımı olarak tanımlanabilir. Sıkıştırılmış toz parçalar arasındaki bağlantı yapışma, mekanik kitlenme ve benzeri türden zayıf bağlar olup kristal kafes içerisindeki bağ dayanımına kıyasla çok zayıf kalmaktadır [14]. Bu sebeple; sıkıştırılmış ham yoğunluktaki T/M parçalarına mukavemet ve yüksek yoğunluk kazandırmak amacıyla ergime noktasının altındaki sıcaklıkta ısı işlem uygulanır. Sinterlemenin başlaması noktasal olarak temas halinde bulunan toz parçacıklarının katı-hal bağına dönüşümü ile olur. Sinterleme işlemi sırasında, nokta teması ile başlayan, ara parçacık bağının gelişmesi ile devam eden mekanizmaya çift-küre sinterleme modeli denilmektedir (Şekil 2.15). Bu modelde, parçacık temasının sonucunda oluşan boyun büyümesiyle yeni bir tane sınırı oluşur ve iki parçacık tek bir parçacık oluşturacak şekilde birleşir.






Şekil 2.15. Çift-küre sinterleme modeli [1].

Sinterleme sıcaklığı, tek bileşenli sistemlerde metalin ergime sıcaklığının $2/3$ veya $4/5$ 'i alınarak tespit edilirken, birden fazla bileşenli sistemlerde, ergime sıcaklığı yüksek olan bileşenin ergime sıcaklığının altında, ergime sıcaklığı düşük olan bileşenin ergime sıcaklığının üzerinde seçilebilir. Demir alaşımları $1000 - 1300^{\circ}\text{C}$, refrakter metaller $2000 - 2900^{\circ}\text{C}$ arasındaki sıcaklıklarda sinterlenirler [20]. Sinterleme süresi kullanılan malzemeye göre değişir. Toz kütlelerinde, sahip oldukları büyük yüzeylerden dolayı yüzey enerjisi bulunur. Sinterleme sırasında tozların birbiriyle bağlanması ve toz yüzeylerinin düzelmesiyle yüzey alanları azalır ve böylece yüzey enerjisi de azalır.

2.2. Toz Metalurjisinin Uygulama Alanları

T/M'nin uygulama alanları büyük bir gelişme ve farklılık göstermektedir. Tungsten lamba teli, diş dolguları, kendinden yağlamalı yataklar, otomotiv güç aktarma dişlileri, zırah delici mermiler, elektrik kontakları ve fırçaları, mıknatıslar, nükleer güç yakıt elemanları, ortopedik protezler, iş makinesi parçaları, yüksek sıcaklık filtreleri, şarj edilebilir piller, boyalar, patlayıcılar, kaynak elektrotları, roket yakıtları, mürekkepler, sert lehim bileşikleri ve katalizörler bu uygulamalara örnek olarak verilebilir [1]. Takım çeliklerinin, sert metallerin ve

sürtünme elemanlarının üretimleri de diğer T/M uygulamaları olarak sayılabilir. Şekil 2.16'da çeşitli T/M uygulamaları görülmektedir.

	Otomotiv güç aktarma dişlileri		Mukavemet gerektiren parçalar
	Kendinden yağlamalı yataklar		Sert metal takımlar
	Yüksek sıcaklık filtreleri		Elmas Takımlar
	Sürtünme Elemanları		Elektrik Kontaktları ve fırçaları, mıknatıslar

Şekil 2.16. Toz metalurjisi uygulamaları.

2.3. Toz Metalurjisinin Avantajları ve Dezavantajları

T/M yönteminin ekonomik olması önemli avantajlarındanır. T/M yönteminin diğer bir önemli avantajı, birbiriyle uyuşmayan veya karışmayan malzemeleri toz halinde birleştirebilmektir. Toz metalurjisi yönteminin önemli avantajları aşağıdaki şekilde sıralanabilir [19];

1. Talaşlı işlemler azaltılmış veya tamamen ortadan kaldırılmıştır,
2. Yüksek üretim hızlarına sahiptirler,
3. Karmaşık şekilli parçaların üretimi mümkündür,
4. Geniş bir çeşitlilikte alaşım sistemleri gerçekleştirilebilmektedir,
5. Malzeme kullanım oranları % 98'i geçmektedir.

Toz metalurjisi yönteminin dezavantajları da mevcuttur [19]:

1. T/M parçaları düşük mekanik özelliklere sahiptir,
2. Metal tozlarının ve kullanılan takımların maliyeti oldukça yüksektir,
3. Parça tasarımları sınırlıdır ve parça kesiti boyunca özellikler değişim göstermektedir.

3.GAZ ATOMİZASYONU

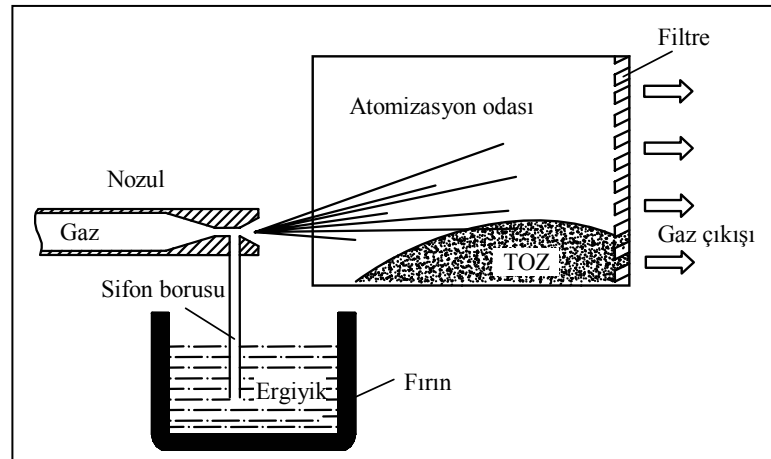
Atomizasyon, metal tozu üretiminde kullanılan en yaygın toz üretim yöntemidir. Ergitilebilen tüm metal malzemelerden ve alaşımlardan toz üretimi için uygulanabilir. Nozul tasarımı ve geometrisi, atomizasyon gaz basıncı ve debisi, sıvı metal çapı gibi bir çok parametreyi değiştirerek toz boyutu ve dağılımını kontrol etmek mümkündür.

Atomizasyonda, gaz jeti üç fonksiyonu yerine getirir. Başlangıçta sıvı metal demetini kesip parçalamak için gerekli kinetik enerjiyi damlacıklara aktarır. Daha sonra damlacıkları gaz akışı içinde ivmelendirir ve son olarak uçuşma esnasında onların soğumasına sebep olur [21]. Gaz jeti, hava, N₂, Ar, CO₂ ve He gibi gazlar olabilir. Asal gazlarla küresel tozlar elde edilir [22]. Hava atomize tozlar ise karmaşık şekillidir [23]. Gaz atomize tozlarda şu özellikler görülmektedir:

1. Düzgün yüzeyle küresel toz şekli
2. Ergitilen metalle aynı kimyasal bileşim
3. Küçük çaplı tozlarda hızlı katılaşmış yapılar

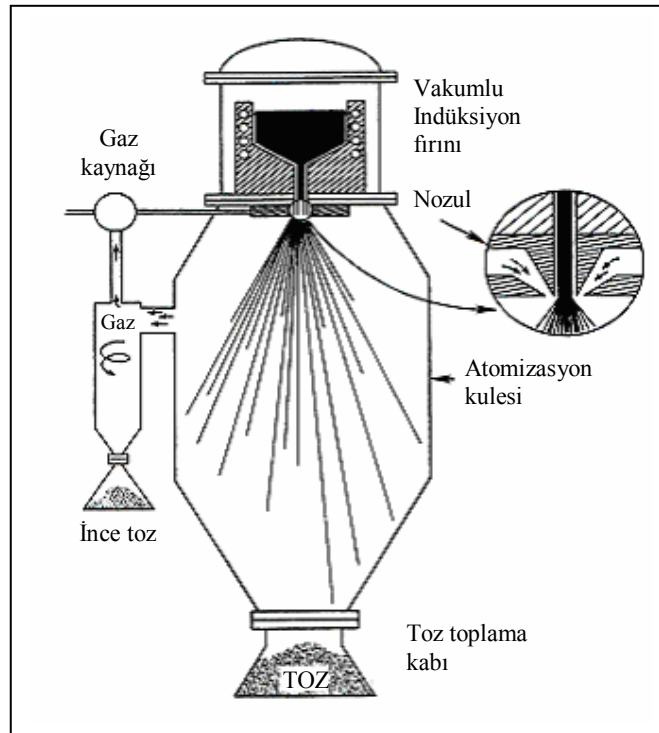
Bu özellikler, gaz atomize tozların bir çok uygulama ve üretim için tercih edilmesine neden olmaktadır.

Gaz atomizasyon üniteleri metal besleme mekanizmaları, ergitme ve toz toplama bölümlerinin yapısı bakımından farklılık gösterirler. Fakat, hepsinde sıvı metal demetine enerji aktarmak suretiyle toz üretilmektedir. Düşük ergime sıcaklığına sahip metaller için gaz atomizasyon üniteleri yatay olarak tasarlanmaktadır (Şekil 3.1) [1].



Şekil 3.1. Yatay gaz atomizasyon ünitesi [1].

Yüksek ergime sıcaklığına sahip metallerin atomizasyonun da, içi asal gaz ile doldurulan kapalı bir kuleye sahip, düşey gaz atomizasyon ünitesi kullanılır ve böylece oksidasyon önlenir. Düşey atomizasyon ünitesinin şematik resmi Şekil 3.2’de görülmektedir. Bu tip ünitelerde, metal indüksiyon fırını ile ergime sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa kadar ısıtılır ve ergiyik metal, nozul içerisine akıtılır. Atomizasyon kulesi, damlacıkların kule çeperine çarpmadan katılaşmasına imkan verecek ölçülerde olmalıdır. Kuleler paslanmaz çelikten imal edilirler. Atomizasyon işleminde kullanılan gazın kule iç basıncını yükseltmesine engel olmak için bu gazın kule dışına tahliyesi önemlidir. Bu amaçla siklon kullanılır. Siklon, aynı zamanda ince tozların tutulması amacıyla da kullanılır [1].



Şekil 3.2. Düşey gaz atomizasyon ünitesi [1].

Yatay üniteye atomize edilmiş tozlar, düşey olarak atomize edilmiş tozlara göre daha iridir ve daha geniş aralıkta bir toz dağılımına sahiptir [24].

Gaz atomizasyonunda genellikle hava ve azot kullanılır. Alternatif bir gaz da helyum gazıdır. Helyum gazı aynı zamanda soğuma hızını da artırır. Gaz atomizasyonun da, gaz basıncı normal olarak 0.5 – 9 MPa arasındadır. Hacimsel gaz debisi ise 0.002 – 0.24 m³/s

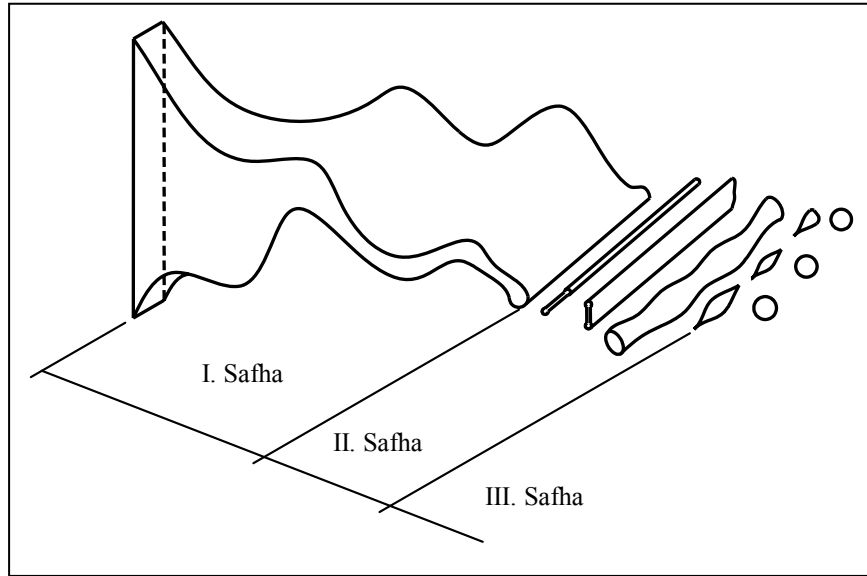
arasındadır. Gazın nozuldan çıkış hızı nozul tasarımına bağlı olup 20 m/s'den süpersonik hızlara kadar çıkmaktadır. Metalin aşırı ısıtması 75 – 150°C arasında değişir [4].

3.1. Gaz Atomizasyon Mekanizmaları

Bir nozuldan atmosfere aniden çıkan sıvı metal demeti, sıvı metalin, onu çevreleyen gazın fiziksel özelliklerine, atomizasyon ortamının hız ve basıncına ve nozul tasarımına bağlı olarak, silindirik kolon, yassı tabaka veya konik bir yüzey şeklini alabilir. Bu damlacık şekillenme mekanizmaları şu üç aşamayı içerir [6]:

1. Hızla artan genlikteki sinüs dalgasının başlaması,
2. Dalganın büyümesiyle çubuk oluşması,
3. Çubuğun bölünmesiyle küresel damlacıkların oluşması.

Şekil 3.3'de sıvı metal tabakadan damlacık oluşumu görülmektedir.



Şekil 3.3. Sıvı metal tabakasının bölünme mekanizması [25].

Atomizasyon mekanizmaları literatürde geniş bir şekilde açıklanmaktadır. Bunların hepsinde ortak nokta, atomizasyon işleminin birkaç safhada meydana geldiği ve birinci safhada sıvı metalin tabaka ve/veya çubuksu yapıya, daha sonra bunu ikinci bölünmenin (2. safha) takip ettiğidir. En son safha (3. safha) damlacıkların katılaşması olarak açıklanır. Tozların soğuma ve katılaşması atomizasyon kulesi içinde havada uçarken meydana gelir. Sıvı metal damlacıklarının katılaşma hızı önemlidir: çünkü, bu hız tozların şeklini belirler [26].

3.2. Gaz Atomizasyonunda Üretim Değişkenleri

Gaz atomizasyonunda toz karakteristiklerini belirleyen çok sayıda üretim değişkeni mevcuttur. Bunları, sıvı metal ile ilgili olanlar ve gaz sistemi ile ilgili olanlar diye iki ana gruba ayırabiliriz. Sıvı metal ile ilgili olanlar: ergiyik metalin sıcaklığı, viskozitesi, yüzey gerilmesi ve akış debisidir. Gaz sistemi ile ilgili olanlar: gazın cinsi, basıncı, debisi, hızı ve nozul geometrisidir [1]. Gaz atomizasyonunda üretim değişkenleri; görünür yoğunluk, akıcılık, mukavemet, sıkıştırılabilirlik, sinterleme ve tokluk gibi özelliklere etki eden tozun boyutu ve dağılımını, toz şeklini, yüzey morfolojisini, mikroyapısını ve tozun kimyasal kompozisyonunu belirler [18].

3.2.1. Toz boyutu ve dağılımı

Toz boyutu, ortalama boyut ve toz boyutu dağılımı ile karakterize edilir [27]. Bir tozun boyutunu ifade etmek için çeşitli ortalama çap ölçüleri kullanılır [23]. Bunlardan en yaygın olanı, boyut dağılımı grafiğindeki kümülatif yüzde eğrisinin % 50 değerine karşılık gelen kütle ortanca çapıdır (d_m veya d_{50}). Kullanışlı olan diğer ortalama çap ölçüleri ise, Sauter ortalama çapı (d_{vs}) ve hacim ortalama çapıdır (d_{vm}).

Sauter ortalama çapı, ince tozların bulunduğu aralıklardaki değişmelere, hacim ortalama çapı ise kaba tozların bulunduğu aralıktaki değişmelere karşı duyarlıdır. Kütle ortalama çapı olan d_{50} , bundan sonra “ortalama boyut” olarak anılacaktır. Ortalama boyut, bir tozu tanımlamak için her zaman yeterli olmayabilir ve logaritmik normal dağılımın standart sapmasına ihtiyaç duyulur. Standart sapmayı veren ifade şu şekilde tanımlanmıştır:

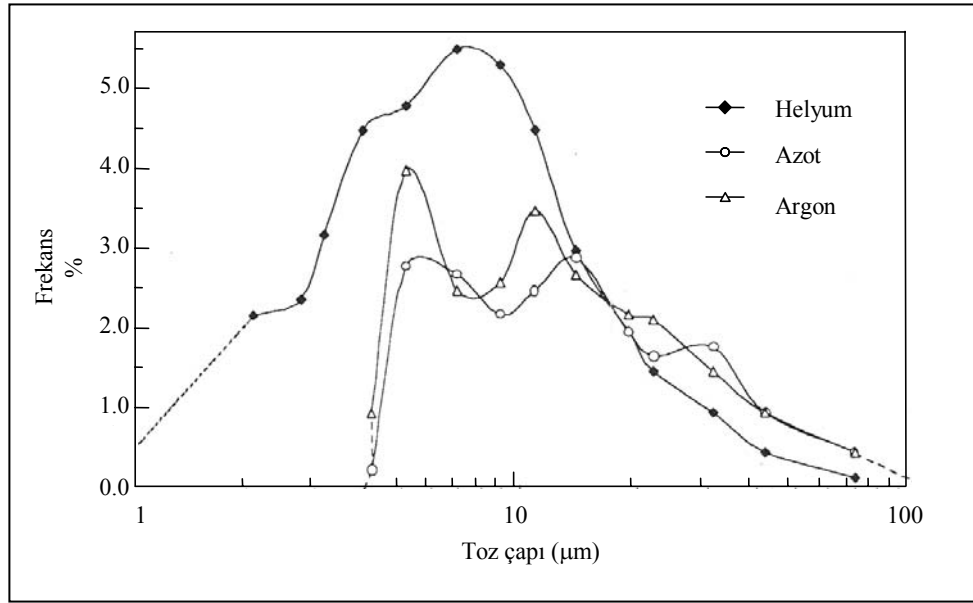
$$\sigma_g = \left(\frac{d_{84.1}}{d_{15.9}} \right)^{1/2} = \left(\frac{d_{84.1}}{d_{50}} \right) = \left(\frac{d_{50}}{d_{15.9}} \right) \quad (3.1)$$

Gaz atomize alüminyum tozları için σ_g değeri, toz boyutuna ve atomizasyon şartlarına bağlı olarak 1.8 ile 2.5 arasında değişir [23, 28].

Boyut dağılımı, özellikle bitmiş ürün yoğunluğuna etkisi sebebiyle en az ortalama boyut kadar önemlidir [29]. Gaz atomize tozlar genel olarak logaritmik normal dağılım göstererek tipik bir çan eğrisi oluştururlar. Tipik ürün, geniş bir aralığa sahip çok boyutlu tozlardır [1].

Üretim değişkenlerinin toz özelliklerine etkisini araştırmak amacıyla magnezyum, alüminyum ve alaşımları üzerinde bir çok çalışma yapılmıştır. Şekil 3.4’de gaz cinsinin toz boyutuna etkisi gösterilmiştir. Burada helyumun, benzer şartlarda azot ve argondan daha ince

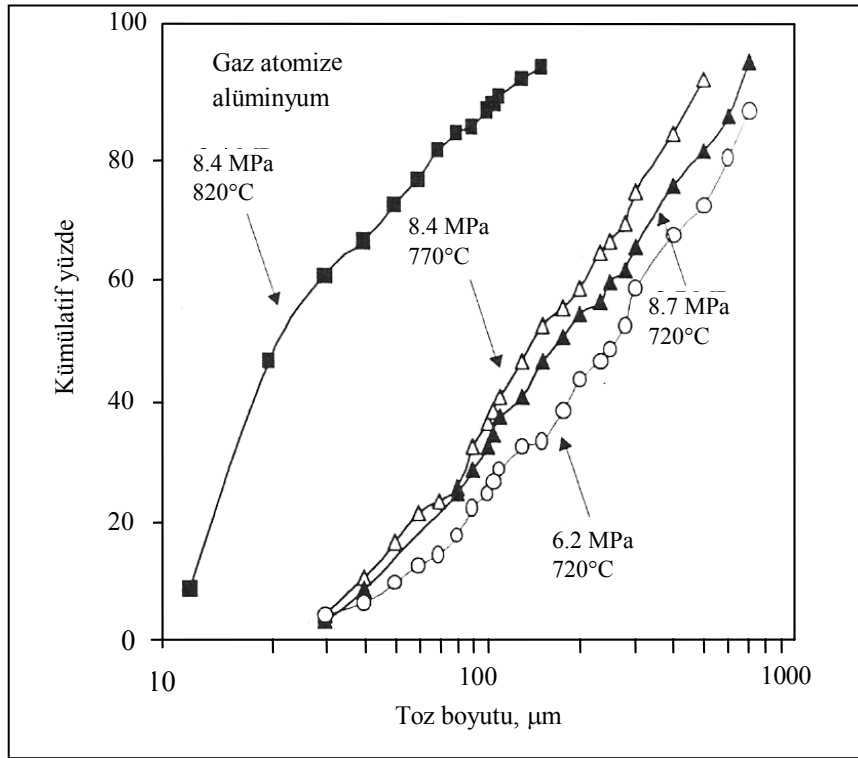
tozlar ürettiği görülmektedir. Ortalama boyut helyum, azot ve argon için sırasıyla 13.36 μm , 24.53 μm ve 25.32 μm olarak hesaplanmıştır [30]. Helyumun, azot ve argona göre ısı emme kapasitesinin daha yüksek olması toz boyutunun küçülmesine sebep olmuştur. Helyum, azot ve argonun 273 K sıcaklıktaki ısı iletim katsayıları sırasıyla; 149.8 W/m K, 24.05 W/m K, 17.7 W/m K dır [31].



Şekil 3.4. He, Ar ve N₂ gazları kullanılarak üretilen alüminyum tozlarının frekans dağılımı [30].

Hızlı katılaşmış tozlar için en iyi soğutma şartlarını helyum sağlamasına karşın, fiyatı diğer atomizasyon gazlarına göre daha yüksektir [31]. Diğer atomizasyon gazlarının kendilerine özgü bir takım özellikleri bulunmaktadır; azot, helyum ve argona göre daha ekonomik bir gaz, argon ise koruyucu bir gazdır.

Atomizasyon gaz basıncı ve ergiyik sıcaklığının alüminyum tozlarının kümülatif toz boyutu dağılımı üzerine olan etkileri Şekil 3.5'de görülmektedir. Basınç artışının daha yüksek enerjiye ve aşırı ısıtılmış ergiyikin daha düşük viskoziteye sahip olması nedeniyle, bu yöndeki değişimler dağılım eğrisini daha küçük toz boyutuna doğru hareket ettirir [1]. Bu veriler, gaz basıncının artışının ortalama toz boyutunu küçültmekle birlikte tozların standart sapmasını da küçülttüğünü göstermektedir [6].

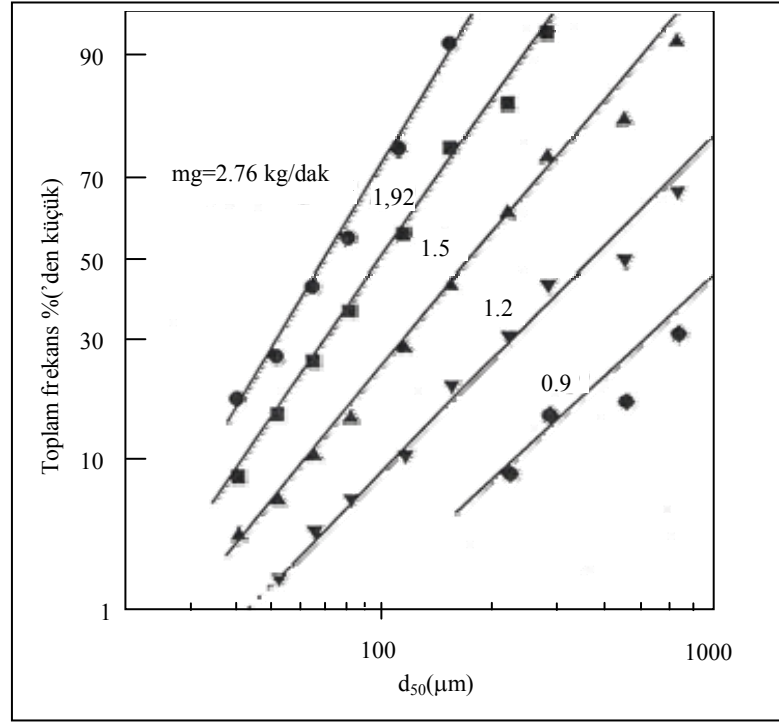


Şekil 3.5. Farklı basınç ve ergiyik sıcaklıklarında alüminyumun toz boyutunun değişimi [1].

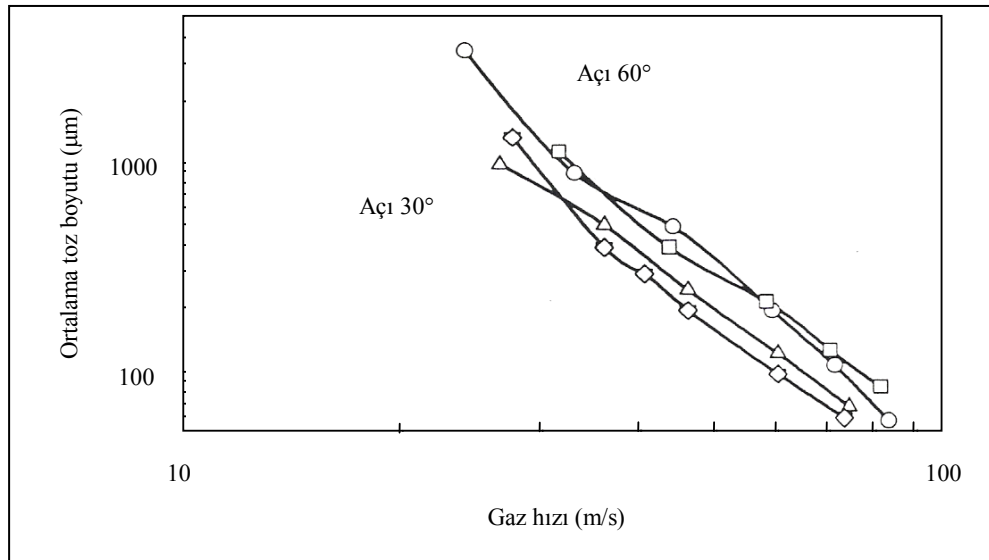
Azot atomize kalay için, gaz debisinin ortalama toz boyutuna etkisi Şekil 3.6'da gösterilmiştir. Burada sıvı metal debisi sabit (3 kg/dak) ve gaz debisi ise 0.9 – 2.76 kg/dak arasındadır. Bu veriler, gaz debisi ve gaz/metal oranı arttığında ortalama toz boyutunun küçüldüğünü teyit etmektedir [32].

Çarpma açısı gaz jetlerinin toplam açısıdır ve nozul geometrisine ait bir değerdir [6]. Şekil 3.7'de kalay ve kurşun için gaz hızının ve çarpma açısının ortalama toz boyutuna etkisi verilmiştir. Azot ile atomize edilmiş kalay ve kurşun tozlarında 30° çarpma açısı, 60° çarpma açısına göre daha küçük ortalama boyutlu toz üretimi yapılmasını sağlamıştır. Gaz hızındaki artış da toz boyutunu küçültmektedir. Toz boyutunun değişimi kalay ve kurşun için her bir metalin fiziksel özelliklerine bağlı değildir.

Sıvı metal debisi, üretim hızını kontrol ettiği için ekonomik olarak en önemli değişkenlerden biridir [28]. Bu değişken, metal film kalınlığını ve gaz ile sıvı metal arasındaki ısı transferini etkiler. Daha kalın metal filmi, birincil bölünme esnasında damlaların ortalama boyutunu daha büyük yapar [31].



Şekil 3.6. Azot atomize kalay tozlarının ortalama boyutuna gaz debisinin etkisi [32].



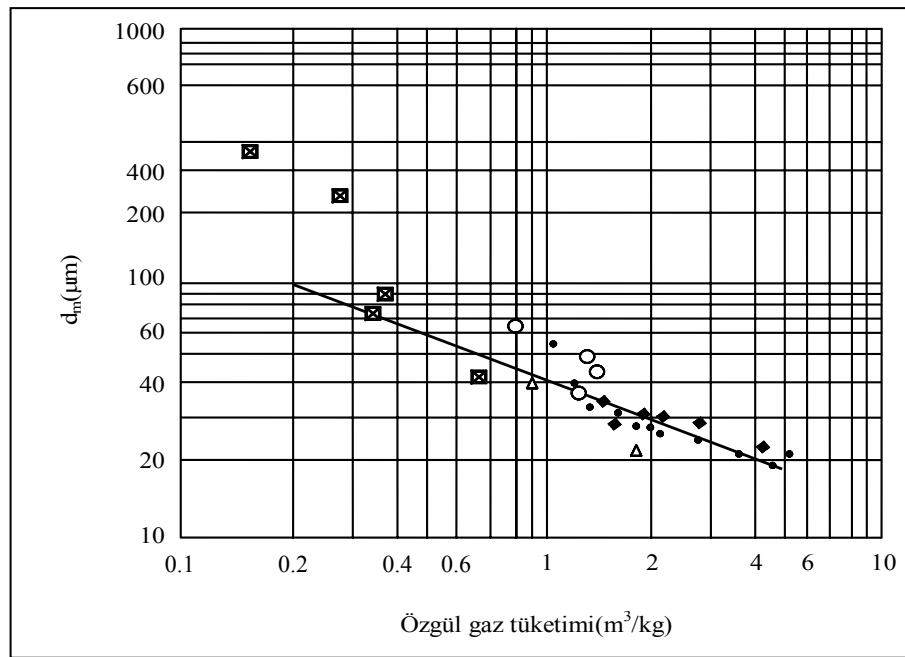
Şekil 3.7. Azot gazı hızının ve çarpma açısının toz boyutuna etkisi (o, \diamond : Pb; \square , Δ : Sn) [32].

Bir nozul tasarımı için, toz boyutunu kontrol etmede en önemli üretim değişkeni özgül gaz tüketimidir [33]. Özgül gaz tüketimi, gaz/metal kütle oranı veya gazın hacminin metalin kütlesine oranı olarak ifade edilir [4]. Şekil 3.8'de farklı metal ve alaşımlardan alınan verilerin

grafığı görülmektedir. Grafikte, gaz/metal kütleli debi oranındaki artış, ortalama toz boyutunu küçültmektedir. Doğru denklemi;

$$d_m = K F^{1/2} \text{ gibidir.} \quad (3.2)$$

Burada; K sabit ve F ise m^3/kg cinsinden özgül gaz tüketimidir. K'nın değeri nozul tasarımı ve alaşım özelliklerine bağlı olarak değişir [6].

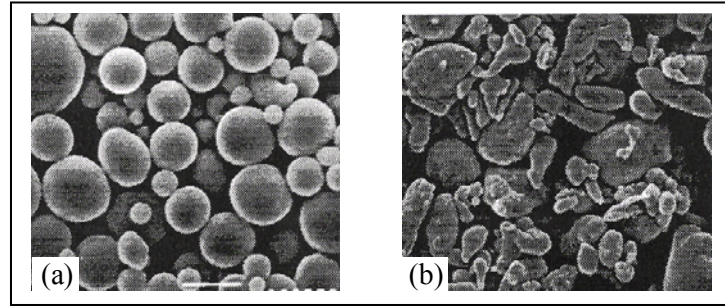


Şekil 3.8. Farklı metal ve alaşımlar için toz boyutunun özgül gaz tüketimine göre değişimi [6].

3.2.2. Tozların şekil, yüzey morfolojisi ve mikroyapısı

Toz şekli, tozların paketlenmesini, akıcılığını ve sıkıştırılabilirliğini etkiler [1]. Küreselden karmaşık şekillere doğru değişebilen tozun şeklini katılma süresi belirler [27]. Eğer bir sıvı damlacığın küreselleşme süresi, katılma süresinden daha kısa ise parçacık şekli küresel olma eğilimi gösterir. Küreselleşme süresi uzun ise, karmaşık şekle sahip tozlar oluşur.

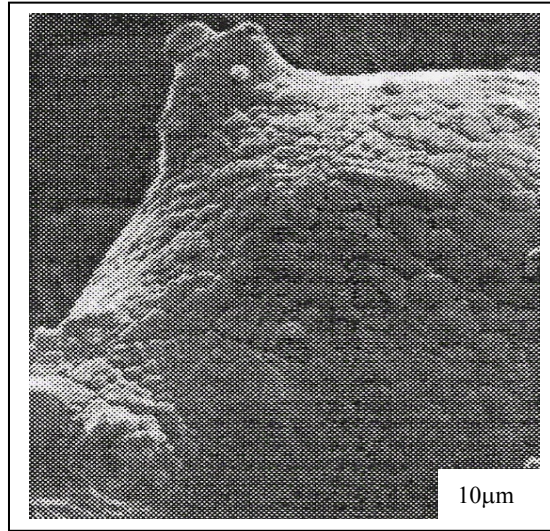
Atomizasyon esnasında karmaşık şekilli bir sıvı damlacığını küreselleşmeye yüzey gerilme kuvvetleri (σ_m) zorlar [18]. Asal gazla atomize edilmiş tozlar genellikle küresel iken, hava atomize tozlar karmaşık şekillidir [23]. Ergitilen metale uygulanan yüksek miktarlardaki aşırı ısıtmalar ve küçük çarpma açısı, daha yuvarlak şekilli tozların üretilmesini sağlar. Şekil 3.9'da hava ve azot ile atomize edilmiş alüminyum tozlarına ait resimler verilmiştir.



Şekil 3.9. Atomize alüminyum tozları [28].

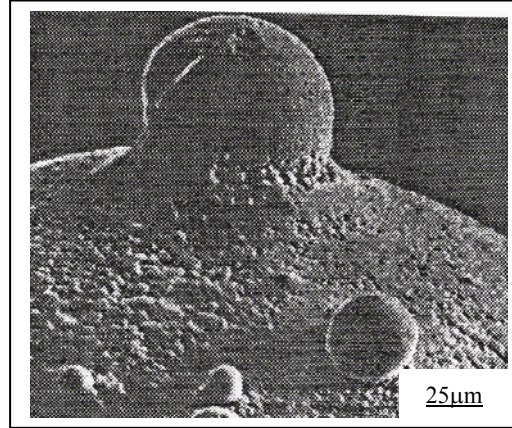
a) Azot atomize b) Hava atomize

Gaz atomize tozlar genellikle düzgün yüzeylidir. Detayda ise hücresel veya dendritik bir morfoloji mevcuttur. Şekil 3.10'da asal gaz ile atomize edilmiş çelik tozunun hücresel morfolojisi gösterilmiştir. Gaz atomize tozların hücresel veya dendritik morfolojiye sahip olması damlacığın soğuma şeklini yansıtır [6].



Şekil 3.10. Atomize çelik tozunun hücresel yapıyı yüzeyi [1].

Atomizasyon sırasında küçük tozların kendisinden daha büyük tozlarla çarpışması sonucu uydulaşmalar meydana gelir. Bu çarpışmalar [27]; toz boyutu, boyut dağılımı ve toz şekline etkisi sebebiyle önemlidir. Büyük ve küçük parçacıkların katılma süreleri arasındaki fark ve farklı boyutlu damlacıkların atomizasyon gazının etkisiyle değişik oranlarda ivmelenmesi uydulaşmaya sebep olmaktadır [34]. Şekil 3.11, iri tozun, tamamen katılmış olan uydu tozla çarpışmadan önce yarı katı halde olduğunu göstermektedir.



Şekil 3.11. Kısmi bir toz yüzeyinde uydu tozlar [1].

Atomizasyon işlemi, yaklaşık 1 µg miktarında çok küçük bir döküm olarak kabul edilebilir. Bu kütlenin soğuması geleneksel döküme göre çok daha büyük bir hızda olur [35]. Geleneksel döküm tekniklerinde soğuma hızı 100°C/s'den daha azdır. Buna karşılık atomize tozlar, birim hacim başına yüksek yüzey alanına ve genellikle $10^3 - 10^4$ °C/s arasında soğuma hızına sahiptirler [1]. Metal alaşımlarının mekanik özellikleri, katılaşma süresince mevcut şartlardan büyük ölçüde etkilenen mikroyapıları tarafından kontrol edilir [36]. Gaz atomize tozlarda mikroyapı genellikle dendritiktir [18].

3.2.3. Tozun kimyasal bileşimi

Gaz atomizasyonun da, soğuma süresince yüzey reaksiyonları oluşur ve bu bileşenler, tozların yüzeyine yerleşir. T/M parçalarının mekanik özelliklerini kontrol edebilmek için, yüzeydeki bu reaksiyon ürünlerinin kompozisyonunun bilmek önemlidir [37].

Tozlardaki metal olmayan içerikler, özellikle metal oksitleri, sıkıştırılmış tozların performansını sınırlar. Bu katışıklıklar ergime ve/veya gaz atomizasyon sırasında oluşurlar [38]. Tozlardaki bu katışıklıklar gerilmenin yoğun olduğu yer olarak davranır ve yorulma çatlaklarının başlamasına yol açarlar. Uygun ergitme teknolojisi kullanılarak, gaz atomize tozlarda metalin kimyasal bileşiminin hemen hemen aynısını elde etmek mümkündür. Bu sayede alüminyum, bakır, demir, nikel, kobalt ve titanyum esaslı özel alaşımlar gazla atomize edilerek aynı bileşimde tozlar elde edilir [4].

Atomizasyon şartlarında oksitlenmenin önlenmesi mümkün değildir. Asal gaz veya vakum atomizasyonlarında bile, oksitlenme daima oluşmakta ve tozlar tamamen bir oksit tabakasıyla kaplanmaktadır [39].

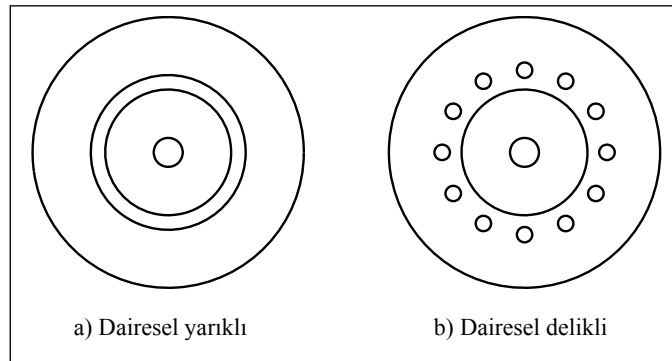
Carney vd. [40], gaz atomize tozlarda oksit oluşumunu araştırmışlar ve bunu üç aşamada ele almışlardır:

- a. Atomizasyon süresince, parçacıkların kule içinde uçarak katılaşmaları esnasında meydana gelen oksitlenme.
- b. Atomizasyondan sonra, toz toplama kabında oluşan oksitlenme.
- c. Depolama ve taşıma sırasında tozun havayla teması sonucu oluşan oksitlenme.

Oksit tabakası hava gibi nemli gazlarla temas ettiğinde toz yüzeyinde fiziksel ve kimyasal bir sınır olarak su buharı oluşur [39]. Oksit tabakasının birleştirme veya sıcak şekillendirme süresince tamamen kırılmaması veya düzenli bir biçimde dağılmaması mukavemet, süneklik, tokluk ve yorulma dayanımı gibi mekanik özellikleri olumsuz yönde etkiler. Yüzey oksitlerinin kırılması gazdan temizleme işleminin derecesine bağlıdır. Bu işlem tam olarak gerçekleştiğinde, yüzey oksit tabakası tozların birleştirilmesi esnasında tamamen kırılır [41]. Böylece tozlar arasında metalik bir bağ oluşması imkanı doğar. Ancak, kırılan bu oksitler birleşmiş ürünlerde çoğu zaman bir dizi halinde görülür. Bu durumun çatlak oluşumu ve ilerlemesi gibi sebeplerle tokluğu olumsuz yönde etkileyeceği düşünülmektedir [42].

3.3. Gaz Atomizasyon Nozul Tipleri

Bir atomizasyon ünitesinde nozul, gaz jetlerini sıvı metal ile temas ettirip, sıvı metalin parçacıklara ayrılmasını sağlar. Başka bir ifadeyle nozul, gaz jetlerinin akışını kontrol ederek istenilen özelliklerde tozun üretilmesini sağlayan geometrik yapıdır. Nozul tipi tozların boyutunu ve şeklini önemli derecede etkiler. Günümüzde kullanılan nozullar patentlidir. Şekil 3.12’de gösterildiği gibi; dairesel yarıklı veya dairesel delikli olarak üretilirler.

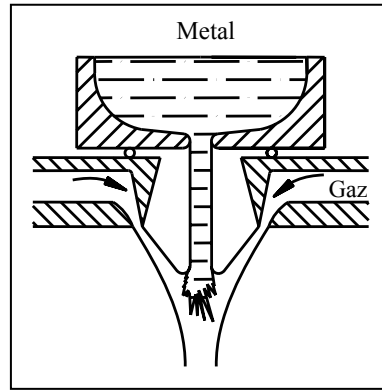


Şekil 3.12. Nozul gaz jeti tipleri [32].

Gaz atomizasyon nozullarını, serbest düşmeli ve yakından eşlemeli nozul sistemleri olmak üzere iki sınıfa ayırabiliriz [23].

3.3.1. Serbest düşmeli nozul sistemi

Serbest düşmeli atomizasyon sistemlerinde sıvı metal, yerçekimi etkisi altında potanın yaklaşık ~50 – 200 mm aşağısına düştükten sonra dairesel delikli veya dairesel yarıklı gaz jetleri ile atomize edilir [23]. Çarpışma olduğu anda sıvı metal çok küçük damlacıklara ayrılır ve bunlar uçarken katılaşır. Şekil 3.13’de serbest düşmeli nozul sistemi gösterilmiştir.

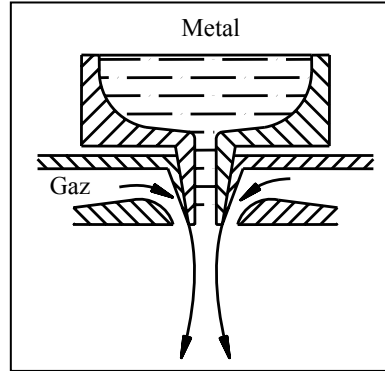


Şekil 3.13. Serbest düşmeli nozul sistemi [32].

Serbest düşmeli nozul ile 5 – 20 μm aralığında toz üretmek çok aşırı pahalı ve ekonomik olmayan bir yöntem olduğundan birçok toz üreticisi bu yöntemi terk etmiştir. Çünkü, sıvı metali çok ince taneciklere ayırmak için gerekli enerjiyi, gazdan sıvı metale aktarmada problemler olmaktadır. Çok büyük jet açısı verimsiz ve kararsız bir atomizasyona yol açar. Aynı zamanda çok yüksek gaz hızı da gaz jetinin kararsızlığını birlikte getirir [4]. Yakından eşlemeli nozullarda gaz ile sıvı metalin, akış borusunun hemen ucunda buluşmaları; aşırı gaz hızları ile büyük çarpışma açılarının sebep olduğu kararsızlıkları engellemektedir.

3.3.2. Yakından eşlemeli nozul sistemi

Yakından eşlemeli nozulların hemen hepsi dairesel yarıklı gaz jetleri ile kullanılır. Yakından eşlemeli nozullarda sıvı metal demeti, metal akış borusunun hemen ucunda ince bir tabaka halinde gaz jetleri ile karşılaşarak atomize olur [23]. Şekil 3.14’de yakından eşlemeli nozul sistemi gösterilmiştir.



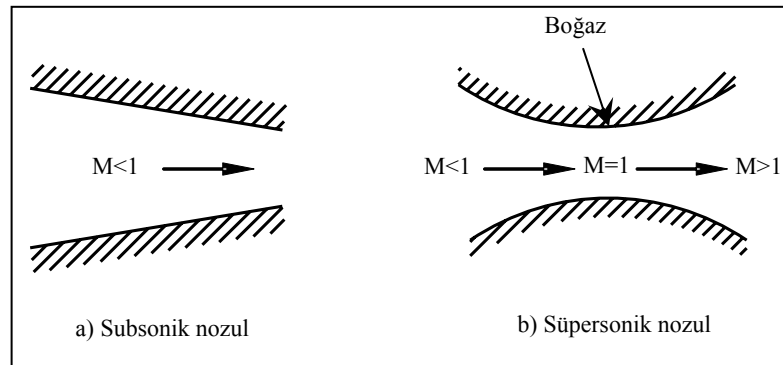
Şekil 3.14. Yakından eşlemeli nozul sistemi [32].

Yakından eşlemeli nozul sistemleri yüksek verimli ve çok ince tozların üretimi için uygundur. Çünkü [4]:

- Akmakta olan sıvı metale gaz jeti çok yakındır. Buda maksimum kinetik enerjinin sıvı metale aktarılmasını sağlar.
- Gaz jetinin daha büyük açılarında atomizasyon yapılabilmesine imkan verir. Yine buda daha fazla enerjinin sıvı metale aktarılmasını sağlar.

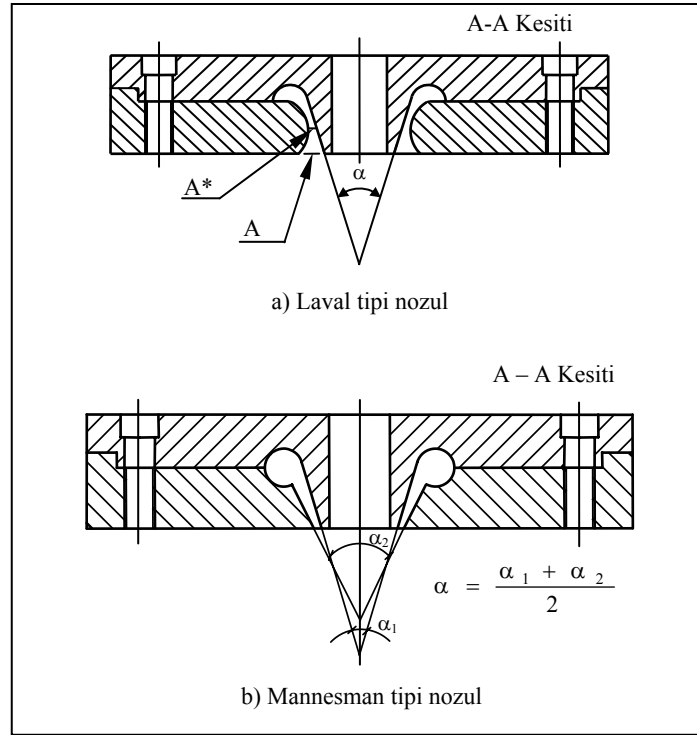
3.3.3. Gaz atomizasyon nozul geometrisi

Nozul geometrisi atomizasyon gaz akışını kontrol ettiğinden dolayı, herhangi bir atomizasyon uygulamasında son derece önemlidir [23]. Nozul geometrisi, gaz hızını ses hızının altındaki hızlarla sınırlayan daralan tasarım veya ses hızının üstündeki hızlara ulaşmasına imkan veren daralan – genişleyen tasarım şeklinde olabilir (Şekil 3.15) [18].



Şekil 3.15. Ses hızının altındaki ve üstündeki akışlar için nozul geometrisi [43].

Daralan – genişleyen tasarım Laval nozulu olarak bilinir (Şekil 3.16a) [43]. Laval nozulunda boğaz en önemli kesit olup bu bölgedeki özellikler sonik özellikler olarak adlandırılır. Daralan tasarım ise [18], Mannesmann nozulu olarak adlandırılır (Şekil 3.16b).



Şekil 3.16. Nozul geometrisi tipleri [44].

3.3.4. Mach sayısı (M)

Akış özellikleri hızın ses altı veya ses üstü olmasına bağlı olarak değişiklikler göstermektedir. Genel olarak $M=1$ noktası önemlidir. $M<1$ ses altı akış, $M>1$ ise ses üstü akış olarak nitelendirilir. Ses altı hızlar için akış yönünde kesit alanı azalmaktadır. $M=1$ olduğunda ise, yani sonik hızda minimum kesit alanı elde edilir. Ses üstü hızda azalan basınçla akış yönünde kesit alanı artmaktadır.

Mach sayısı, akışkanın hızının ses hızına oranıdır ve;

$$M = \frac{V}{c} \quad (3.3)$$

şeklinde ifade edilir. Hem ses altı hem ses üstü akışlar için Mach sayısı önemli bir parametredir.

$V=c$ (durgun akış) durgun bölge şartlarını, $V<c$ (subsonik akış) ve $V>c$ (süpersonik akış) akışkanda oluşturulan noktasal etkinin yayılmasını ifade etmektedir. $V=c$, koşulunda dalgalar paralel iken, $V<c$ koşulunda paralelliklerini kaybetmekte fakat bir noktada kesişmemektedir. $V>c$ koşulunda ise, eşit zaman aralıklarıyla artırılan dalgalara çizilen teğetler koni oluşturmaktadır. Bu koni Mach konisi olarak adlandırılır.

3.3.5. Nozul tasarımlarında temel parametreler

Nozul tasarımında temel basamaklarından birisi $M=1$ olacak şekilde boğazı boyutlandırmaktır. Mach sayısının “1” olduğu kesit boğaz olarak adlandırılan en dar kısımdır. Boğaz alanı, verilen bir debi için durgunluk şartları (P_0 , T_0 , q_0) ve akışkan özelliklerine göre belirlenir.

Bir ideal gazın izentropik akışında Mach sayısına ve durgunluk koşullarına bağlı olarak aşağıdaki denklemler:

$$\frac{T}{T_0} = \frac{1}{1 + [(k-1)/2] M^2} \quad (3.4)$$

$$\frac{P}{P_0} = \frac{1}{[1 + [(k-1)/2] M^2]^{k/(k-1)}} \quad (3.5)$$

$$\frac{q}{q_0} = \frac{1}{[1 + [(k-1)/2] M^2]^{1/(k-1)}} \quad (3.6)$$

yazılır. Bu denklemler gerektiğinde izentropik olmayan akışlarda Mach sayısına göre gerçek durgunluk değerlerinin belirlenmesinde kullanılır [45]. Boğaz boyutlandırıldıktan sonra nozul tasarımında önemli bir noktada kesit alan oranlarının belirlenmesidir. A^* boğaz alanını temsil etmek üzere kesit alan oranları için:

$$\frac{A}{A^*} = \frac{1}{M} \left[\frac{2}{k+1} \left(1 + \frac{k-1}{2} M^2 \right) \right]^{(k+1)/[2(k-1)]} \quad (3.7)$$

bağıntısı yazılır. Bu bağıntı kullanılarak çıkış basıncı ve Mach sayısı tayin edilir. Tasarım esnasında çıkış basıncı yaklaşık olarak atmosfer basıncına eşit alınır. Durgunluk şartları, çıkış basıncı ve debisi için farklı akış geometrisine sahip, çok sayıda tasarım yapılabilir.

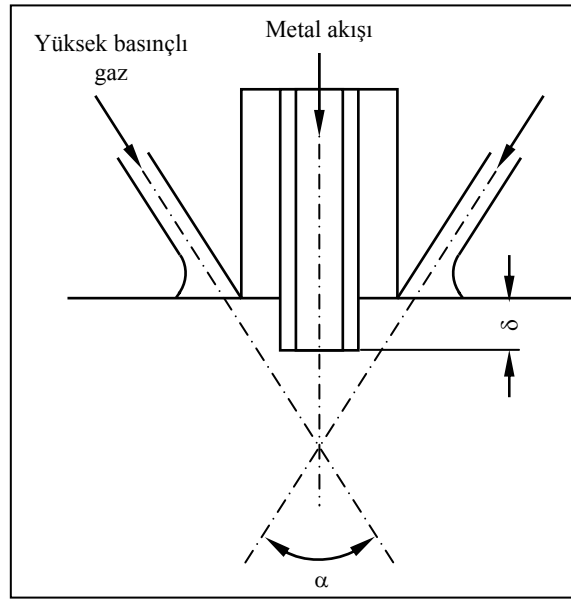
3.3.6. Nozul gaz akışı

Nozulda akış ve boğaz koşullarını sınırlayan parametreler durgun bölge özellikleridir. Bir başka ifadeyle akış özellikleri Mach sayısına ve durgunluk koşullarına bağlı olarak değişiklikler göstermektedir.

3.3.6.1. Metal akış borusu ucundaki basıncın etkisi

Bazı basınçlarda metal akış borusu ucunda geri basınç oluşur ve sıvı metal akışını yavaşlatır. Bazı durumlarda ise metal akışı tamamen durur [44]. Metal akış borusu ucunda oluşan düşük ve negatif basınç (emme basıncı) ise, ince toz üretimine katkıda bulunur. Baram [46], yapmış olduğu çalışmada metal akış borusu ucundaki basınç değişimlerinin; akış borusunun geometrisine ve gaz basıncına bağlı olduğunu ve geri basınç oluşumundan kaçınılabilmesi için metal akış borusunun gaz çıkışına göre konumunun önemli bir parametre olduğunu ortaya koymuştur.

Cui ve arkadaşları [47], daralan –genişleyen (Laval) geometriye sahip atomizasyon sisteminde metal akış borusu ucundaki basınç değişimlerini incelemişlerdir. Şekil 3.17’de görülen Laval nozulunda gaz jeti basıncı (P_b) ve geri basınca (P_E) bağlı olarak, farklı akışlar gözlemlenmiştir.

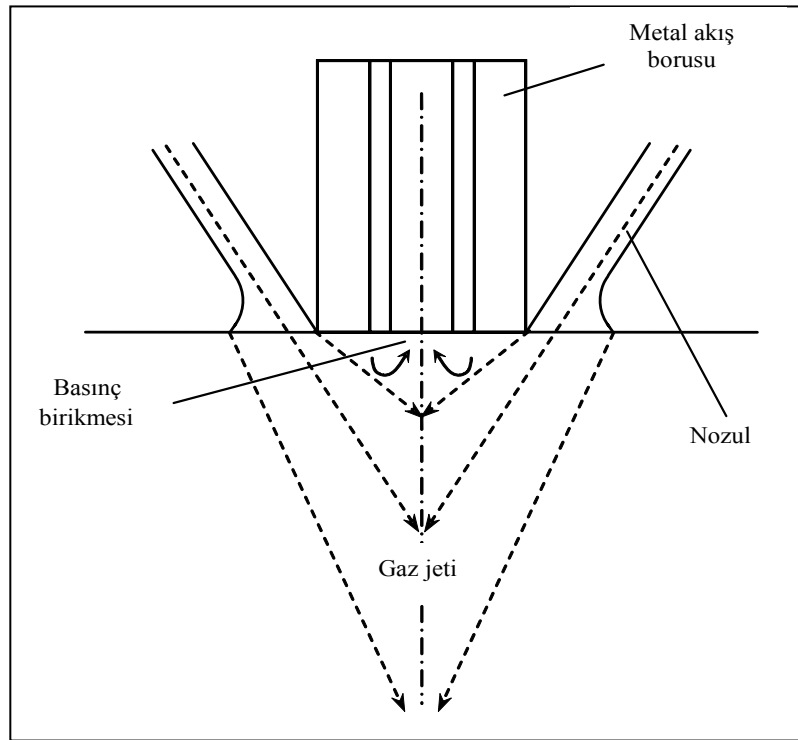


Şekil 3.17. Laval tipi nozulda gaz akışı [47].

Cui ve arkadaşlarının [47], Laval tipi nozul sisteminde yaptıkları çalışma aşağıdaki sonuçları göstermiştir.

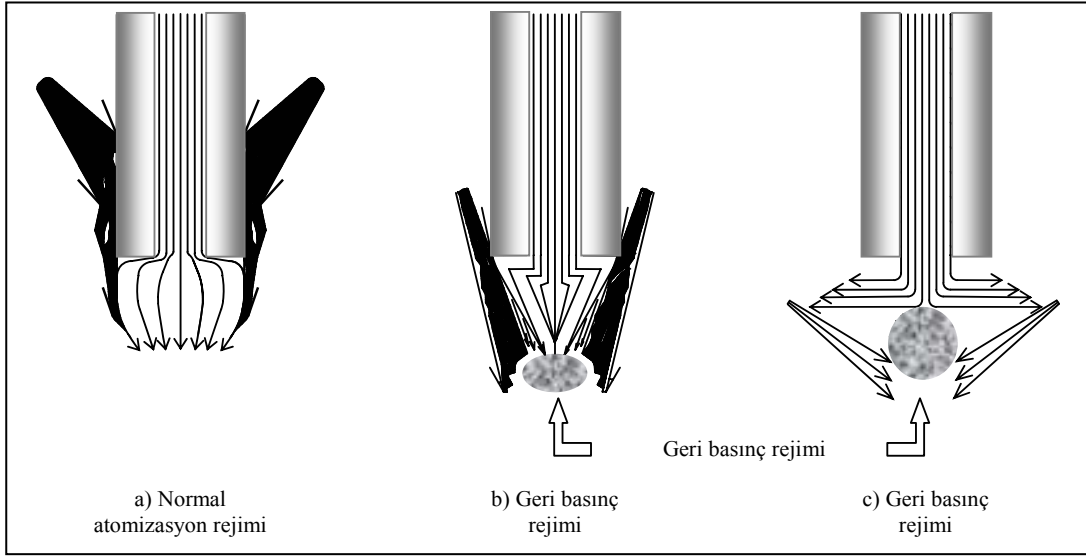
1. $P_E \leq P_b$ olması durumunda gaz jeti genişler ve nozuldan akar. Gaz partikülleri radyal olarak ivmelenir.

2. Atomizasyon gaz basıncı $P = 0.19 \text{ MPa}$ 'dan yüksek olduğunda nozul çıkışındaki gaz jeti basıncı, geri basınç (1 atm) değerine ulaşır.
3. Metal akış borusunun nozul ile aynı düzlemde olması durumunda, nozulun çıkışında gaz genişmesi meydana gelmektedir. Gaz basıncı ne kadar büyükse, jet genişmesi de o kadar yoğundur. Bu durum, metal akış borusu ucunda Şekil 3.18'de görüldüğü gibi basınç birikmesine sebep olur. Eğer boru belli bir uzunlukta çıkıntı yaparsa, gaz jeti borusunun üstüne çarptıktan sonra sapacaktır ve metal akış borusu üstündeki bölgede jet genişmesinin etkisi azalacaktır.



Şekil 3.18. Nozul çıkışında basınç birikmesi oluşumu [47].

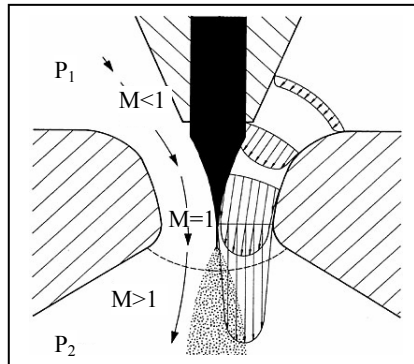
Chen ve arkadaşları [48] tarafından yapılan çalışmada, atomizasyon gaz jetlerinin metal akış borusu çeperlerine temas edip, akış borusu boyunca akmasıyla akış borusu ucunda, serbest düşmeli atomizasyon modelindeki hızından daha yüksek atomizasyon hızlarını oluşturan sıvı metal akışının meydana geldiğini tespit etmişlerdir (Şekil 3.19a). Şekil 3.19b,c geri basınç rejimlerini göstermektedir. Geri basınç bölgesinde, atomizasyon gaz jetleri sıvı metal akış borusu ucu etrafında akar.



Şekil 3.19. Metal akış borusu ile gaz jetleri arasındaki atomizasyon rejimleri [48].

3.3.7. Nanoval nozul sistemi

Nanoval sistemde gaz akışı, klasik bir Laval nozulundaki gaz akışına benzemektedir. Gazın hızı, Laval nozulunun en dar kesitinde sonik hıza ($M=1$) ulaşır, daha sonra P_1/P_2 basınç oranına bağlı olarak süpersonik hıza ($M>1$) ulaşabilir. Aşırı derecede yüksek ivmelenme ve kısa giriş uzunluğundan dolayı gaz akışı laminerdir (Şekil 3.20). Nanoval etkisinin bir sonucu olarak, sıvı metal demeti incelidikçe inceler ve nozulun en dar kesitinden geçerken kendiliğinden parçalanarak yüzey gerilme kuvvetlerinin etkisiyle hızla katılan küresel şekilli toz parçacıklarına dönüşür [49].



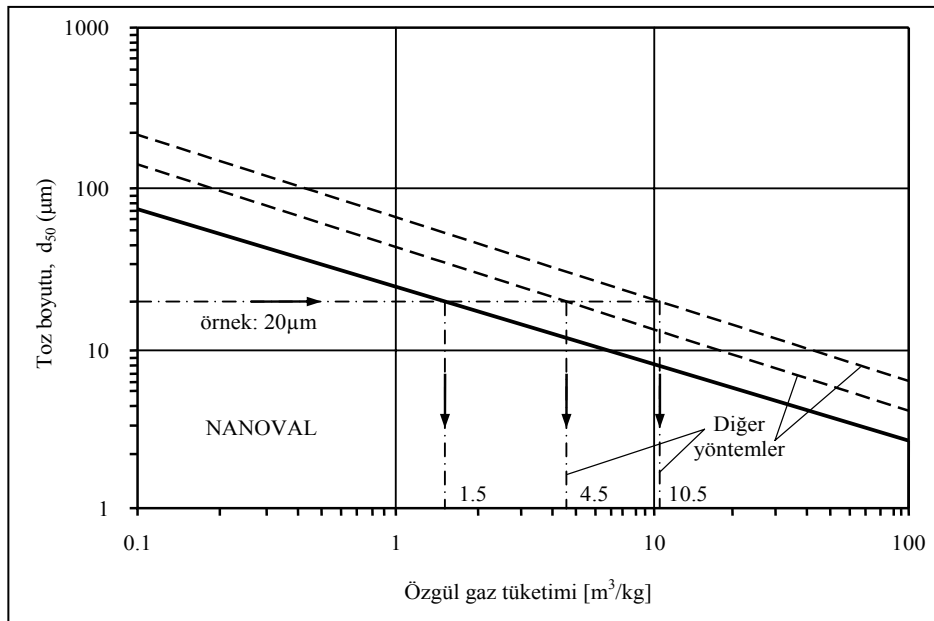
Şekil 3.20. Nanoval nozul sistemi [49].

Laminer akış, sıvı metal demetinin dar bir aralıkta partikül boyutu dağılımının çok ince olduğu küresel şekilli tozlara parçalanmasına sebep olur. Türbülanslı işleme karşılaştırılırsa daha az uydulaşma gözlenir [49]. Çizelge 3.1’de nanoval nozul sistemi ile üretilmiş metal tozlarının özellikleri verilmiştir.

Çizelge 3.1. Nanoval nozul sistemi ile üretilmiş metal tozlarının özellikleri [49].

Toz boyutu	İnce d ₅₀ normal olarak 100 µm dan 10 µm kadar, Hatta bazen 4 µm
Boyut dağılımı	Dar d ₈₄ /d ₅₀ genellikle 1.3 ve 2.0 arasında
Partikül şekli	Küresel

Nanoval yöntemle, gaz atomizasyonun da özgül gaz tüketimine bağlı olarak çok ince metal tozları ekonomik olarak üretilebilmektedir. Özgül gaz tüketimi, nanoval sistemde yakından eşlemeli sistemin yaklaşık 1/3’ü ve serbest düşmeli sistemin 1/7’si kadar olmaktadır. Şekil 3.21’de ortalama toz boyutu 20 µm için, nozul sistemlerine göre özgül gaz tüketiminin değişimi gösterilmiştir [49].



Şekil 3.21. Nanoval sistemde özgül gaz tüketiminin ortalama toz boyutuna etkisi [49].

4.DENEYSEL YÖNTEM

Gaz atomizasyon yöntemi ile metal tozu üretiminde, daha az gaz tüketimiyle çok ince metal tozlarının üretimini gerçekleştirecek süpersonik bir nozul tasarımı ve imalatı yapılarak metal tozu üretimi gerçekleştirilmiştir. Nozul tasarımı, deneysel çalışmalar sonucunda belirlenmiştir. Toz üretimi, Dumlupınar Gaz Atomizasyon Ünitesi'nde yapılmıştır.

Deneysel çalışmaların yapılabilmesi için önce bir nozul imal edilmiştir. Bu nozul üzerinde nozul gaz çıkış alanı, nozul gaz çıkış açısı ve nozul geometrisinin gaz akışına etkisi incelenerek tasarımdaki eksiklikler ve geliştirilmesi gereken hususlar tespit edilmiştir. Gaz jetlerinin akışına göre nozul tasarımında göz önüne alınması gereken hususlar bu şekilde belirlendikten sonra aynı tip yeni bir nozul tasarımı ve imalatı yapılmıştır. Yeni nozulda gaz akışı incelendikten sonra metal akış borusu üzerinde küçük değişiklikler yapılmıştır. Bu değişiklikler yapıldıktan sonra gaz akışı tekrar incelenerek farklı basınçlarda gaz debisi değerleri ve metal akış borusu ucunda oluşan basınç değerleri ölçülmüştür. İlk atomizasyon çalışması bu çalışmaların sonrasında gerçekleştirilmiş ve metal akış borusu ucunda donma meydana gelmiştir. Bunu önlemek için nozul geometrisinde atomizasyonu kolaylaştıracak bir değişikliğe gidilmiştir. Tasarımda yapılan bu ikinci değişiklik sonucunda “Laval tipi yeni nozul sistemi (LYN)” adını verdiğimiz yeni nozul tasarımı tamamlanmış ve toz üretimine bu nozul üzerinde devam edilmiştir.

4.1. Gaz Atomizasyon Ünitesi

Atomizasyon çalışmaları, Dumlupınar Gaz Atomizasyon Ünitesi'nde gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.1'de görülen Dumlupınar Gaz Atomizasyon Ünitesi beş ana bölümden oluşmaktadır. Bunlar;

1. Gaz sistemi,
2. Isıtma ve ergitme,
3. Atomizasyon kulesi,
4. Nozul
5. Toz tutma bölümü

olarak ifade edilebilir.



Şekil 4.1. Dumlupınar Gaz Atomizasyon Ünitesi.

4.1.1. Gaz sistemi

Atomizasyon için paralel bağlanmış 12 adet yüksek basınçlı tüp gaz kaynağı olarak kullanılmıştır. Tüplerin içindeki gaz basıncı ve basınç ayar vanası (Şekil 4.2) ile kontrol edilen atomizasyon gaz basıncı bir basınç algılayıcısı vasıtasıyla ölçülmüştür. Atomizasyon gazı olarak azot kullanılmıştır.



Şekil 4.2. Basınç ayar vanası.

4.1.2. Isıtma ve ergitme

Ergitme, atomizasyon kulesi üzerindeki fırın içerisine yerleştirilmiş olan çelik potada gerçekleştirilmiştir. Ergitilmiş metalin sıcaklığı, pota içerisine daldırılan termokapıl vasıtasıyla ölçülmektedir. Metal akışını kontrol edebilmek için potanın içerisine açma – kapama çubuğu yerleştirilmiştir. Açma – kapama çubuğu, pnömatik sistemle çalışan bir mekanizma ile kontrol edilmektedir (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Ergitme fırını ve pnömatik sistem.

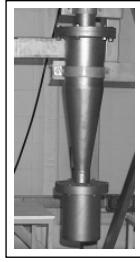
4.1.3. Atomizasyon kulesi

Atomizasyon kulesi, sıvı metalin gaz ile buluşup atomize edildiği ve sonra da katılarak toz haline geldiği kapalı ortama denmektedir. Atomizasyon kuleleri genellikle paslanmaz çelikten yapılarak iç yüzeyleri parlatılmaktadır [50]. Atomizasyon kulesinin boyutlarını katılama süresi belirler [1]. Dumlupınar Gaz Atomizasyon Ünitesi'ne ait atomizasyon kulesi:

1. Paslanmaz çelikten yapılarak iç yüzeyleri sistem temizliği açısından parlatılmıştır.
2. Kule çapı ve yüksekliği damlacıkların katılamlarına imkan verecek ölçülerde imal edilmiştir.
3. Kulenin üst tarafında basınç odası bulunmaktadır. Kule tabanı altı kapalı koni şeklinde imal edilmiştir, iri tozlar burada toplanmaktadır.
4. Atomizasyonda kullanılan gazın kule dışına tahliyesi ve ince tozların tutulması için siklon kullanılmıştır.
5. Gaz atomizasyon çalışmalarını izlemek için kulenin çevresinde gözetleme pencereleri bulunmaktadır.

4.1.4. Siklon

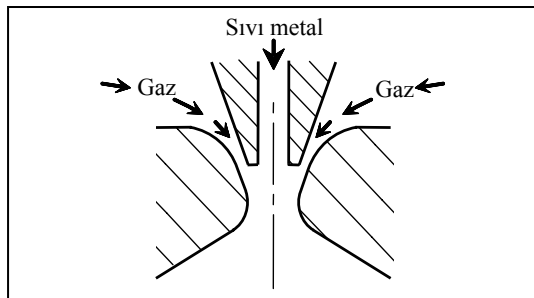
Atomizasyon işleminden sonra taşıyıcı gazdan metal tozlarını ayırmak için siklon kullanılır (Şekil 4.4). Standart siklon tasarımlarında toz tutma veriminin veya gaz geçiş debisinin yüksek olması istenir. Siklon tasarımı, atomizasyon gazı içinden $5 \mu\text{m}$ 'dan daha küçük çapa sahip tozları yüksek bir verimle ayırmak üzere optimize edilebilir [50].



Şekil 4.4. Siklon.

4.1.5. Nozul tasarımı

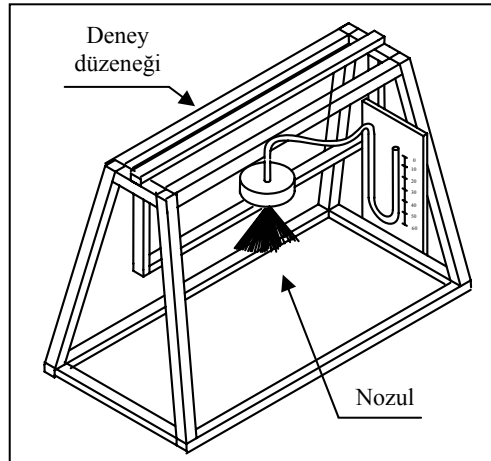
Nozul boğaz alanı, gaz çıkış alanı ve açısı ve nozul geometrisi gibi temel parametreleri birbirinden farklı daralan – genişleyen geometriye sahip iki farklı nozul tasarımı ve imalatı yapılmıştır. Daha öncede belirttiğimiz gibi ilk nozul deneysel çalışmaların yapılabilmesi için imal edilmiştir. İlk nozul tasarlanırken metal akış borusunun konumuna göre gaz çıkış alanının ayarlanabilirliği, yeni nozul tasarımında ise; bunun yanı sıra nozul elemanlarının eş merkezli olması ve nozul geometrisinin değiştirilebilirliği göz önünde bulundurulmuştur. Atomizasyon çalışmalarının devamında yeni nozul tasarımına ait nozul geometrisinde değişik yapılmış ve ikinci bir geometri elde edilmiştir. Şekil 4.5’de tasarımlara ait metal akış borusu ve nozul geometrisi şekilleri verilmiştir.



Şekil 4.5. Tasarımlara ait metal akış borusu ve nozul geometrisi.

4.2. Nozul Değişkenlerinin Gaz Akışına Etkisinin İncelenmesi

Nozul boğaz alanı sabit tutularak, nozul gaz çıkış alanı, nozul gaz çıkış açısı ve nozul geometrisinin gaz akışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, Şekil 4.6'daki deney düzeneğinde su atomize ederek gaz jetlerinin akışı gözlenmiştir. Çizelge 4.1'de gaz akışının incelenmesinde kullanılan değişkenler verilmiştir.

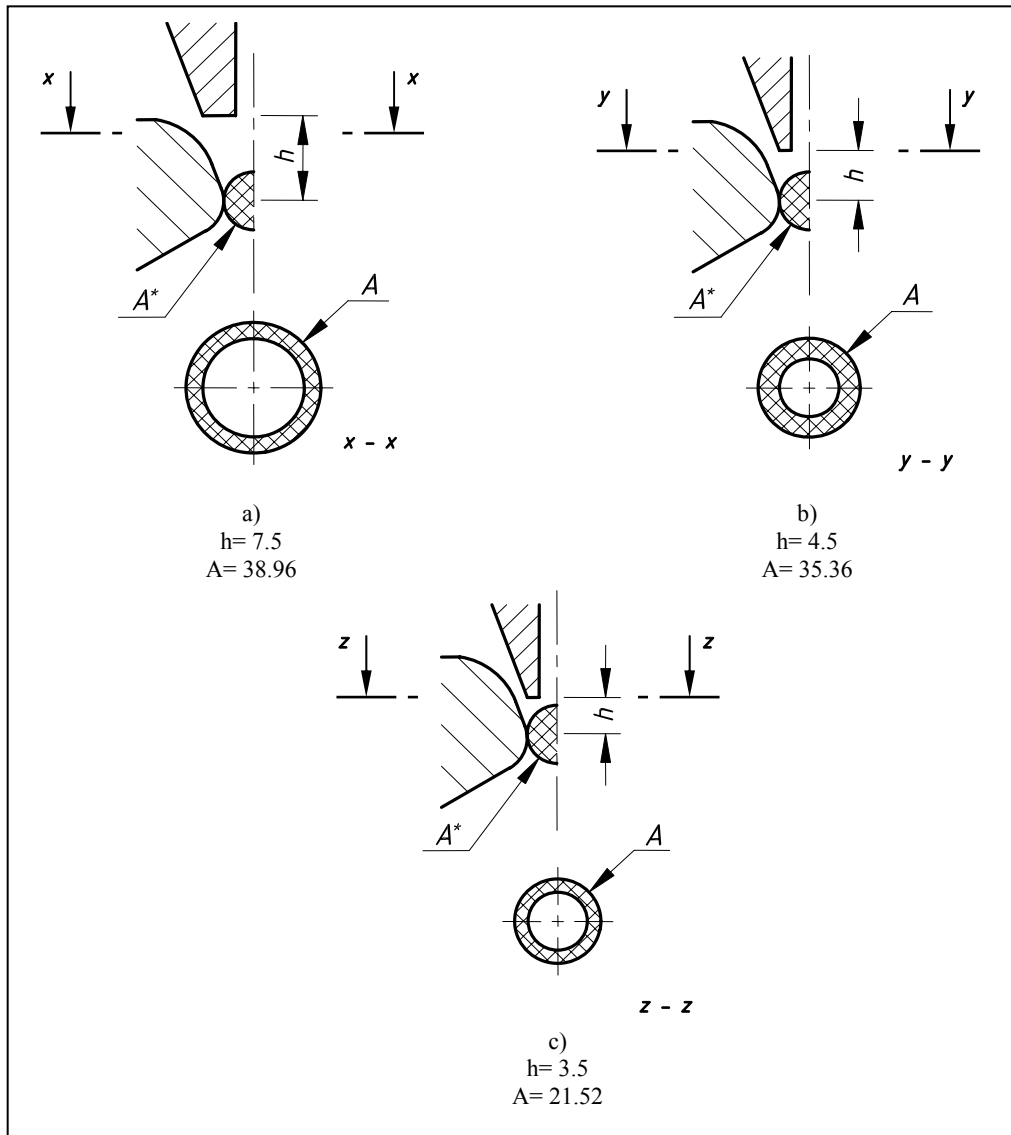


Şekil 4.6. Su atomizasyon düzeneği.

Çizelge 4.1. Gaz akışının incelenmesinde kullanılan değişkenler.

	Gaz basıncı (MPa)	Gaz çıkış açısı $\alpha(^{\circ})$	MAB'ın konumu h (mm)	Gaz çıkış alanı A (mm ²)	Boğaz alanı A* (mm ²)	A/A*
İlk nozul	1	41°	7.5	38.96	19.62	1.98
	1	41°	4.5	35.36	19.62	1.80
	0.7	41°	3.5	21.52	19.62	1.09
Yeni nozul (LYN I)	0.8	44°	2.56	13.40	19.62	0.68
	0.8	44°	1.96	10.42	19.62	0.54

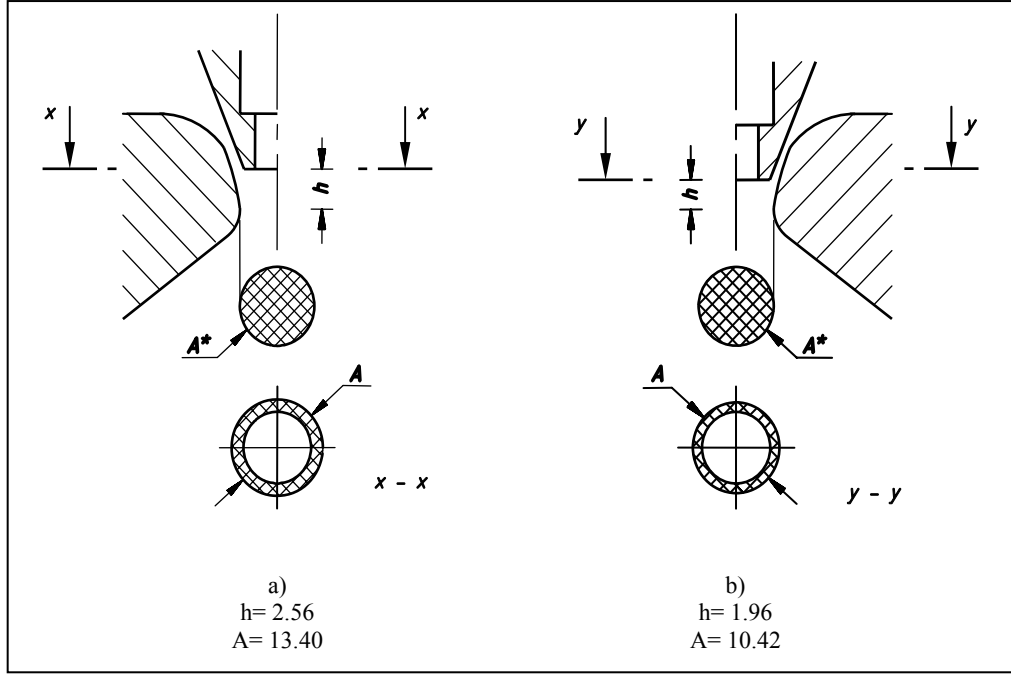
İlk nozul, akış borusu uç çapı 8 mm ve akış borusunun uç noktasının boğazdan yüksekliği 7.5 mm olacak şekilde tasarlanmıştır (Şekil 4.7a). Bu koşullarda ilk çalışma yapıldıktan sonra akış borusunun uç çapı 5 mm'ye ve boğazdan yüksekliği de 4.5 mm'ye getirilerek ikinci çalışma gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.7b). İkinci çalışma sonrasında akış borusu boğaza 1 mm daha yaklaştırılarak üçüncü bir çalışma yapılmıştır (Şekil 4.7c).



Şekil 4.7. İlk nozul için akış borusunun konumlarına göre gaz çıkış alanları.

Yeni nozul (LYN I), akış borusu uç çapı 4.5 mm ve akış borusunun uç noktasının boğazdan yüksekliği 2.56 mm ve nozul geometrisi Şekil 4.5b'deki gibi tasarlanmıştır (Şekil 4.8a). Bu koşullarda ilk çalışma gerçekleştirildikten sonra akış borusu önceki konumuna göre

boğaza 0.5 mm daha yaklaştırılmıştır. Daha sonra, yeni bir çalışma yapılarak mevcut koşulların gaz akışına etkisi araştırılmıştır (Şekil 4.8b).



Şekil 4.8. Yeni nozul (LYN I) için akış borusunun konumlarına göre gaz çıkış alanları.

4.3. Atomizasyon Gaz Debisinin Ölçülmesi

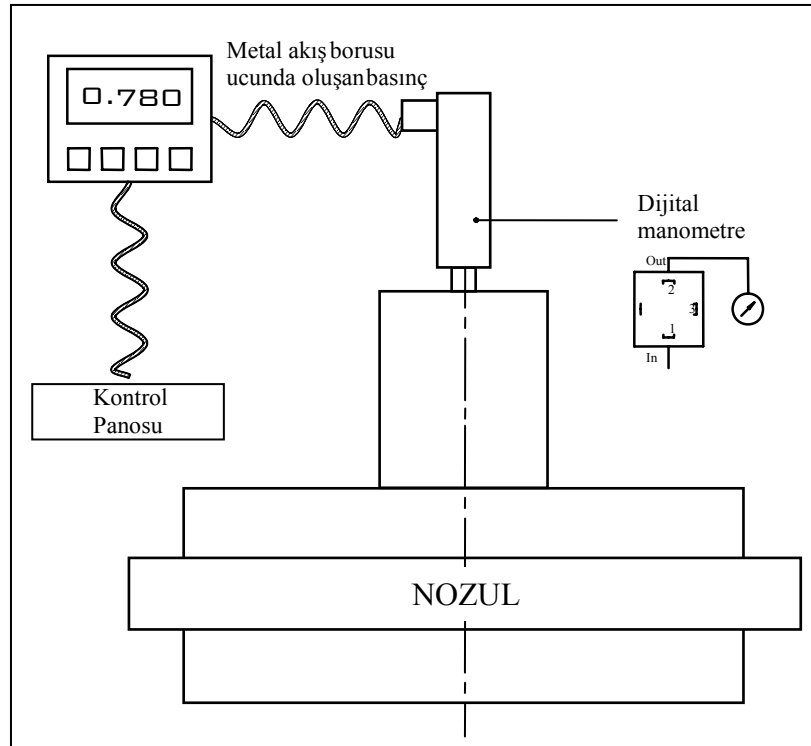
Atomizasyon gaz debisi ölçümlerinde, ünite üzerindeki SIEMENS SITRANS F C MASSFLO MASS 2100 tipi kütleli debi ölçer kullanılmıştır. Debi ölçer Şekil 4.9'da görülmektedir. Gaz debisi, LYN I ve II için ölçülmüştür. Daha sonra, farklı basınçlarda ölçülen kütleli gaz debisinin (kg/dak) gaz basıncıyla değişimini gösteren kalibrasyon eğrileri çıkarılmıştır.



Şekil 4.9. SIEMENS SITRANS F C MASSFLO MASS 2100 kütleli debi ölçer.

4.4. Metal Akış Borusu Ucundaki Basınç Değişimlerinin İncelenmesi

Metal akış borusunun ucunda oluşan basınç değerleri borunun üst kısmına bağlanmış olan dijital manometre (transmitter) ile ölçülmüştür (Şekil 4.10). Sıvı metal ergiyiği göndermeden, sadece gaz göndererek gerçekleştirdiğimiz bu ölçümler farklı atomizasyon gaz basınçlarında LYN I ve II için yapılmıştır.



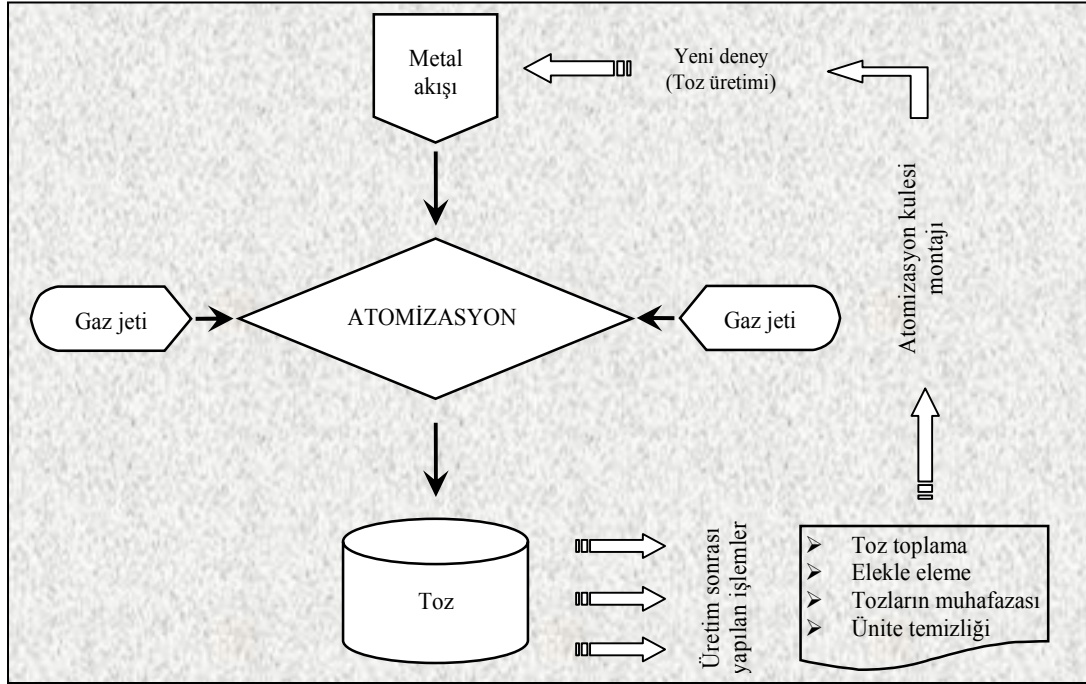
Şekil 4.10. Metal akış borusu ucunda oluşan basıncın ölçülmesi (LYN I).

4.5. Atomizasyon Çalışmaları

Dumlupınar Atomizasyon Ünitesi'nde yaptığımız atomizasyon çalışmaları kapsamında Laval tipi yeni nozul sistemi kullanılarak azot gazı ile kalay tozu üretilmiştir. Kalay, atomizasyon kulesi üzerine yerleştirilmiş olan fırın içindeki potada LYN I için 400°C'ye (Kalayın ergime sıcaklığı 232°C) kadar aşırı ısıtılmış ve atomize edilmiştir. LYN II için ise, 430°C'ye kadar aşırı ısıtılmış ve farklı basınçlarda atomize edilmiştir. Gaz atomizasyon yöntemiyle metal tozu üretebilmek için gerçekleştirdiğimiz işlemler aşağıda maddeler halinde verilmiştir (Şekil 4.11).

1. Açma – kapama çubuğu sızdırmazlık sağlayacak şekilde ayarlanarak fırının içindeki potanın merkezine monte edilmiştir.
2. Ergitme fırının içindeki potaya malzeme konularak fırın çalıştırılmıştır.
3. Malzemenin ergitilmeye başlanmasıyla metal akış borusu da ısıtılmaya başlanmıştır.
4. Atomizasyon gaz basıncı, basınç ayar vanası ile istenilen basınç değerine ayarlanmıştır.
5. Açma – kapama çubuğu yukarı doğru kaldırılarak ergimiş metalin akması sağlandıktan hemen sonra küresel vana açılarak nozula gaz gönderilmiş ve gaz jeti ile sıvı metal demetinin parçalanması sağlanmıştır. Böylece atomizasyon başlamıştır.
6. Metal akışı sona erince, gaz akışı durdurularak atomizasyon işlemi tamamlanmıştır.
7. Atomizasyon kulesi bağlantı noktalarından sökülerek, toz toplama kaplarında ve siklonda biriken tozlar alınmıştır.
8. Tozlar 180 µm'lik (80 meş) eleklerle elenerek, elek altı tozlar plastik kutular içinde, eleğin üzerinde kalan parçacıklar ise kilitli poşetler içinde saklanarak muhafaza edilmiştir.
9. Toz toplama kaplarına ve kule iç yüzeyine yapışmış olması muhtemel tozlar önce bezle silinmiş daha sonra vakumla çekilerek bir sonraki deney için ünite temizlenmiştir.
10. Ünite monte edilerek yeni bir deney için yukarıda yapmış olduğumuz işlemler tekrar edilmiştir.

Atomizasyon çalışmaları sırasında metal ergime sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklara kadar aşırı ısıtılmıştır. Ancak, bunun yanı sıra metal akış borusunun da ısıtılması büyük önem taşımaktadır. Metal akış borusunun iyi ısıtılmaması halinde metalin akış borusu ucunda sıcaklığı düşecek ve bu durum sıvı metal debisinin düşmesine sebebiyet verecektir. Bazen de yüksek basınçlarda oluşan geri basıncın etkisiyle metalin akış borusu ucunda donması daha da kolaylaşacaktır. Bu amaçla; gerçekleştirdiğimiz atomizasyon çalışmaları sırasında metal akış borusu içine yerleştirilmiş olan seramik borunun etrafına direnç teli sarılmış ve üzeri tuğla çamuru ile sıvanmıştır. Daha sonra direnç telinin uçları kontrol panosu üzerinde bulunan metal akış borusu güç kaynağına bağlanmış ve metal akış borusu sıcaklığı buradan kontrol edilmiştir. Sıvı metalin sıcaklığı 300°C'ye ulaştığında seramik boru üzerine sarılmış direnç telinden geçen akım şiddeti 2.5 amperden 5 – 6 amper'e kadar artırılmış ve metal bu koşullarda atomize edilmiştir. LYN I ve II için atomizasyon değişkenlerine ait bilgiler Çizelge 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4.11. Gaz atomizasyon akış şeması.

Çizelge 4.2. LYN I ve II atomizasyon değişkenleri.

Nozul	Gaz cinsi	Gaz basıncı (MPa)	Metal sıcaklığı (°C)	Akış borusu çapı (mm)	Ergitme basıncı (mbar)
LYN I	Azot	1.4	400	3	---
		0.54			---
		0.9			---
LYN II	Azot	1.23	430	3	---
		1.31			150
		1.47			---

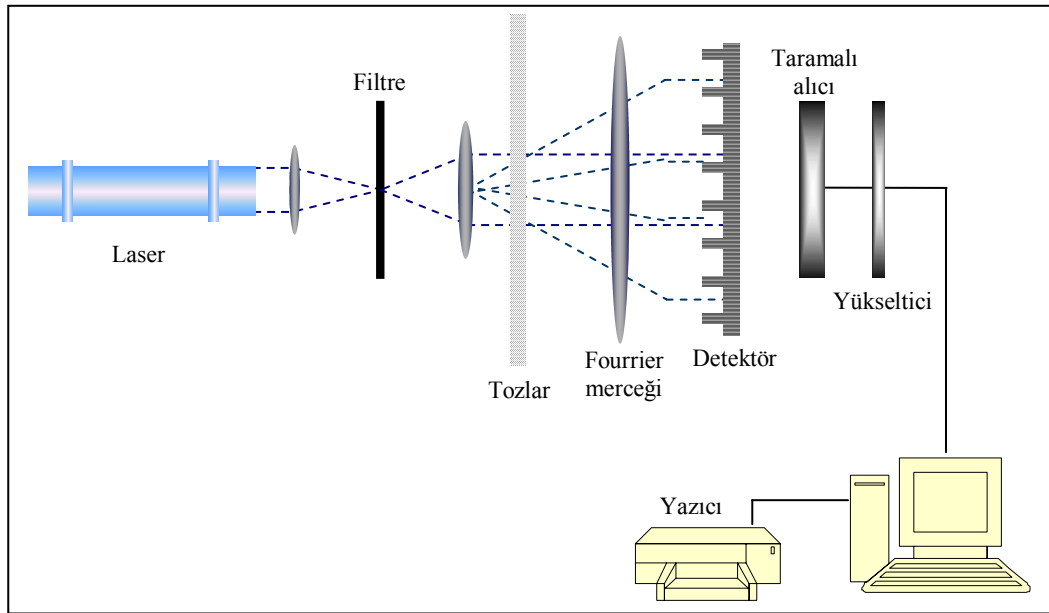
4.6. Sıvı Metal Debisinin Ölçülmesi

Sıvı metal debisi LYN II için hesaplanmıştır. Bu amaçla; üçüncü deney için 400 gr, dördüncü deney için 500 gr ve beşinci deney için 450 gr kalay potaya konularak ergitilmiştir. Daha sonra her bir deney için sıvı metalin atomizasyon şartlarında akış süresi kamera kaydıyla tespit edilmiştir. Bu işlemler sonrasında potaya konulan malzeme miktarı ile akış süresi

arasında orantı kurulmuş ve ortalama debi hesaplanmıştır. Metal potada ergitildikten sonra metal akış borusundan geçerek atomizasyon bölgesine ulaşmaktadır. Bu durumda, sıvı metal miktarı ve yüksekliğine bağlı olarak akış hızı zamanla azalır. Bu sebeple, hesapladığımız debiye “ortalama debi” diyoruz. Ortalama debi kg/dak olarak hesaplanmıştır.

4.7. Toz Boyutu Analizi

Tozların boyut analizi, lazer (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation - uyarılmış ışın yayılmasıyla ışık kuvvetlendirilmesi) ışınının kırınımı prensibine göre çalışan Malvern Mastersizer E partikül boyutu ölçme cihazında yapılmıştır. Ölçümler esnasında taşıyıcı ortam olarak su kullanılmıştır. İnce tozların topaklanmasını önlemek ve homojen bir dağılım sağlamak amacıyla 3 dakika süreyle mekanik ve ultrasonik olarak tozlar karıştırılmıştır. Lazer ışını prensibinde, tozlar bir sıvı haznesi içinde süspansiyon haline getirilir. Sıvı haznesi ışın yoluna yerleştirilir. Bu hazneden ve fourrier merceği üzerinden geçip detektör üzerine düşen kırılmış ışının açısı ve şiddeti ölçülerek toz boyutu ve dağılımı belirlenir (Şekil 4.12).

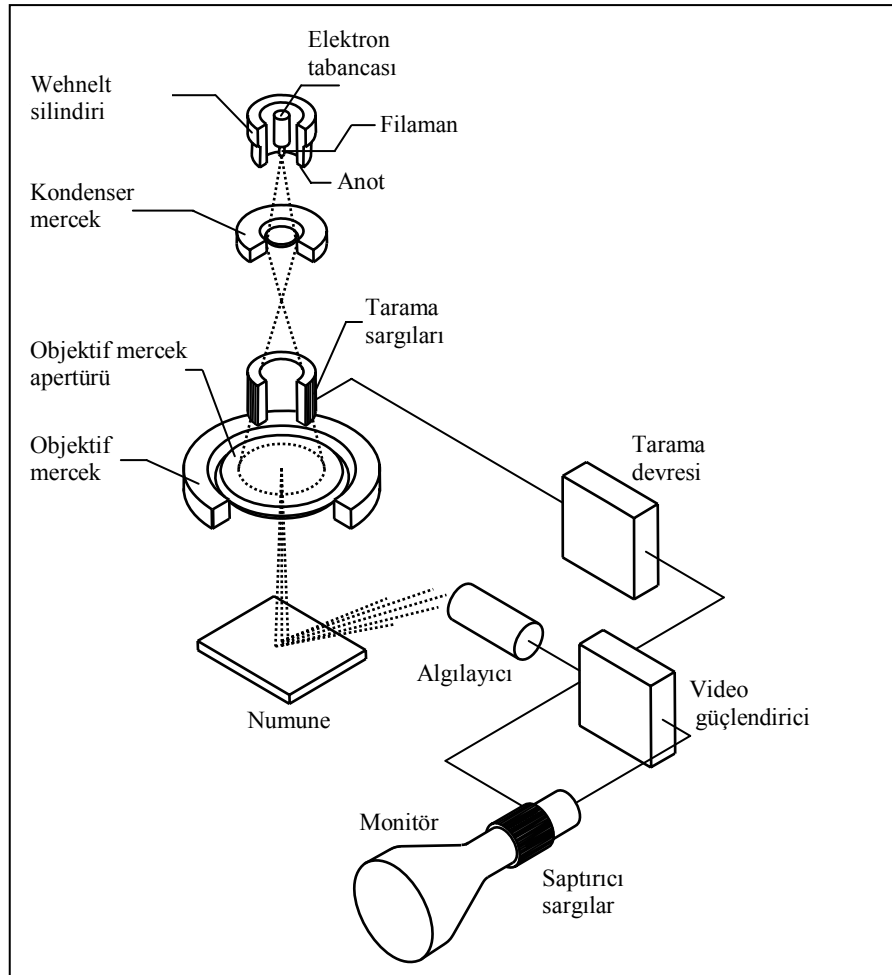


Şekil 4.12. Lazer ışını prensibinin şematik resmi.

4.8. Tozların Şekil, Yüzey Morfolojisi ve Mikroyapılarının Tespiti

Tozların şekilleri, morfolojileri ve mikroyapıları ile ilgili çalışmalar ışık mikroskobu ve taramalı elektron mikroskobu (SEM – Scanning Electron Microscope) kullanılarak yapılmıştır. Bu çalışmalarda, 0.54 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basıncında LYN II ile üretilmiş

tozların şekilleri, morfolojileri ve mikroyapıları incelenmiştir. Işık mikroskobu ile tozları inceleyebilmek için tozlar bakalit içine gömülüp sırasıyla 320, 600 ve 1200 meş'lik zımparalarla zımparalandıktan sonra 1 μm 'lik elmas pasta ile parlatılmıştır. Mikroyapıyı ortaya çıkarabilmek amacıyla % 5 hidroklorik asit ve % 95 etil alkolden oluşan bir çözelti içerisinde 3 ila 4 dakika süreyle dağlanmıştır. Daha sonra, ışık mikroskobu ile inceleme yapılarak fotoğrafları çekilmiştir. SEM'de yapılacak çalışmalar için tozlar, numune yapıştırma parçası üzerine dökülmüş ve altın ile kaplanmıştır. SEM ile inceleme yapılarak tozların fotoğrafları çekilmiştir. Taramalı elektron mikroskobunda görüntü [51], yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması ve bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında oluşan etkilerin bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir (Şekil 4.13).



Şekil 4.13. SEM'in şematik yapısı [51].

4.9. Tozların İçerdiği Oksit Miktarının Araştırılması

Bir kimyacıya çok defa bir madde getirilir ve incelenmesi istenir. Kimyacı belirli bazı deneyler yaparak içinde hangi elementlerin bulunduğunu araştırır. Bu işleme nitel analiz veya kalitatif analiz denir. Ayrıca bu elementlerin hangi ağırlık oranlarında bulduklarını bilmek gerekebilir. Böyle bir incelemeye de nicel veya kantitatif analiz denir. Üretimini gerçekleştirdiğimiz azot atomize kalay tozlarının içerdiği oksit miktarının araştırılması ve kristal yapı tanımlaması Rigaku MiniFlex marka X – ışını kırınımı (XRD - X-Ray Diffraction) cihazı ile yapılmıştır. Cihaz bakır hedefli X – ışını tüpüne sahiptir. Maksimum 30 kV ve 15 mA da çalıştırılmakta ve 3° ile 150° aralığında veri toplayabilmektedir. Toz ve düzgün yüzeyli katı örneklerin kalitatif ve kantitatif analizleri ve kristal yapı tanımlaması yapılmaktadır. Kalitatif analizde, ICDD kartlarında bulunan bileşiklerle karşılaştırma yapılarak fazlar belirlenmektedir. Kantitatif analizde ise ICDD kartlarında bulunan RIR (Reference Intensity Ratio) değerlerine göre ağırlık hesabı yapılır. ICDD kartlarında RIR değeri bulunmayan bileşenler için ise standartlar gerekmektedir. Kristal yapı belirlemede kristalin örgü parametreleri bulunur. XRD kırınım desenlerinin çıkarıldığı bu çalışmalar, 0.54 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basıncında LYN II ile üretilmiş tozlar için yapılmıştır.

5.DENEYSEL NETİCELER VE DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu bölümde nozul değişkenlerinin gaz akışına etkisi, atomizasyon gaz debisi, metal akış borusu ucundaki basınç değişimleri, sıvı metal debisi, atomizasyon değişkenleri; gaz basıncı, gaz debisi ve gaz/metal kütle oranının toz boyutu ve dağılımına, tozların şekline, morfolojisine ve mikroyapısına olan etkileri, tozlardaki oksit miktarı ayrı ayrı ele alınmıştır.

5.1.Nozul Değişkenlerinin Gaz Akışına Etkisi

Bir nozul tasarımında gaz çıkış açısı, gaz çıkış alanı ve boğaz alanı temel parametrelerdir. Nozul geometrisi, atomizasyon gaz akışını kontrol ettiği için gaz debisi ve hızı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Nozul geometrisinin yanı sıra metal akış borusu geometrisi de gaz akışına etkisi sebebiyle nozul tasarımında göz önüne alınması gereken önemli hususlardan biridir. Nozul gaz çıkış alanının, nozul gaz çıkış açısının ve nozul geometrisinin gaz akışına etkisini görmek için her iki nozul üzerinde de yapılan deneysel çalışmalar sonucunda gaz çıkış alanın küçülmesiyle metal akış borusu ucunda geri basınç (pozitif basınç) meydana gelmediği gözlenmiştir. Başka bir ifadeyle, gaz debisinin azalması ile metal akış borusu ucunda geri basınç oluşması önlenmiştir. İlk nozul ve yeni nozul tasarımları üzerinde yaptığımız çalışmalar sonucunda metal akış borusu ucunda oluşan basınçlar Çizelge 5.1’de verilmiştir. Buradaki sonuçlar gözlemler sırasında elde edilmiş verilerdir.

Çizelge 5.1. Gaz çıkış alanlarındaki değişikliklere göre metal akış borusu ucunda oluşan basınçlar.

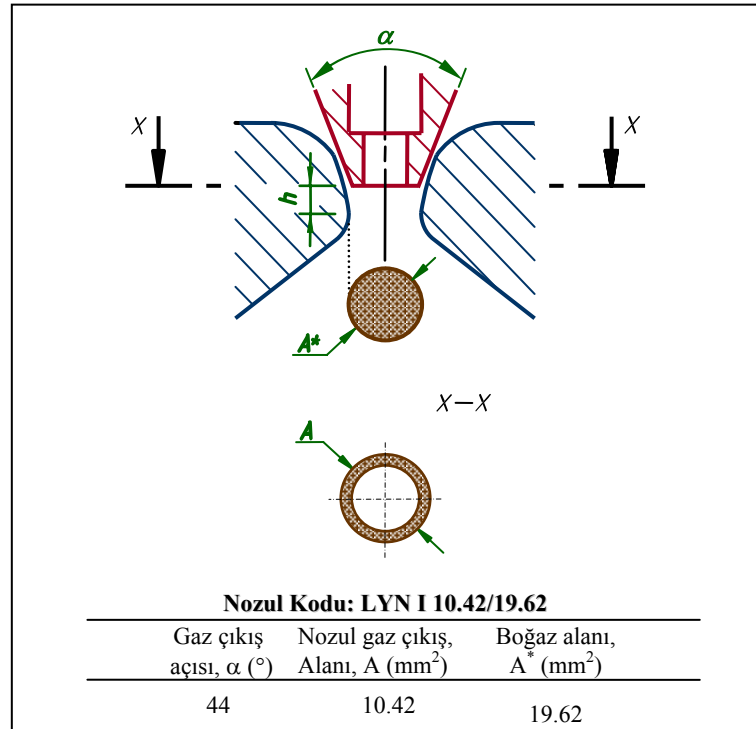
	Gaz basıncı (MPa)	Gaz cinsi	Gaz çıkış alanı A (mm ²)	Metal akış borusu ucunda oluşan basınç
İlk nozul	1	Azot	38.96	Pozitif basınç
	1	Azot	35.36	Negatif basınç
	0.7	Hava	21.52	Negatif basınç
Yeni nozul (LYN I)	0.8	Hava	13.40	Pozitif basınç
	0.8	Hava	10.42	Negatif basınç

İlk nozul üzerindeki su atomize çalışmalarında gaz jetleri suyun çevreye saçılmasına sebep olmuş ve beklenen gaz akışı gerçekleşmemiştir. Bu nozul ile sıvı metal atomize

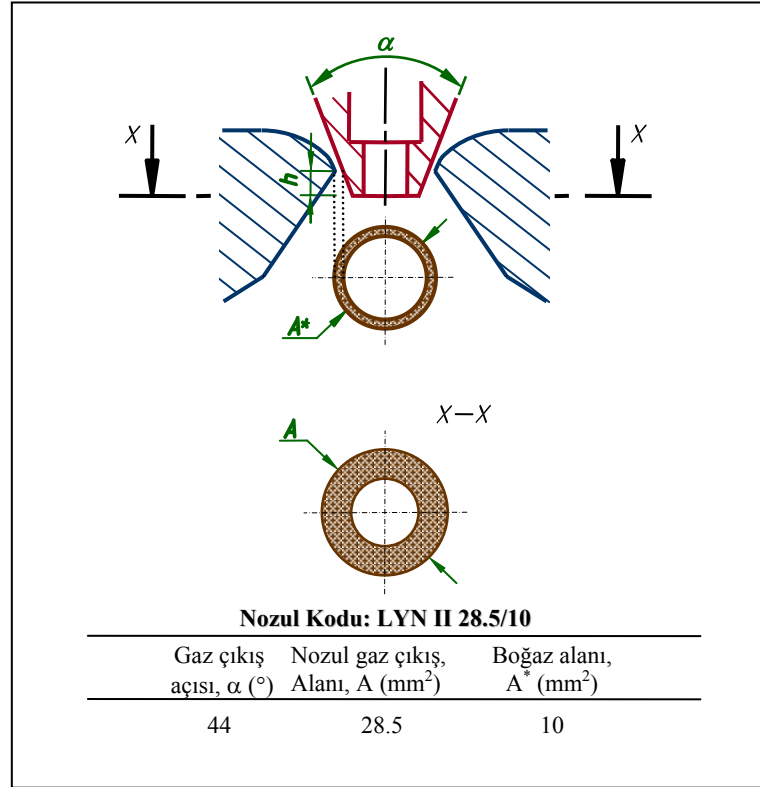
edilemeyeceği, akış borusu ucunda metal donması oluşacağı tespit edilmiştir. Yeni nozul üzerindeki çalışmalar sırasında ise, gaz akışı yoğun bir sıvı huzmesi oluşmasına sebep olmuştur. Nozul gaz çıkış alanı, gaz çıkış açısı ve geometrisine bağlı olarak gaz akışının değişikliğe uğradığı gözlenmiştir.

5.2.Nozul Tasarımı

Yeni nozul tasarımında boğaz alanı ilk nozulda olduğu gibi 19.62 mm^2 olacak şekilde yapılmıştır. Nozul gaz çıkış açısı ilk nozula göre birkaç derece değiştirilmiştir. Bu açı deneyler sonucunda nozul gaz çıkış açısı olarak kabul edilmiştir. Nozul gaz çıkış alanı da, metal akış borusunun konumuna göre deneysel çalışmalar sırasında belirlenmiştir. Atomizasyon çalışmalarına bu koşullarda başlanmıştır. Daha sonra, bu çalışmaların devamında nozul geometrisinde değişiklik yapılmıştır. Bu değişiklik boğaz alanı ve gaz çıkış alanının değişmesine sebep olmuş ve bu boyutlar yeniden belirlenmiştir. Sonuç olarak, Laval tipi yeni nozul sistemi için büyüklükler iki aşamada bulunmuştur. İlk aşamada nozul değişkenlerinin gaz akışına etkisi incelenerek Şekil 5.1'deki büyüklükler, ikinci aşamada ise atomizasyon çalışmaları sonucunda Şekil 5.2'deki büyüklükler bulunmuştur.



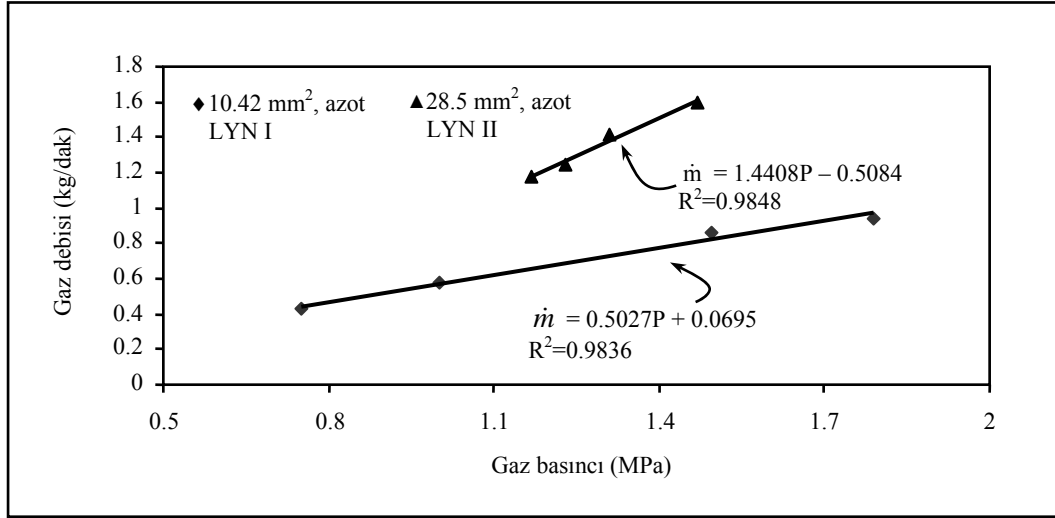
Şekil 5.1. Nozul değişkenlerinin gaz akışına etkisinin incelenmesi sırasında bulunan büyüklükler.



Şekil 5.2. Atomizasyon çalışmaları sırasında bulunan büyüklükler.

5.3. Atomizasyon Gazı Debisi

10.42 mm² gaz çıkış alanına sahip LYN I ve 28.5 mm² gaz çıkış alanına sahip LYN II için atomizasyon gaz debisinin gaz basıncı ile değişimini gösteren kütleli debi kalibrasyon eğrileri Şekil 5.3'de gösterilmiştir. Kütleli debi kalibrasyon eğrileri, gaz basıncında yapılacak olan artışların kütleli gaz debisini artırdığını ve gaz basıncıyla kütleli gaz debisi arasında doğrusal bir ilişki olduğunu ortaya koymuştur. Doğru denklemleri grafik içinde verilmiştir. Denklemlerle birlikte verilen R² (korelasyon katsayısı) doğrunun gerçek debi değerine ne kadar iyi bir uyum sağladığını göstermektedir.



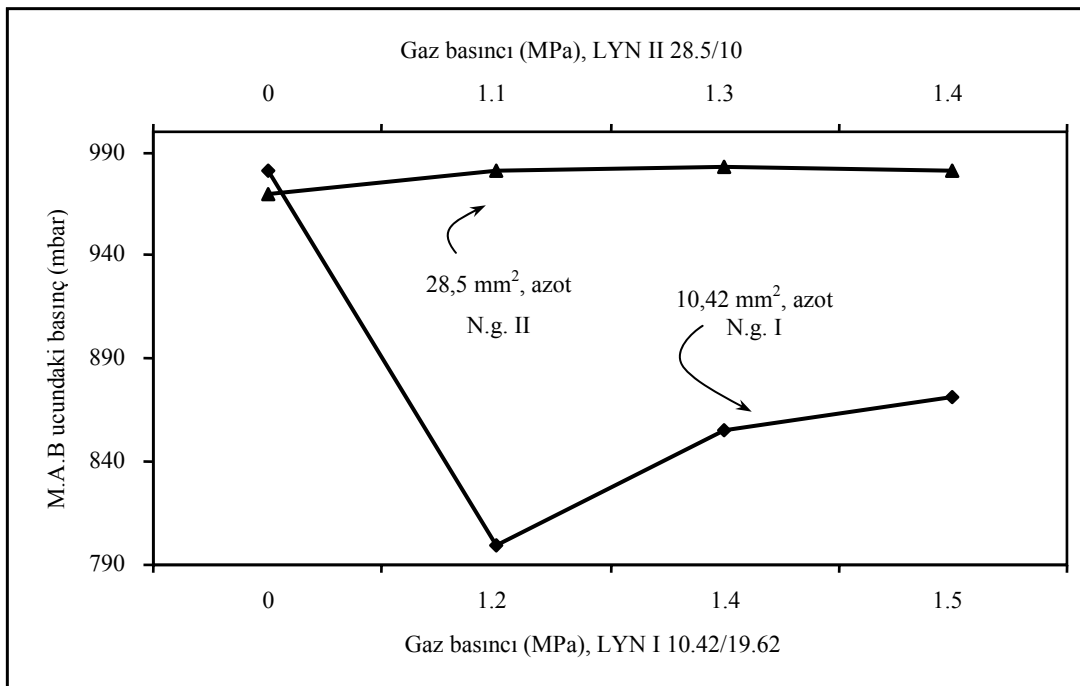
Şekil 5.3. LYN I ve II için kütleli debi kalibrasyon eğrileri.

Gaz çıkış alanı 10.42 mm² olan LYN I için 0.75 MPa, 1 MPa, 1.5 MPa ve 1.8 MPa atomizasyon gaz basınçlarında azota ait kütleli gaz debisi değerleri 0.43 kg/dak, 0.58 kg/dak, 0.86 kg/dak ve 0.94 kg/dak olarak ölçülmüştür. Toz üretimi 1.4 MPa atomizasyon gaz basıncında gerçekleştirilmiş ve bu basınçtaki kütleli gaz debisi 0.61 kg/dak olarak okunmuştur. Gaz çıkış alanı 28.5 mm² olan LYN II'de 0.54 MPa, 0.9 MPa, 1.23 MPa, 1.31 MPa, 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarında toz üretimi yapılmıştır. 1.23 MPa, 1.31 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarındaki kütleli gaz debisi değerleri sırasıyla 1.24 kg/dak, 1.41 kg/dak ve 1.6 kg/dak olarak okunmuştur. Bu ölçümlerde nozula sadece gaz gönderilmiştir. 1.31 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarında azota ait kütleli gaz debisi değerleri deneysel çalışmalar sırasında tekrar ölçülmüş ve debi ölçerden sırasıyla 1.36 kg/dak ve 1.56 kg/dak olarak okunmuştur. Bu sonuçlar, atomizasyon şartlarında ölçülen debi değerlerinin, metal akış borusu ucunda meydana gelen genişmeden dolayı azaldığını göstermiştir. 0.54 ve 0.9 MPa atomizasyon basınçlarındaki kütleli gaz debisi değerleri debi ölçer üzerinden okunamadığı için kalibrasyon eğrisinin denklemi yardımıyla hesaplanmıştır.

Gaz debisi ölçümlerinde, LYN II 28.5/10'de, LYN I 10.42/19.62'ye göre yaklaşık iki katı gaz tüketimi olduğu tespit edilmiştir. Örneğin, LYN II 28.5/10 için 1.47 MPa gaz basıncında kütleli gaz debisi 1.6 kg/dak olarak ölçülürken, LYN I 10.42/19.62 için gaz debisi 0.86 kg/dak olarak ölçülmüştür.

5.4. Metal Akış Borusu Ucundaki Basınç Değişimleri

Nozul çıkışında yaklaşık 1 atmosfer olan gaz basıncı, gazın debisini ve hızını etkilediğinden ince tozların üretiminde önemli bir etkiye sahiptir. LYN I ve II için manometre nozula bağlandıktan sonra metal akış borusu ucundaki basınç değerleri sırasıyla 981 mbar ve 970 mbar olarak ölçülmüştür. Bu durum metal akış borusu ucundaki basıncın yaklaşık olarak atmosfer basıncına eşit olduğunu göstermektedir. LYN I ve II için metal akış borusu ucunda meydana gelen basıncın atomizasyon gaz basıncıyla değişimi Şekil 5.4’de verilmiştir.



Şekil 5.4. Metal akış borusu ucunda oluşan basıncın gaz basıncıyla değişimi.

Gaz çıkış alanı 10.42 mm² olan LYN I için 1.26 MPa, 1.4 MPa ve 1.55 MPa atomizasyon gaz basınçlarında metal akış borusu ucunda negatif basınç oluştuğu görülmüştür. Bu basınç değerleri sırasıyla 182 mbar, 126 mbar ve 110 mbar olarak tespit edilmiştir. Gaz çıkış alanı 10.42 mm² iken, atomizasyon gaz basıncındaki artışlar metal akış borusu ucunda oluşan negatif basıncın azalmasına sebep olmuştur. Gaz çıkış alanı 28.5 mm² olan LYN II için 1.17 MPa, 1.31 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon basınçlarında metal akış borusu ucunda pozitif basınç oluştuğu görülmüştür. Bu basınç değerleri sırasıyla 111 mbar, 113 bar ve 111 mbar olarak tespit edilmiştir. Metal akış borusu ucunda oluşan pozitif basınçlar sıvı metal debisinin düşmesine sebep olmuştur.

5.5. Sıvı Metal Debisi

Sıvı metal debisi, 3 mm sıvı metal akış borusu çapı (d_{met}) ve 430°C sıvı metal sıcaklığında (T_m) LYN II için hesaplanmıştır. 1.23 MPa, 1.31 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarında hesaplanan sıvı metal debisi (\dot{m}_{metal}) ve $\dot{m}_{azot} / \dot{m}_{metal}$ kütleli debi oranları Çizelge 5.2’de verilmiştir.

Çizelge 5.2. \dot{m}_{metal} sıvı metal debisi ve $\dot{m}_{azot} / \dot{m}_{metal}$ oranları.

Nozul	$d_{met}=3 \text{ mm}, T_m=430^\circ\text{C}$		
	Gaz basıncı (MPa)	\dot{m}_{metal} (kg/dak)	$\dot{m}_{azot} / \dot{m}_{metal}$
LYN II 28.5/10	1.23	0.82	1.50
	1.31	2.30	0.61
	1.47	0.80	2.01

1.23 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarında metal akış borusu ucunda meydana gelen geri basınç oluşumu metal akışının yavaşlamasına yani sıvı metal debisinde düşmeye sebep olurken, 1.31 MPa gaz basıncında uygulanan 150 mbar ergitme basıncı sıvı metalin emilmesine, dolayısıyla sıvı metal debisinin artmasına sebep olmuştur. Geri basınç oluşumuna rağmen atomizasyon sonrası pota içerisinde malzeme kalmadığı görülmüştür. Ancak, sıvı metalin sıcaklığının düşmesi ve metal yüksekliğinin azalması ile akma hızı azalmış ve metalin bitmesine yakın zamanda metal akış borusu ucunda küçük metal yığılmaları oluşmuştur. Sonuç olarak; metal akış borusu ucunda biriken malzeme miktarı potaya konulan malzeme miktarına göre çok az olduğu için ergitilen malzemenin tamamı atomize olmuştur diyebiliriz. LYN I 10.42/19.62 için ise, 1.4 MPa gaz basıncında atomizasyon gerçekleştikten birkaç saniye sonra metal akış borusu ucunda donma meydana gelmiştir. Bu sebeple sıvı metal debisi hesaplanamamıştır.

Bölüm 3’de de belirttiğimiz gibi bir nozul tasarımı için, toz boyutunu kontrol etmede en önemli üretim değişkeni özgül gaz tüketimidir [33]. Özgül gaz tüketimi, gaz/metal kütle oranı veya gazın hacminin metalin kütlesine oranı olarak ifade edilir [4]. LYN II 28.5/10 için gaz/metal kütleli debi oranları 1.23 MPa, 1.31 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarında sırasıyla 1.50, 0.61 ve 2.01 olarak hesaplanmıştır. 1.31 MPa atomizasyon gaz

basıncındaki kütleli debi oranının diğeri basınç değerlerine göre daha düşük olması atomizasyon sırasında uygulanan ergitme basıncından kaynaklanmıştır. Gaz/metal kütleli debi oranlarının hesaplanmasında nozula sadece gaz gönderilerek ölçülmüş olan kütleli gaz debisi değerleri kullanılmıştır.

5.6. Toz Boyutu ve Dağılımı

Malvern Mastersizer E laser boyut analiz cihazdan elde edilen analiz raporunda, üretilen tozlara ait ortalama toz çapı (d_{50}), Sauter ortalama çapı (d_{vs}), hacim ortalama çapı (d_{vm}), d_{10} ve d_{90} kümülatif yüzde değerleri, belli aralıklardaki toz yüzdesi ve belli bir boyutun altındaki kümülatif yüzde istatistiksel olarak yer almaktadır. Ayrıca raporda, toz boyutu dağılımı (frekans) ve kümülatif yüzde eğrileri de yer almaktadır. 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarına ait analiz raporu Ek 1 ve Ek 2’de verilmiştir. Analiz raporunda $d(0.5)$ ortalama toz çapını (d_{50}), $D[3,2]$ Sauter ortalama çapını (d_{vs}), $D[4,3]$ hacim ortalama çapını (d_{vm}), $d(0.1)$ ve $d(0.9)$ sırasıyla d_{10} ve d_{90} kümülatif yüzde değerlerini ifade etmektedir. İstatistiksel bilgilerin verildiği tabloda ise 1. ve 3. sütun toz boyutu aralığı, 2. sütun 1. ve 3. sütunlarda verilen toz boyutları aralığındaki toz yüzdesi, 4. sütun ise kümülatif %’dir. Tabloda verilen bu bilgiler, raporda yer alan grafik üzerinde kümülatif % eğrileri, toz boyutu dağılımı eğrisi ve histogram ile gösterilmiştir.

Çizelge 5.3’de LYN I 10.42/19.62 ile üretilmiş tozlara ait büyüklükler, Çizelge 5.4’de ise LYN II 28.5/10 ile üretilmiş tozlara ait büyüklükler görülmektedir. Üretilen tozlara ait toz boyutu dağılımı ve kümülatif % eğrileri de Ek 3, 4, 5, 6 ve 7’de verilmiştir.

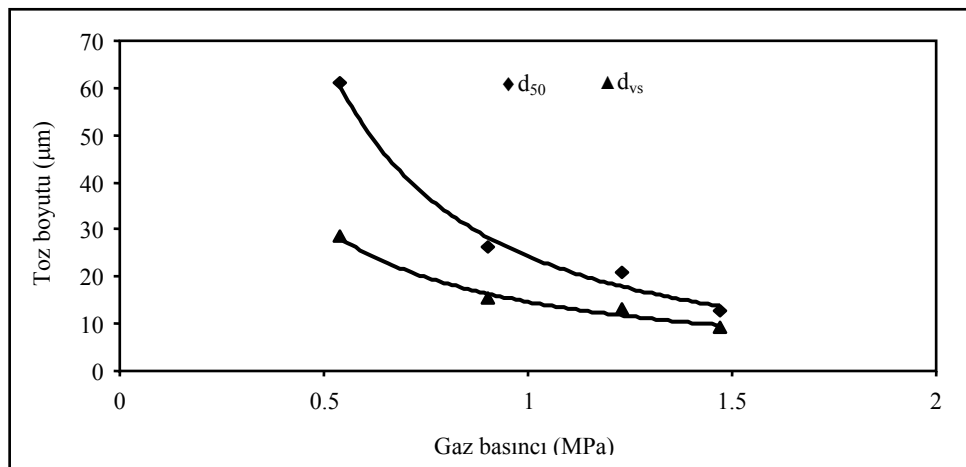
Çizelge 5.3. LYN I 10.42/19.62 ile üretilmiş tozlara ait boyutlar.

Nozul			Gaz basıncı (MPa)	d_{50} (μm)	d_{vs} (μm)	d_{vm} (μm)	d_{10} (μm)	d_{90} (μm)	Elek altı toz miktarı <180 μm (gr)
A* (mm^2)	A (mm^2)	α ($^\circ$)							
19.62	10.42	44	1.4	64.72	37.17	103.18	17.10	216.87	34.15

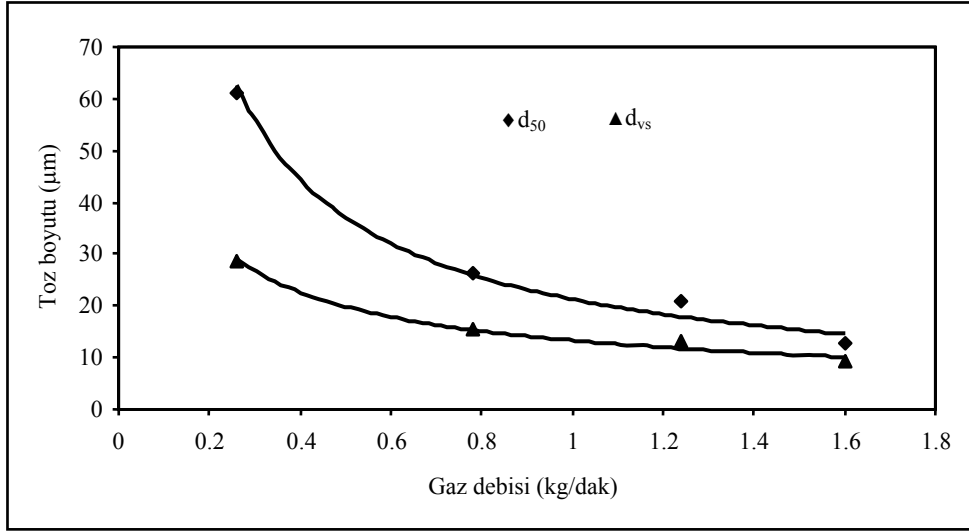
Çizelge 5.4. LYN II 28.5/10 ile üretilmiş tozlara ait boyutlar.

Nozul			Gaz basıncı (MPa)	Gaz/metal debisi oranı	d_{50} (μm)	d_{vs} (μm)	d_{vm} (μm)	d_{10} (μm)	d_{90} (μm)	Elek altı toz miktarı <180 μm (gr)	Elek üstü toz miktarı >180 μm (gr)	
A* (mm^2)	A (mm^2)	α ($^\circ$)										
10	28.5	44	0.54	---	60.94	28.43	95.58	12.13	197.2	180.15	---	
			0.9	---	26.49	15.46	47.20	6.94	7	421.70	14.81	
			1.23	1.50	20.78	13.11	45.07	5.86	93.42	192.77	---	
			1.31	0.61	61.56	23.43	93.80	9.05	106.3	7	353.42	39.10
			1.47	2.01	12.63	9.17	18.73	4.57	198.5	6	218.21	43.37
								35.68				

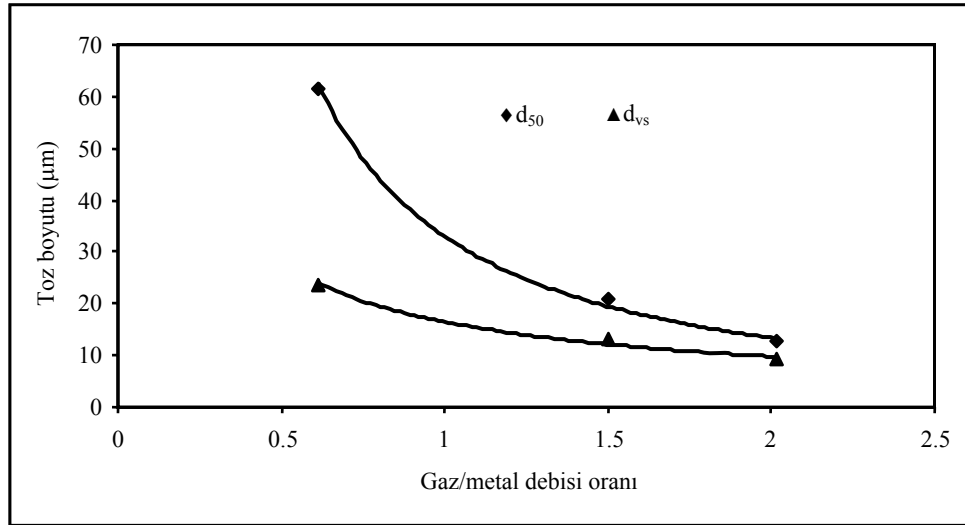
Çizelge 5.4'den yararlanarak LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının toz boyutlarının (d_{50} , d_{vs}) gaz basıncı, gaz debisi ve gaz/metal debisi oranıyla değişimi incelenmiştir. Gaz basıncının toz boyutuna etkisi Şekil 5.5'de, gaz debisinin toz boyutuna etkisi Şekil 5.6'da ve gaz/metal debisi oranının toz boyutuna etkisi Şekil 5.7'de verilmiştir.



Şekil 5.5. LYN II 28.5/10 ile üretilen azot atomize kalay tozlarının toz boyutuna (d_{50} , d_{vs}) gaz basıncının etkisi.



Şekil 5.6. LYN II 28.5/10 ile üretilen azot atomize kalay tozlarının toz boyutuna (d_{50} , d_{vs}) gaz debisinin etkisi.



Şekil 5.7. LYN II ile üretilen azot atomize kalay tozlarının toz boyutuna (d_{50} , d_{vs}) gaz/metal debisi oranının etkisi.

Toz boyutunun gaz basıncı ve gaz debisiyle değişimini gösteren Şekil 5.5 ve 5.6'daki grafikler 0.54 MPa, 0.9 MPa 1.23 MPa ve 1.47 MPa gaz basınçlarında üretilmiş tozlar için çıkarılmıştır. Toz boyutunun gaz /metal debisi oranıyla değişimini gösteren Şekil 5.7'deki grafikler ise 1.23 MPa, 1.31 MPa ve 1.47 MPa atomizasyon gaz basınçlarında üretilmiş tozlar için çıkarılmıştır.

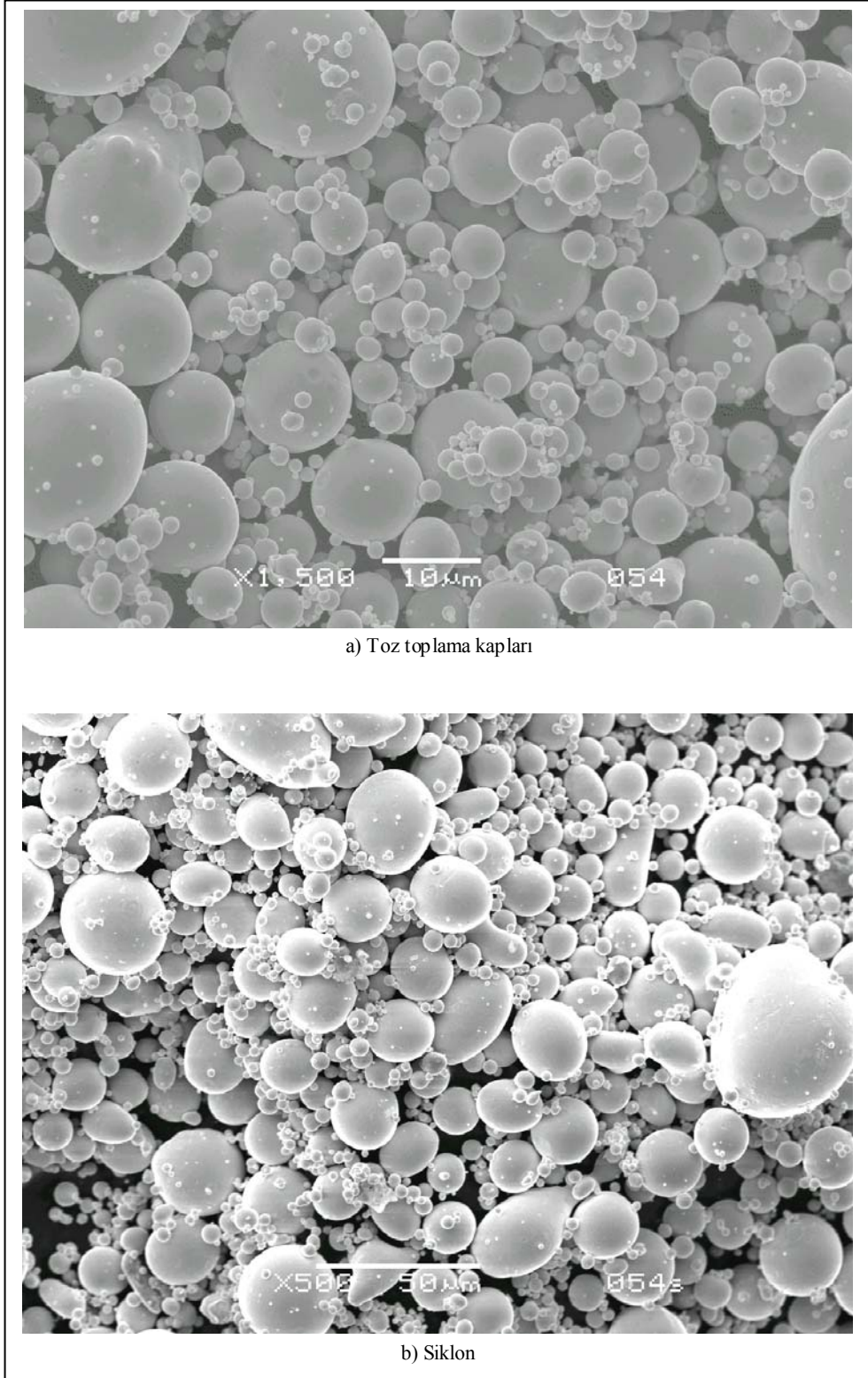
Şekil 5.5 incelendiğinde, gaz basıncı artışı ile toz boyutunun küçüldüğü görülmüştür. Basınç artışı, sıvı metale daha yüksek enerjinin aktarılmasını sağlayarak, daha küçük ortalama toz boyutuna sahip metal tozu üretimine imkan vermektedir. Çizelge 5.4’de verilen toz boyutları ile ilgili değerler incelendiğinde ise, en küçük toz boyutunun 1.47 MPa gaz basıncında elde edildiği görülmüştür. Aynı şekilde gaz debisi artışı da toz boyutunun küçülmesine sebep olmaktadır (Şekil 5.6).

Gaz basıncının toz boyutuna etkisinin incelenmesi sırasında 1.31 MPa gaz basıncı, uygulanan 150 mbar’lık ergitme basıncı nedeniyle dikkate alınmamıştır. Bu basınç gaz/metal debisi oranının toz boyutuna etkisinin incelenmesinde kullanılmıştır. 1.5, 0.61 ve 2.01 $\dot{m}_{azot} / \dot{m}_{metal}$ kütleli debi oranlarında LYN II 28.5/10 için toz boyutu (d_{50}) sırasıyla 20.78 μm , 61.56 μm ve 12.63 μm olarak ölçülmüştür (Çizelge 5.4). Bu sonuçlar, gaz/metal debisi oranının artmasıyla tozların küçüldüğünü göstermektedir.

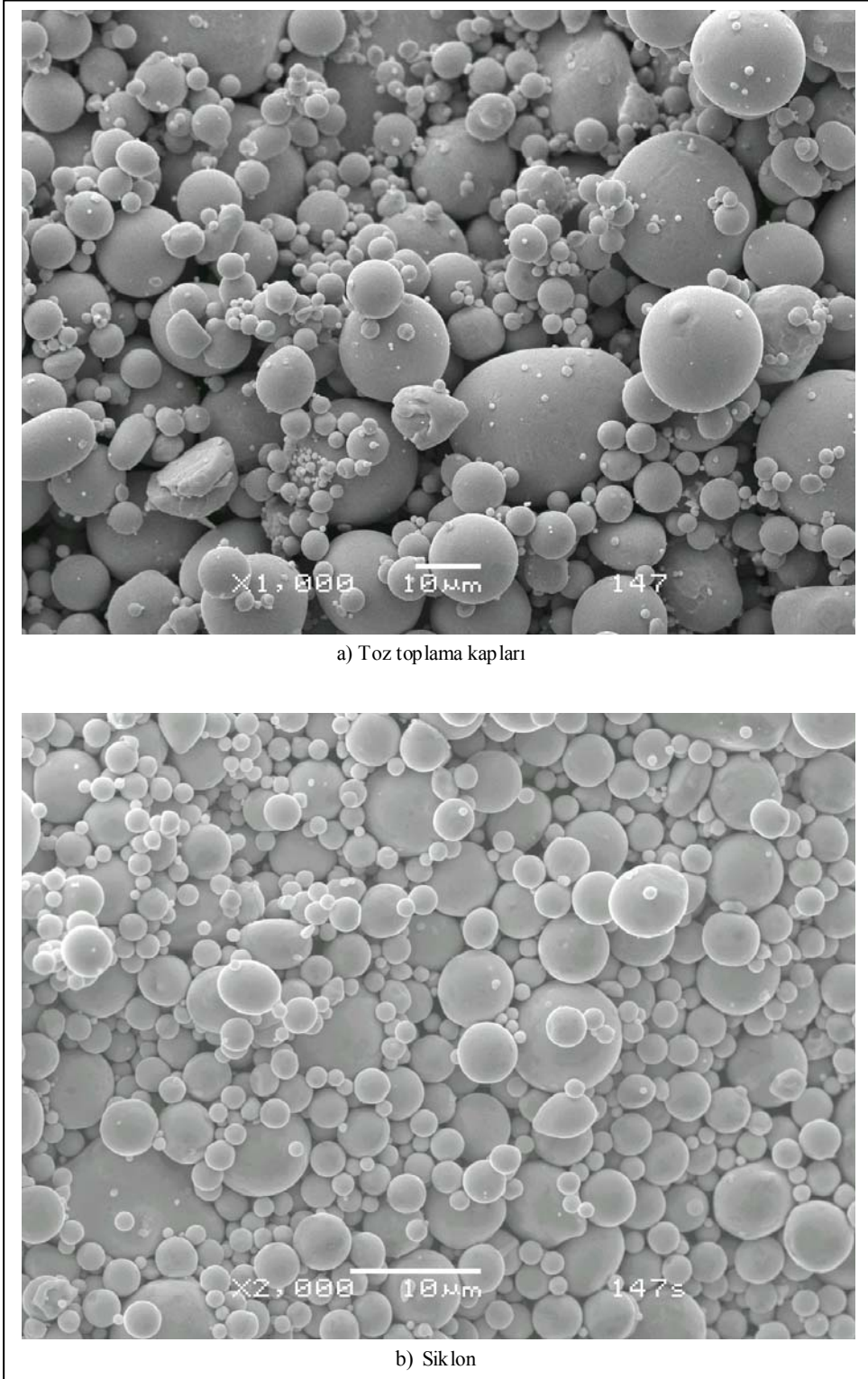
Toz boyutu analiz raporundan elde edilen dağılım eğrilerinden, Laval tipi yeni nozul sistemi ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının logaritmik normal dağılım göstererek bir çan eğrisi oluşturdukları görülmüştür. Toz boyutu dağılımı eğrilerinde görüldüğü gibi tozlar küçüldükçe veya basınç arttıkça logaritmik normal dağılıma daha fazla yaklaşmaktadır. Atomizasyon bölgesinde meydana gelen uydulaşmalar, yine atomizasyon bölgesinde meydana gelen emişin sıvı metal debisine etkisi ve ikincil bölünmeyi sağlayamamış tozlar gaz atomize metal tozlarının iki veya daha fazla modlu boyut dağılımı göstermelerine sebep olmaktadır.

5.7. Tozların Şekil, Yüzey Morfolojisi ve Mikroyapıları

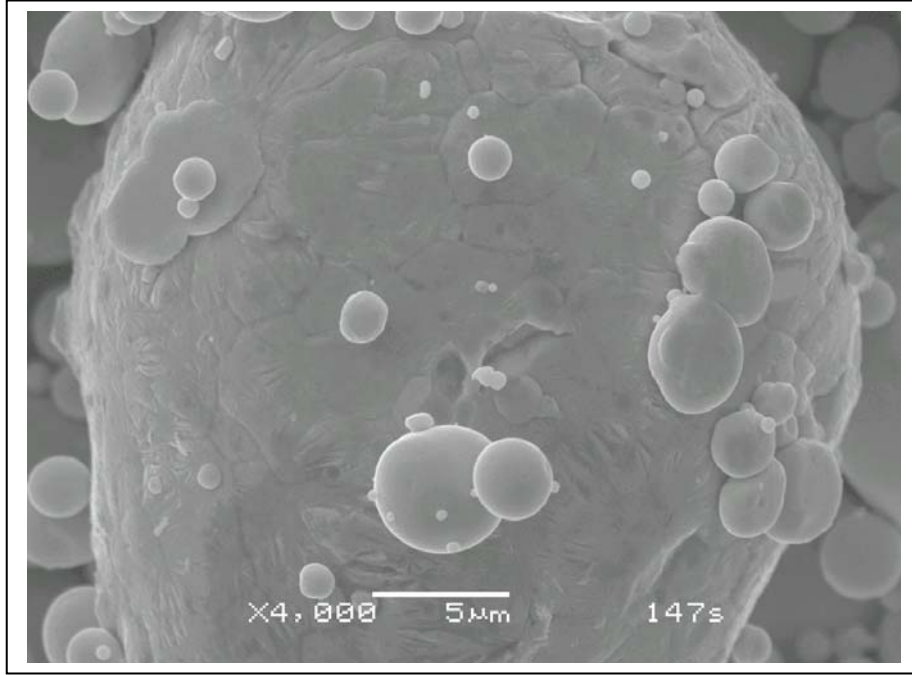
0.54 MPa ve 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının genel görünüşleri Şekil 5.8 ve Şekil 5.9’da verilmiştir. Şekil 5.10’da ise 1.47 MPa gaz basıncında atomize edilmiş bir kalay tozunun hücreli morfolojisi, Şekil 5.11’de 0.54 MPa gaz basıncında atomize edilmiş tozların birbirleriyle çarpışması sonucu oluşan uydulaşmalar gösterilmiştir.



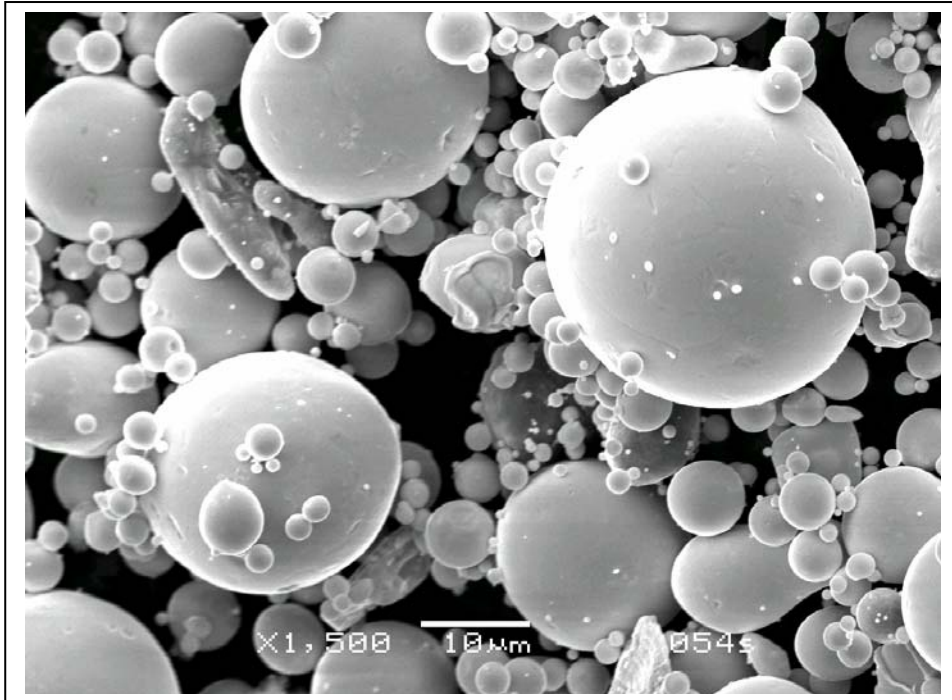
Şekil 5.8. 0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize tozların genel görüntüleri.



Şekil 5.9. 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize tozların genel görüntüleri.



Şekil 5.10. 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozunun hücreli yapıyı yüzeyi.



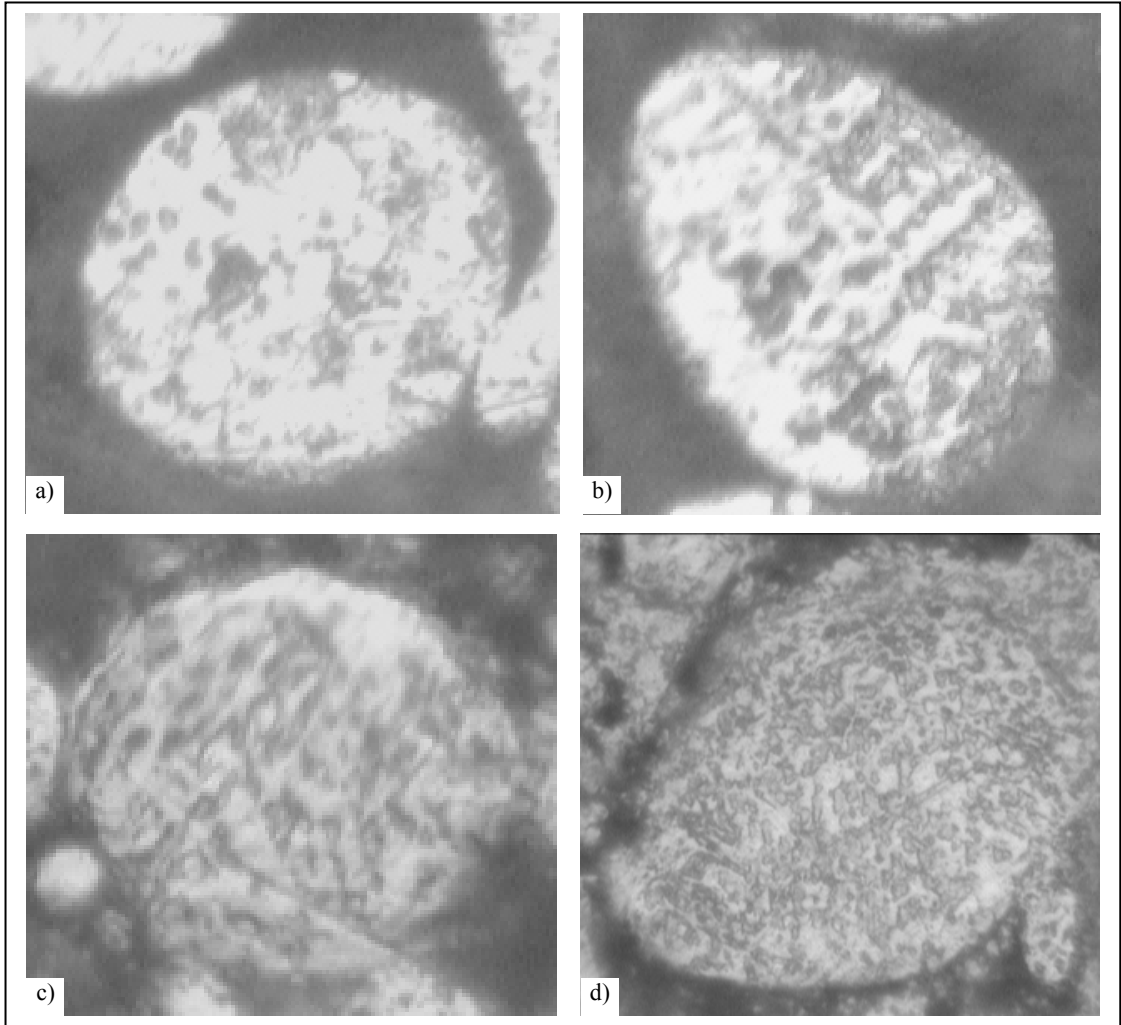
Şekil 5.11. 0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarında oluşan uydulaşmalar.

Üretimini gerçekleştirdiğimiz azot atomize kalay tozlarının genel görünümüne bakıldığında, tozların küresel ve küresele yakın şekilli olduğu görülmektedir (Şekil 5.8 ve 5.9). Detayda ise küçük boyutlu tozlarda düzgün ve pürüzsüz toz yüzeyleri, iri tozlarda ise ($d_{50} \approx 20 \mu\text{m}$) hücresel yüzey yapısı (Şekil 5.10) gözlenmiştir. Bir sıvı damlacığını küreselleşmeye yüzey gerilmesi zorlamaktadır. Küçük tozlarda görülen yüzey düzgünlüğüne de, soğuma hızındaki artışın tane boyutunu küçültmesi ve böylece mikroyapının görünmez hale gelmesi sebep olmaktadır.

Toz şeklinin toz boyutu ile değişimi incelendiğinde, küçük boyutlu tozların küresel şekilli, iri tozların küresel ve küresel şekle yakın tozlardan oluştuğu gözlenmiştir. Bu durum küçük tozların katılaşmayı küreselleştikten sonra tamamladıklarını yani küreselleşme zamanının katılaşma zamanından küçük olduğunu ve damlacığın şeklinin küresel olmaya eğilim göstereceğini ifade etmektedir. Tozların genel görüntülerinden gaz atomizasyon mekanizmalarına ait aşamaları temsil eden örnekler elde edilebilir. Genel olarak azot atomize kalay tozları, bölünmenin bütün aşamalarını tamamlamış küresel tozlardan oluşmaktadır (Şekil 5.8 ve Şekil 5.9).

Atomizasyon çalışmalarında, küçük boyutlu tozların daha büyük tozlar üzerinde uydulaştıkları gözlenmiştir (Şekil 5.11). Uydulaşmalar, atomizasyon sırasında küçük tozların henüz tamamen katılaşmamış büyük tozlarla çarpışması sonucu meydana gelir. Dolayısıyla, büyük ve küçük parçacıkların katılaşma süreleri arasındaki fark ve farklı boyutlu damlacıkların atomizasyon gazının etkisiyle değişik oranlarda ivmelenmesi uydulaşmada önemli bir etkidir. Ayrıca damlacık – toz çarpışmasıyla oluşan sıvanmalar görülmüştür. Bu tür uydulaşmalar; Şekil 5.9a’da da görüldüğü gibi katı tozun damlacık tarafından kısmen sıvanmasıyla veya birden fazla çok küçük tozun damlacık tarafından tamamen kaplanmasıyla oluşmaktadır.

Bakalite gömüldükten sonra, mikroyapı incelemeleri için parlatılıp dağlanan azot atomize kalay tozlarının ışık mikroskobu ile mikroyapıları tespit edilmiştir. Şekil 5.12’de 0.54 MPa ve 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının dendritik ve hücresel – dendritik katılaşma (soğuma) mikroyapılarını ve kesit görünüşleri verilmiştir.



Şekil 5.12. Azot atomize kalay tozlarına ait çeşitli dendritik ve hücrese – dendritik katılma mikroyapıları (Işık Mikroskobu x400). a) 0.54 MPa, b) 0.54 MPa, c) 1.47 MPa, d) 1.47 MPa gaz basıncında üretilmiş tozların kesit görünüşleri

Işık mikroskobu ile yapılan çalışmalarda azot atomize kalay tozlarının dendritik veya hücrese – dendritik mikroyapıya sahip olduğu tespit edilmiştir. Şekil 5.12b’de, toz yüzeyinden başlayan ve boylamasına uzanan birincil dendritik koldan dallanan ikincil kollar yani tek yönde çekirdeklenme ve her yönde katılma, Şekil 5.12d’de ise hücrese – dendritik soğuma yapısı yani çok sayıda çekirdeklenme ve her yönde katılma olduğu net olarak gözlenmiştir.

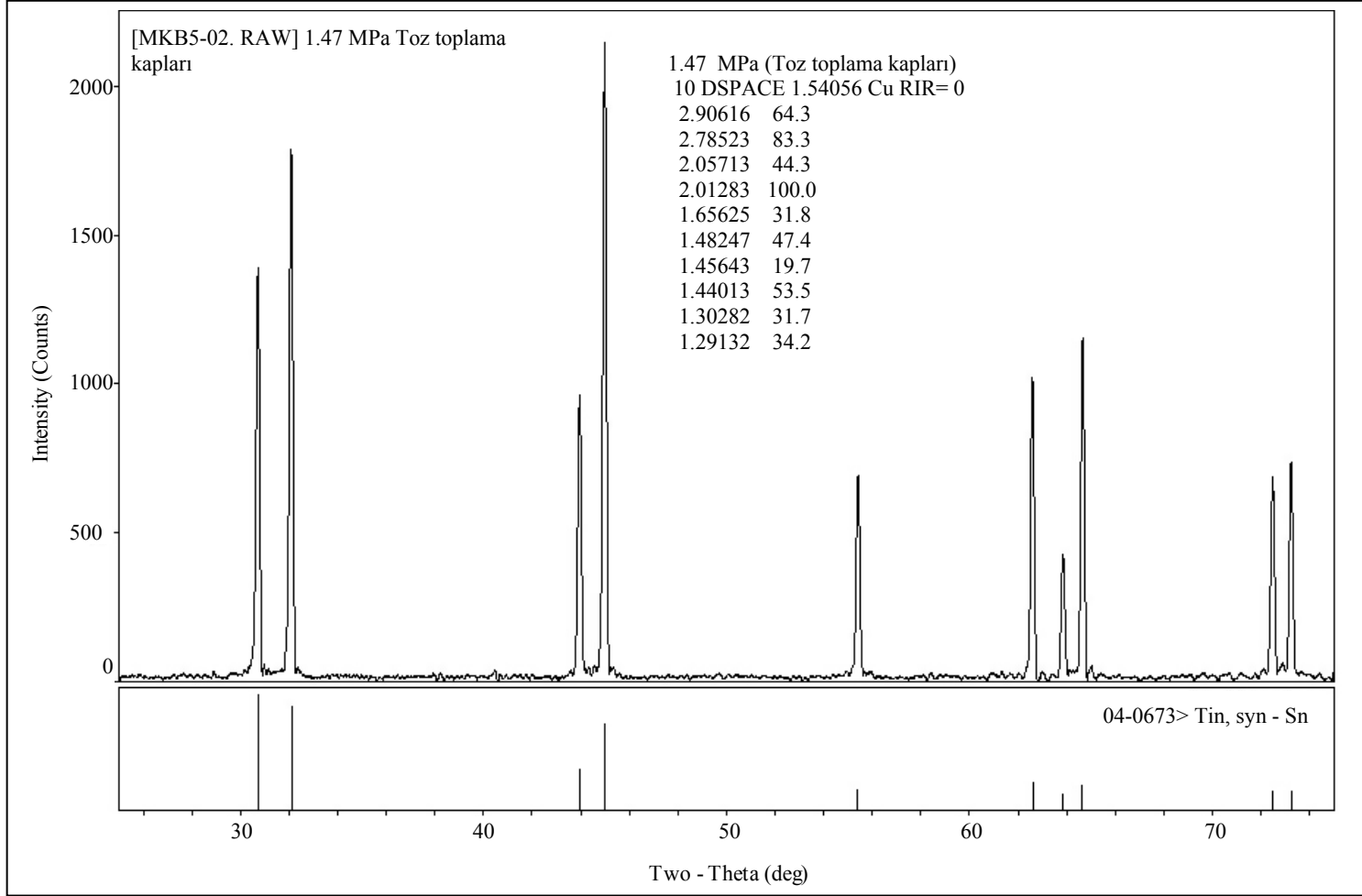
5.8. Tozların İçerdiği Oksit Miktarı

1.47 MPa ve 0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının difraksiyon pik şiddetleri ve açıları Çizelge 5.5’de verilmiştir. Ayrıca Şekil 5.13 ve

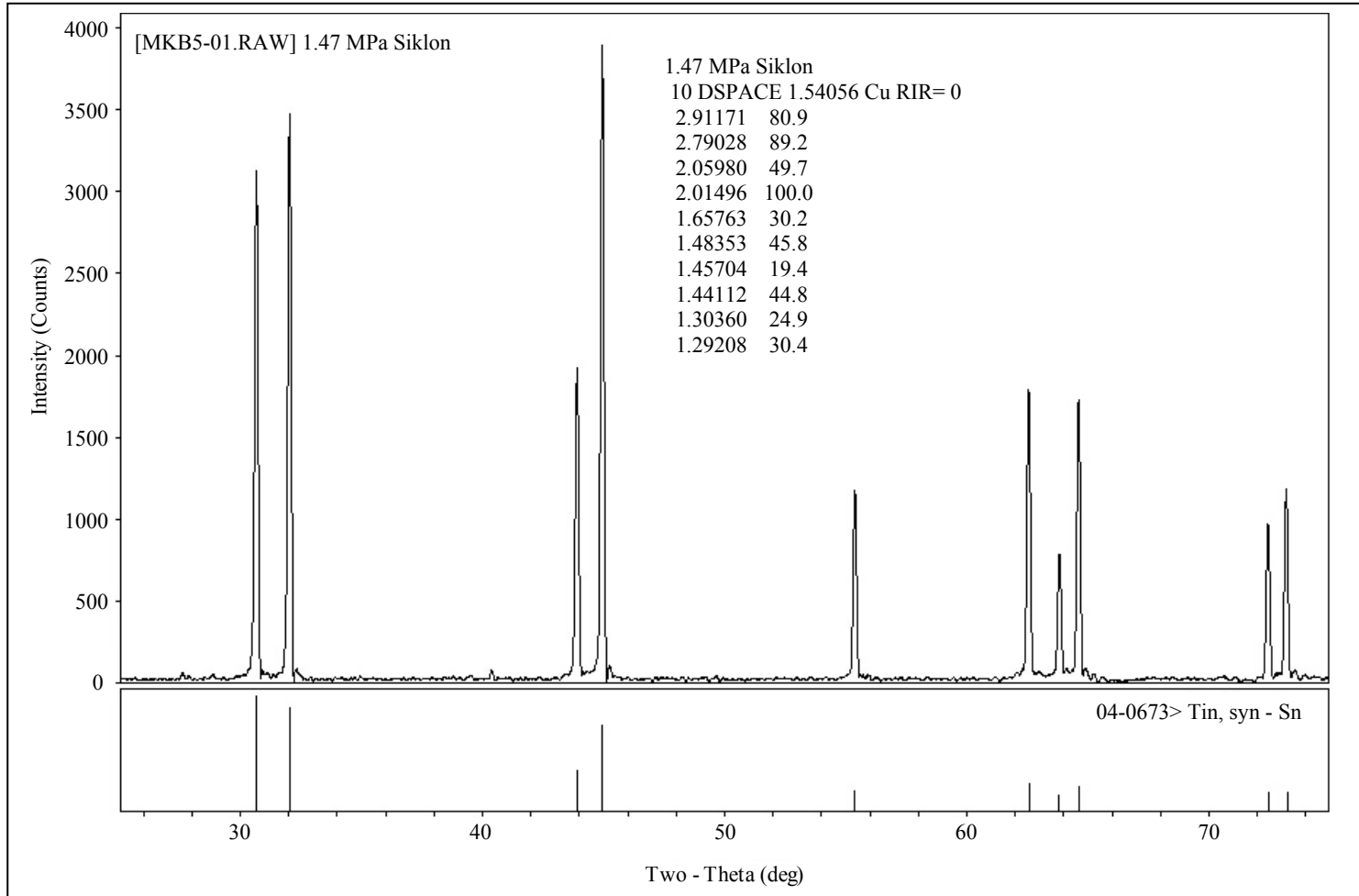
Şekil 5.14'de 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının XRD kırınım desenleri görülmektedir.

Çizelge 5.5. 1.47 MPa ve 0.54 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının difraksiyon pik şiddetleri (cps) ve açıları.

1.47 MPa				0.54 MPa			
Toz toplama kapları		Siklon		Toz toplama kapları		Siklon	
Difraksiyon Pik (10 DSPACE 1.54056 Cu RIR= 0)				Difraksiyon Pik (10 DSPACE 1.54056 Cu RIR= 0)			
Şiddetleri (cps)	Açıları (°)	Şiddetleri (cps)	Açıları (°)	Şiddetleri (cps)	Açıları (°)	Şiddetleri (cps)	Açıları (°)
2.90616	64.3	2.91171	80.9	2.90246	31.2	2.90800	90.0
2.78523	83.3	2.79028	89.2	2.78354	31.3	2.78691	64.9
2.05713	44.3	2.05980	49.7	2.05713	15.9	2.05801	30.6
2.01283	100.0	2.01496	100.0	2.01199	100.0	2.01326	100.0
1.65625	31.8	1.65763	30.2	1.65625	15.8	1.65680	24.9
1.48247	47.4	1.48353	45.8	1.48183	20.5	1.48289	44.6
1.45643	19.7	1.45704	19.4	1.45663	12.7	1.45663	16.2
1.44013	53.5	1.44112	44.8	1.43934	32.3	1.44033	42.4
1.30282	31.7	1.30360	24.9	1.30267	67.0	1.30298	28.7
1.29132	34.2	1.29208	30.4	1.29102	20.6	1.29162	29.1



Şekil 5.13. 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozların XRD kırınım desenleri (Toz toplama kapları).



Şekil 5.14. 1.47 MPa gaz basıncında LYN II 28.5/10 ile üretilmiş azot atomize kalay tozlarının XRD kırınım desenleri (Siklon).

10° ile 75° ölçüm aralığında ve 32.5 dakika süreyle dakikada 2° açıyla yaptığımız çekimlerde aynı türden olan kırınım desenleri üst üste çakışmıştır. Farklı türden XRD kırınım desenleri çıksa bile bunlar şiddetlerinin çok küçük olması sebebiyle dikkate alınmamıştır. Bunlar oksit veya diğer element yada bileşikler olabilir. Ancak, öncesinde de belirttiğimiz gibi şiddetlerinin küçük olması nedeniyle ölçümlerde hesaba katılmazlar. Sonuç olarak; XRD kırınım desenleri üretilen azot atomize kalay tozlarının oksit içermediğini göstermiştir (Şekil 5.13 ve 5.14). Fakat atomizasyon şartlarında oksitlenmenin önlenmesi mümkün değildir. Tozlar bir oksit tabakasıyla kaplanmaktadır. Bu sebeple üretilen tozlarda bir miktar oksit oluştuğunu göz önüne almalıyız. Tozların yüzeyindeki oksit tabakası yüzey gerilmesini düşürerek, küreselleşme için gerekli sürenin artmasına ve tozların küreselleşmeden katılaşmasına sebep olduğu için önemlidir.

6.SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1.Sonuçlar

1. Metal akış borusunun konumuna göre gaz çıkış alanının küçülmesiyle geri basınç oluşumu önlenmektedir.
2. Metal donması veya atomizasyonun yavaşlamasını önlemek için metal akış borusu ısıtılmalıdır.
3. Atomizasyon gazı basıncındaki artışlar, ortalama toz boyutunu küçültmüştür. En küçük tozlar, 1.47 MPa gaz basıncında üretilmiş ve ortalama toz boyutu (d_{50}) 12.63 μm olarak ölçülmüştür.
4. Gaz / metal debisi oranının artmasıyla tozlar küçülmüş ve en küçük tozlar 2.01 kütleli debi oranıyla elde edilmiştir.
5. Tozların logaritmik normal dağılım gösterdiği görülmüştür. Tozlar küçüldükçe veya basınç arttıkça tozların logaritmik normal dağılıma daha fazla yaklaştığı tespit edilmiştir.
6. Azot ile yapılan atomizasyon çalışmaları küresel şekilli kalay tozları üretmiştir. Detayda ise küçük boyutlu tozlarda ($d_{50}<10$) düzgün ve pürüzsüz toz yüzeyleri, iri tozlarda ise ($d_{50}\approx 20$) hücreli yüzey yapısı gözlenmiştir.
7. Atomizasyon çalışmalarında, küçük boyutlu kalay tozlarının daha büyük tozlar üzerinde uydulaştıkları gözlenmiş, ayrıca tozların sıvı metal damlacığı ile çarpışmasıyla oluşmuş sıvanma örnekleri tespit edilmiştir.
8. XRD kırınım desenleri üretilen azot atomize kalay tozlarının oksit içermediğini göstermiştir.

6.2.Öneriler

1. Sayısal akışkanlar dinamiği (CFD – Computational Fluid Dynamics) yazılım paketi ile gaz akış modeli çıkarılarak nozul tasarımının da göz önüne alınması gereken hususlar ortaya konmalıdır. Daha sonra, bu sonuçlar deneysel çalışmalardan elde edilen veriler ile karşılaştırılarak nozul tasarımı ayrıntılı bir şekilde analiz edilmelidir.
2. Siklon çıkışına, atomizasyon gazıyla aynı debide emiş yapabilen radyal bir fan yerleştirilerek, geri basınç oluşumu önlenmelidir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- [1] German, R.M., 1994, Powder metallurgy science, 2nd edition, Metal Powder Industries Federation, USA.
- [2] Sarıtaş, S., 1994, Toz metalurjisi, Makine müh. el kitabı, MMO, 2.Baskı, I.Cilt.
- [3] TS 3087, 1978, Toz metalurjisi – terimler, TSE, Ankara.
- [4] Ünal, R., 1995, Gaz atomizasyonu ile metal tozu üretimi değişkenlerinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [5] Sinter Metal A.Ş., Katalog.
- [6] Lawley, A., 1992, Atomization: The production of metal powders, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, USA.
- [7] Çiftçi, İ., 2003, Alüminyum esaslı kompozitlerde takviye oranı ve boyutunun mekanik özellikler ve işlenebilirlik üzerine etkisinin araştırılması, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [8] Turan, H., 1993, Gaz atomizasyonu ile metal tozu üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [9] <http://www.turktoz.gazi.edu.tr>.
- [10] Ersümer, A., 1970, Toz metalurjisi sert metal sinterleme, İstanbul Teknik Üniversite Matbaası, İstanbul.
- [11] Baksan, B., Gürler, R. 2003, Toz Metalurjisinin Savunma Sanayiinde Uygulanması, Osmangazi Üniversitesi, Metalurji Enstitüsü, Eskişehir.
- [12] Kaysser W.A., and Rzesnitzek, K., 1990, Principles of atomization, Science of Sintering, Ed. D.P. Uskokovic, Plenum Press, 157 – 174.
- [13] Sarıtaş, S., and Doğan, C., 1994, Metal powder production by centrifugal atomization, Int. J. Powder Metallurgy, 30, 419 – 427.
- [14] <http://web.sakarya.edu.tr/~aokurt/dersler/tozuretım.htm>.
- [15] Lawley, A., 1977, An overview of powder atomization processes and fundamentals, Int. J. Powder Metallurgy & Powder Technology, 13(3), 169 – 188.
- [16] Champagne, B., Angers, R., Fiset, M., 1984, Characteristics of powders produced by rotating electrode process, MPR.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- [17] Rai, G., Lavernia, E., and Grant, N.J., 1985, Powder size distribution in ultrasonic gas atomization, *J. Metals*, 22 – 26.
- [18] Klar, E., and Fesko, J.W., 1984, Production of metal powders, *Metals Handbook*, 9th ed. Vol. 7, Powder Metallurgy, 25 – 51, Ohio.
- [19] Çiğdem, M., 1996, İmal usülleri, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- [20] Anık, S., Dikicioğlu, A., Vural, M., 1994, İmal usulleri, Birsen Yayınevi, İstanbul.
- [21] Singh, S.N., and Ojha S.N., 1992, Microstructural investigation on rapidly solidified cast iron powders, *Int.J. Rapid Solidification*, 7, 201 – 217.
- [22] Gerking, L., 1993, Powder from metal and ceramic melts by laminar gas streams at supersonic speeds, *Powder Metallurgy Int.*, 25(2), 59 – 65.
- [23] Ünal, A., 1990, Production of rapidly solidified aluminium alloy powders by gas atomization and their applications, *Powder Metallurgy*, 33(1), 53 – 64.
- [24] Hohmann, M., and Jonsson, S., 1990, New concepts for inter gas atomization plants, *Metal Powder Report*, 47 – 50.
- [25] Dombrowski, N., and Johns, W.R., 1963, The aerodynamic instability and disintegration of viscous liquid sheets, *Chemical Engineering Science*, 18, 203 – 214.
- [26] Biancaniello, F.S., et al, 1990, Particle size measurement of inert gas atomized powder, *Mater. Sci. and Eng.*, 124, 9 – 14.
- [27] Aller, A.J., and Losada, A., 1985, Characteristics of atomized powders, *Powder Metallurgy Int.*, 21(5), 15 – 19.
- [28] Ünal, A., 16 – 17 Eylül 1996, Production of metal powders by gas atomization, 1. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı Bildiri Kitabı, 111 – 157, Gazi Üniversitesi, Ankara, Türkiye.
- [29] Mehrotra, S.P., 1981, Review 15: Mathematical modelling of gas atomization process for metal powder production, Part2, *Powder Metallurgy Int.*,13(2), 132 – 135.
- [30] Ünal, A., 1989, Liquid break – up in gas atomization of fine aluminium powders, *Metallurgical Transactions*, 20B, 1989, 61 – 69.
- [31] Ünal, A., 1987, Effect of processing variables on particle size in gas atomization of rapidly solidified aluminium powders, *Material Science and Technology*, 3, 1029 – 1039.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

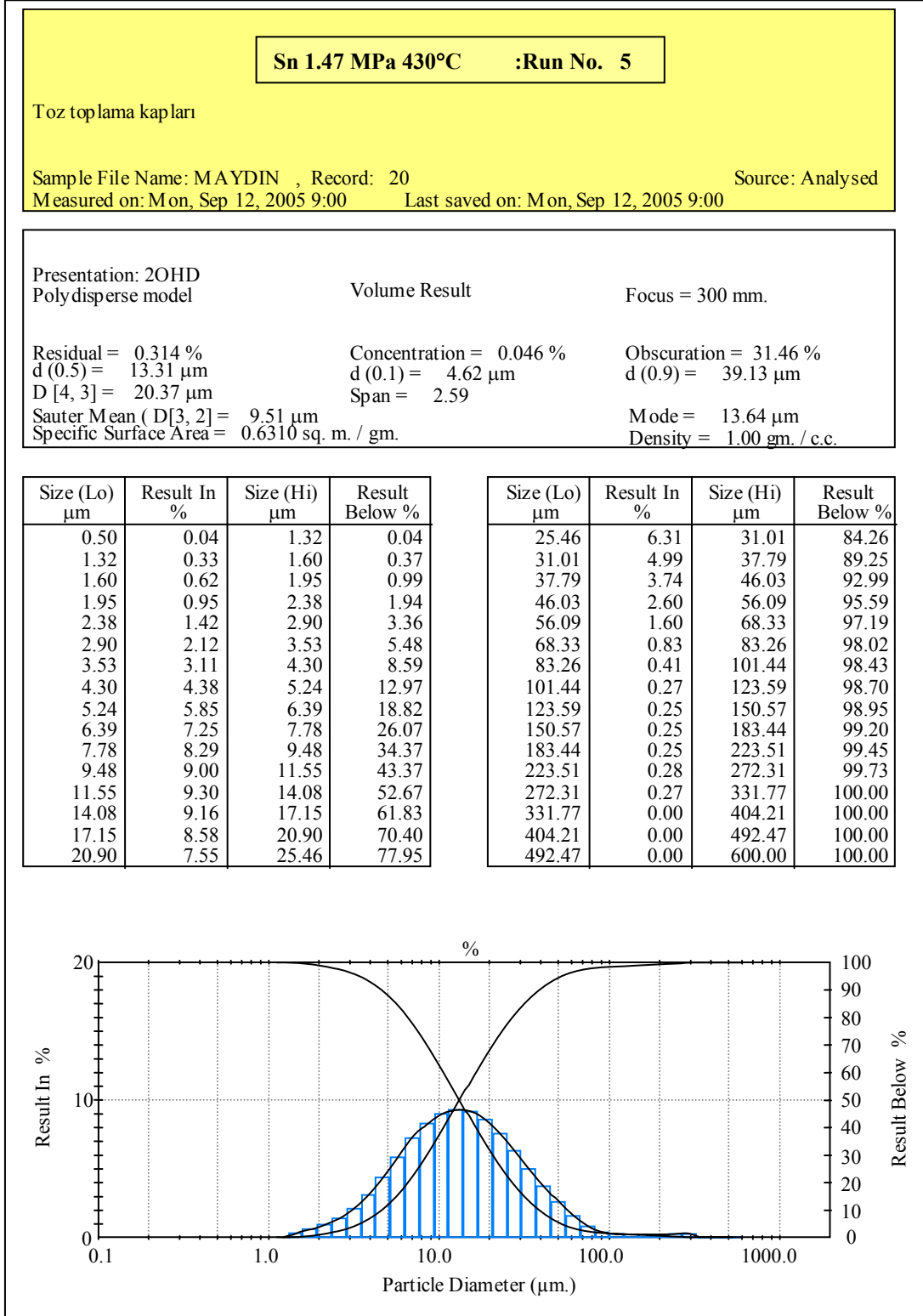
- [32] Yule, A.J., and Dunkley, J.J., 1994, Atomization of melts, Oxford Univ. Press, New York, USA.
- [33] Dunkley, J.J., 1990, Producing metal powders, *Metals and Materials*, 6(6), 361.
- [34] Clyne, T.W., Ricks, R.A., and Goodhew, P.J., 1984 – 85, The production of rapidly – solidified aluminium powder by ultrasonic gas atomization. Part I: Heat and fluid flow, *Int.J. Rapid solidification*, 1, 59 – 80.
- [35] Zhang, J.Y., Al, B., Liu, C., Zhu, R., Zhang, D., and Ma, C., 1992, Microstructure of explosively consolidated rapidly solidified aluminium and Al – Li alloy powders, *J. Material Science*, 27, 2298 – 2308.
- [36] Lavernia, E.J., and Baram, J., 1989, On quenching rates, secondary dendrite arm spacings and particle sizes in gas atomization, *J. Material Science Letters*, 8, 612 – 614.
- [37] Olefjord, I., Nyborg, L., 1985, Surface analysis of gas atomized ferritic steel powder, *Powder Metallurgy*, 28(4), 237 – 243.
- [38] Lavernia, E.J., et al, 1992, Rapid solidification processing with specific application to aluminium alloys, *Int. Materials Reviews*, 37(1), 1 – 44.
- [39] Kowalski, L., Korevaar, B.M., and Duszczyk, J., 1992, Some new aspects of the theory of oxidation and degassing of aluminium – based alloy powders, *J. Materials Science*, 27, 2770 – 2780.
- [40] Carney, T.J., Tsakirooulos, P.T., Watts, J.F., Castle, J.E., 1990, *Int. J. of RS*, 5, 189 – 217.
- [41] Kim, Y.W., Griffith W.M., and Froes, F.H., 1985, Surface oxides in P/M aluminium alloys, *J. Metals*, 2, 219 – 229.
- [42] Ünal, A., 1991, Interpretation of ESCA thickness measured on non – uniform oxide layers, *Powder Metallurgy* 34(2), 135 – 138.
- [43] Aksel, M. H., Eralp, O. C., 1994, *Gas Dynamics*, Prentice Hall International Ltd., UK.
- [44] Uslan, İ., 1999, Gaz atomize alüminyum tozlarının özelliklerine üretim değişkenlerinin etkisinin araştırılması, Doktora tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [45] Anderson, J.E., and Terpstra, L., 2001, *Progress Toward Gas Atomization With Increased Uniformity and Control*, Elsevier, Materials Science and Engineering.
- [46] Baram, J., 1988, Pressure Characteristics at the Pour – Tube Orifice in Ultrasonic Gas Atomization, *Materials Science and Engineering*, 98, 65 – 69.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- [47] Cui, C., Cao, F., and Li, Q., 2002, Formation mechanism of the pressure zone at the tip of the melt delivery tube during the spray forming process, *Journal of Materials Processing Technology*, 1377, 5 – 9.
- [48] Chen, Y.M., Su, Y.H., Lin, R.W., and Tsao, C.Y.A., 1998, Modeling of atomization rate during gas atomization, *Acta Mater*, Vol 46, 1011 – 1023.
- [49] <http://www.nanoval.de>.
- [50] Hopkins, W.G., 1987, High Performance RPS Gas Atomization – Critical Areas of Equipment Design, *Metal Powder Report*, 706 – 710.
- [51] <http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm>.

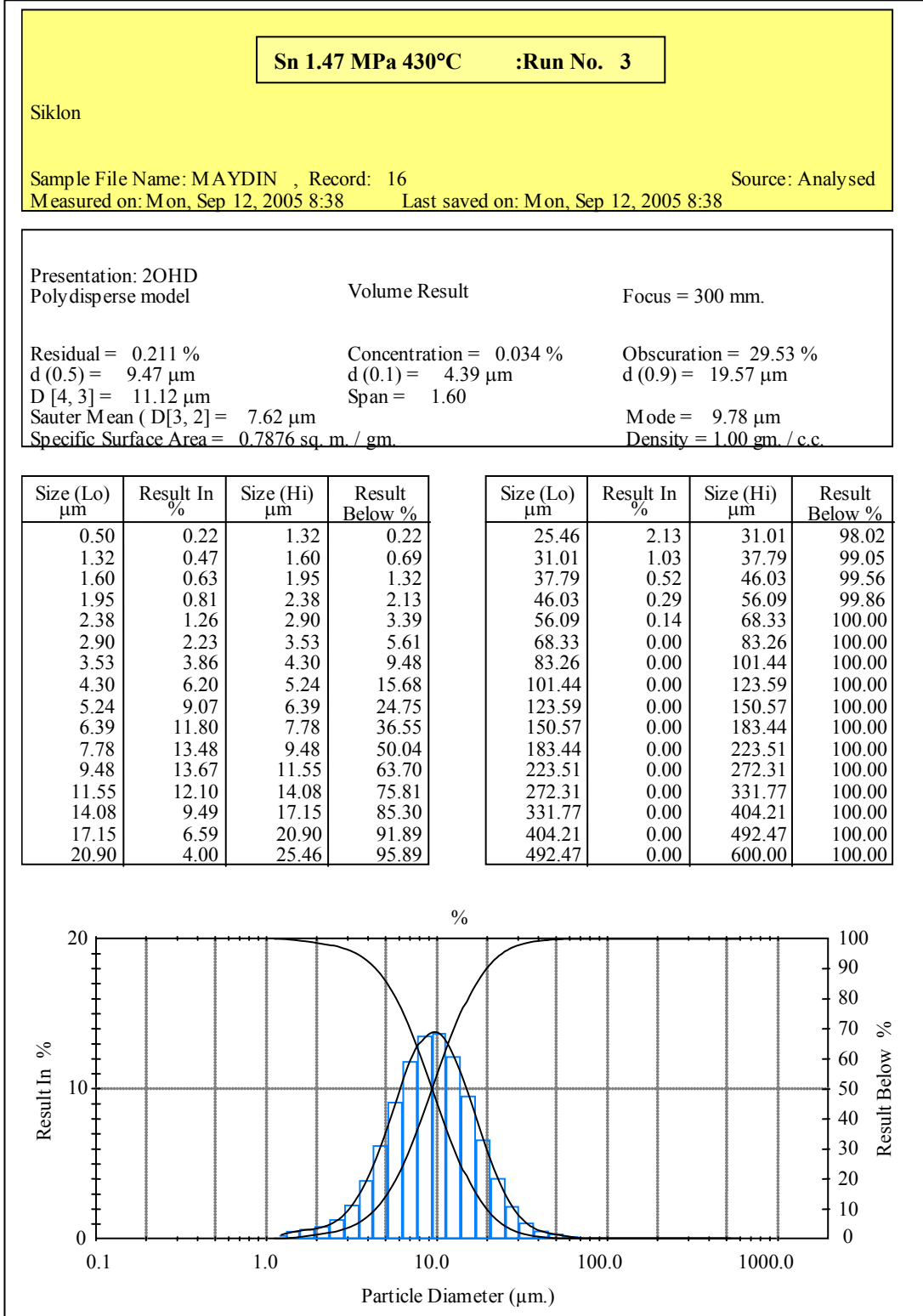
EKLER

Ek 1. 1.47 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Analiz Raporu (Toz Toplama Kapları).



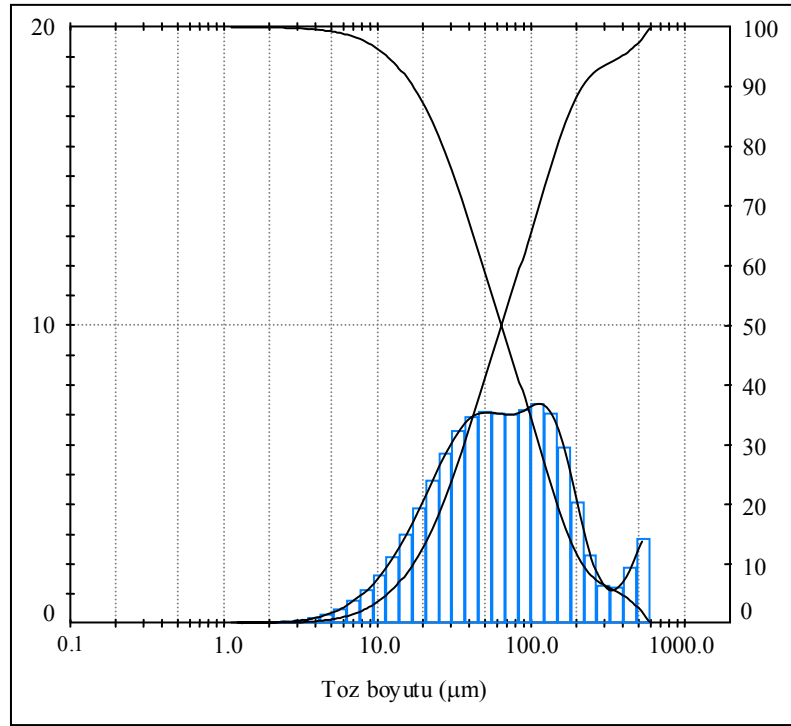
EKLER

Ek 2. 1.47 MPa Gaz Basıncında LYN II İle Üretilmiş Tozların Analiz Raporu (Siklon).



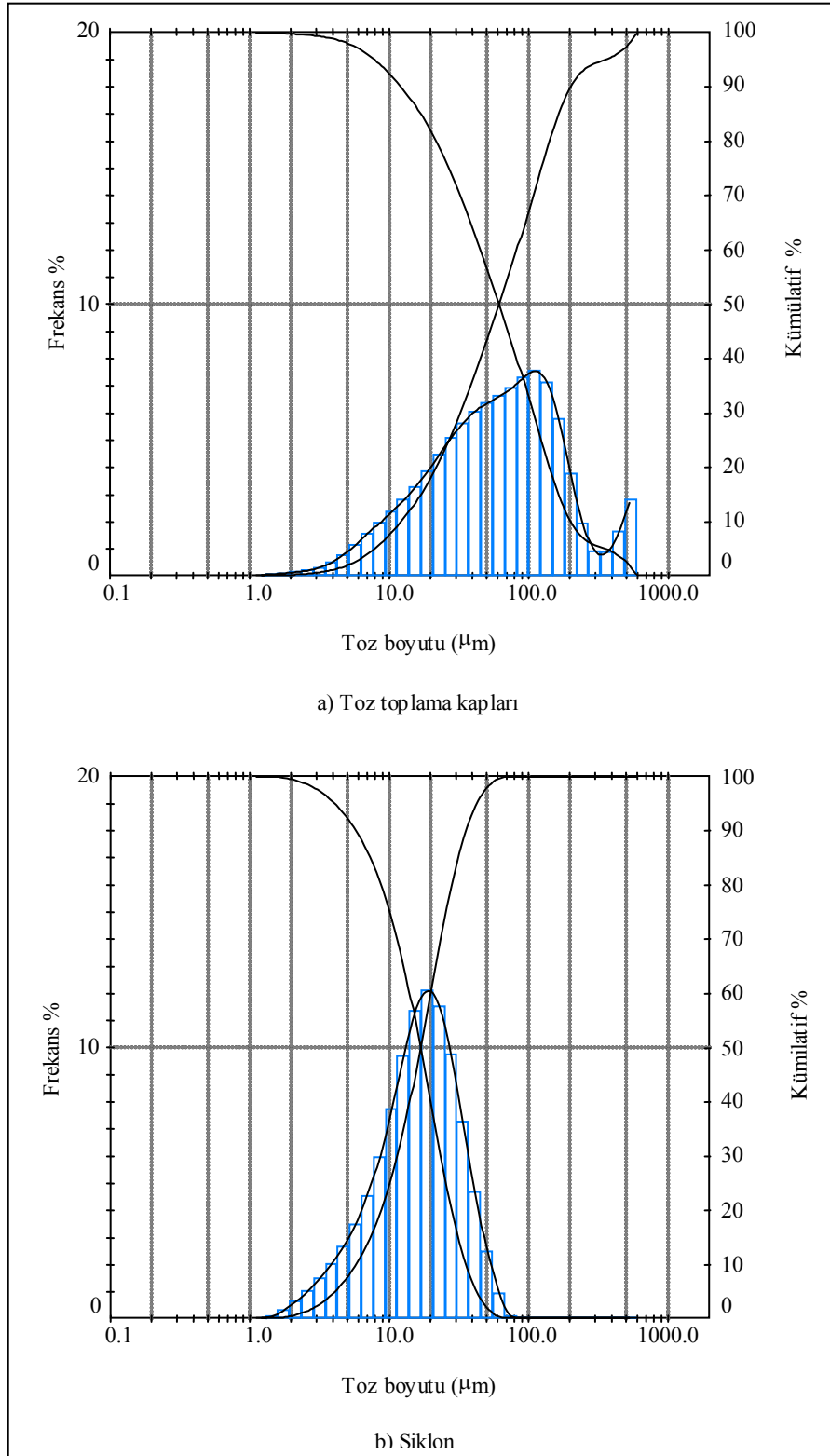
EKLER

Ek 3. 1.4 MPa Gaz Basıncında LYN I 10.42/19.62 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı.



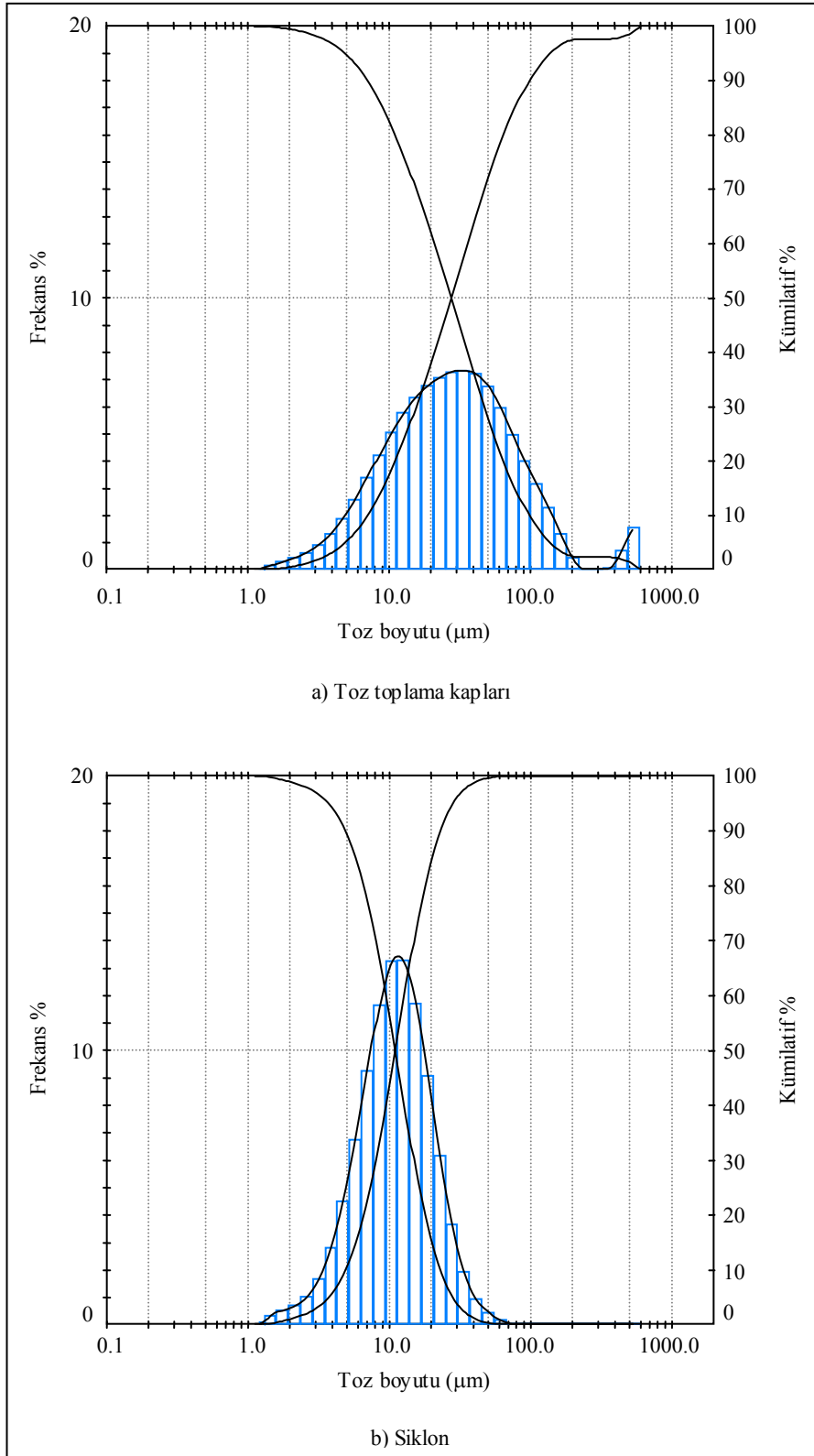
EKLER

Ek 4. 0.54 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı.



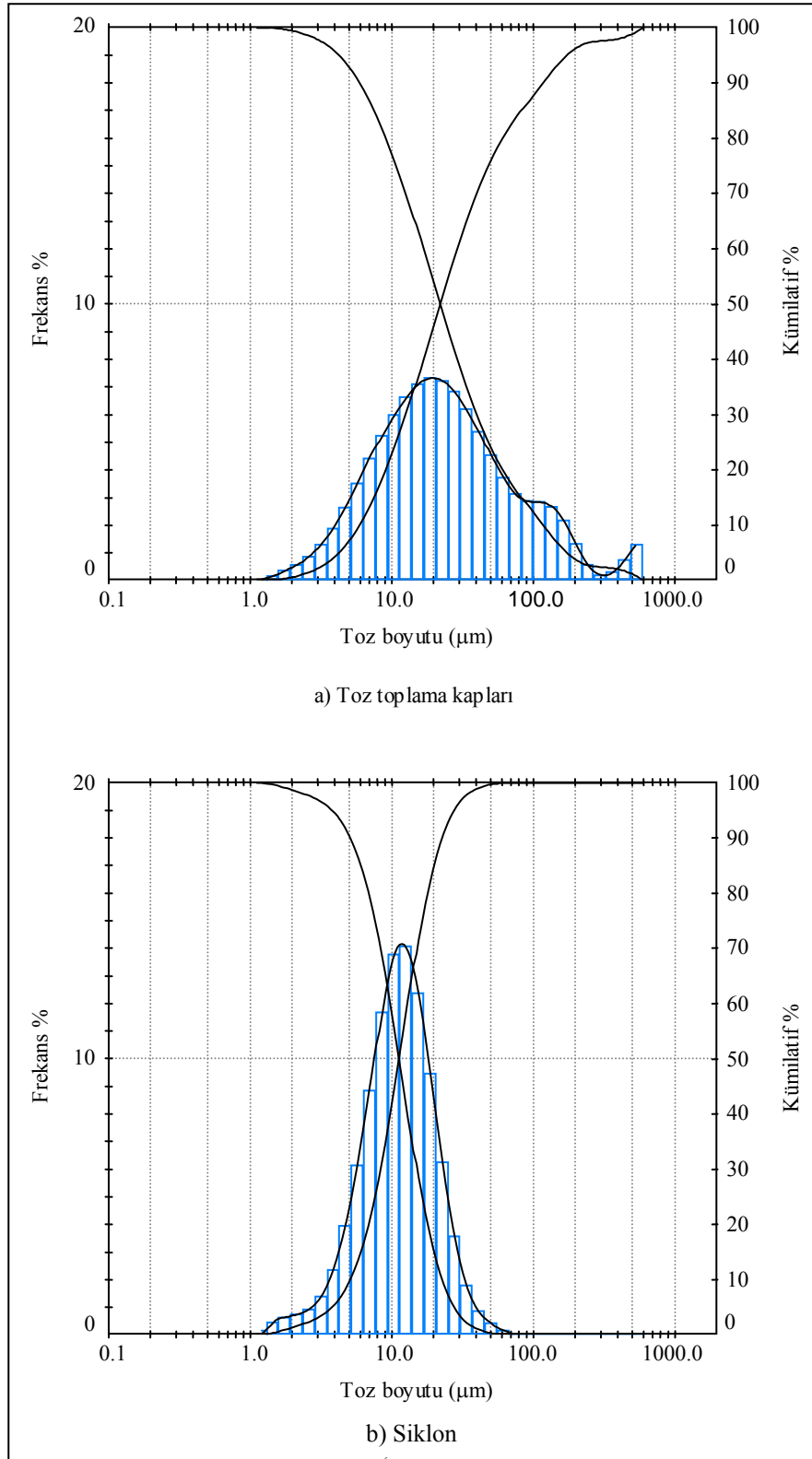
EKLER

Ek 5. 0.9 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı.



EKLER

Ek 6. 1.23 MPa Gaz Basıncında LYN II 28.5/10 İle Üretilmiş Tozların Dağılımı.



EKLER

Ek 7. 1.31 MPa Gaz Basıncında LYN II İle Üretilmiş Tozların Dağılımı.

