DEMİR ESASLI TOZ METAL PARÇALARIN SİNTERLEME İLE BİRLEŞTİRİLMESİ

EMRE AVŞAR

YÜKSEK LİSANS TEZİ MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

TOBB EKONOMİ VE TEKNOLOJİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KASIM 2009

ANKARA

Fen Bilimleri Enstitü onayı

Prof. Dr. Ünver KAYNAK

Müdür

Bu tezin Yüksek Lisans derecesinin tüm gereksinimlerini sağladığını onaylarım.

Prof. Dr. Ünver KAYNAK

Anabilim Dalı Başkanı

Emre AVŞAR tarafından hazırlanan DEMİR ESASLI TOZ METAL PARÇALARIN SİNTERLEME İLE BİRLEŞTİRİLMESİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Nuri DURLU

Tez Danışmanı

Tez Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Ömer Saatçioğlu

Üye : Doç. Dr. Nuri Durlu

Üye : Doç. Dr. Necip Camuşçu

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Emre AVŞAR

Üniversitesi	: TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi
Enstitüsü	: Fen Bilimleri
Anabilim Dalı	: Makine Mühendisliği
Tez Danışmanı	: Doç. Dr. Nuri DURLU
Tez Türü ve Tarihi	: Yüksek Lisans – Kasım 2009

Emre AVŞAR

DEMİR ESASLI TOZ METAL PARÇALARIN SİNTERLEME İLE BİRLEŞTİLMESİ

ÖZET

Karmaşık şekilli toz metal parçaların imalatında çeşitli birleştirme işlemleri kullanılmaktadır. Sinterleme ile birleştirme işlemi, kaynak ve sert lehimleme gibi diğer birleştirme işlemlerine kıyasla daha düşük maliyetli bir işlemdir. Bu çalışmada sanayide kullanılan ve demir esaslı üç parçadan (pul-tıpa-gövde) oluşan bir bağlantı elemanının ham halde mekanik geçme sonrası sinterlenerek birleştirilmesi incelenmiştir. Bileşimleri Fe-0.6P (pul), Fe-0.6P-3Cu-0.4C (tıpa) ve Fe-0.6P-2Cu (gövde) olan toz metal parçalar, 600 MPa basınç altında preslendikten sonra, indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı ve endogaz ortamında 1120°C'de 45 dakika süre ile sinterlenmiş, ve mekanik özellikleri belirlenmiştir. Ham halde ve önsinterlenmis halde bulunan orijinal üçlü parçaların aynı şartlarda sinterleme ile birleştirilmesi sonrasında pul-tıpa ve gövde-tıpa arasında oluşan bağ dayanımları ölçülmüştür. Pul-tıpa ve gövde-tıpa arasında oluşan bağ dayanımlarının mekanik geçme aralığına göre değişimini belirlemek amacı ile burç-pelet geometrisi seçilerek, aynı şartlarda preslenen ve ham halde sinterleme ile birleştirilen numunelerin bağ dayanımları ölçülmüştür. Farklı mekanik geçme aralıklarında ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet numunelerin arayüzeyleri optik ve taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda ham halde sinterleme ile birlestirilen numunelerin +10 mikron ve -25 mikron mekanik gecme aralığında yeterli bağ dayanımı sağladığı, pul-tıpa-gövde üçlü parçasının ham halde mekanik geçme sonrası tek bir sinterleme ile birleştirilebileceği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Birleştirme işlemleri, sinterleme, sinterleme ile birleştirme, bağ dayanımı, arayüzey, mekanik özellikler.

University	: TOBB Economics and Technology University
Institute	: Institute of Natural and Applied Sciences
Science Programme	: Mechanical Engineering
Supervisor	: Associate Professor Dr. Nuri DURLU
Degree Awarded and Date	: M.Sc. – November 2009

Emre AVŞAR

JOINING OF IRON BASE POWDER METAL PARTS BY SINTERING

ABSTRACT

Joining processes are very important to produce complex shape parts in powder metallurgy. Joining with sintering is a low-cost process in comparison to other joining processes such as welding and brazing. In this study, joining with sintering of a three part (flake-plug-body) assembly was examined. Powder samples with the composition Fe-0.6P (flake), Fe-0.6P-3Cu-0.4C (plug) and Fe-0.6P-2Cu (body) were pressed under a pressure of 600 MPa, sintered at 1120°C for 45 minutes under a reducing $(\%90N_2+\%10H_2)$ gas mixture and endogas atmosphere, and their mechanical properties were measured. Original 3 part assemblies in the green state and in pre-sintered condition were sintered under the same conditions, and the bonding strength between flake-plug and body-plug was measured. In order to determine the effect of mechanical fit clearence on bonding strength of flake-plug and body-plug parts, ring-pellet green samples were prepared and sintered under the same conditions. The interface of ring-pellet samples was examined with optical and scanning electron microscopy. The study show that green parts joined with sintering give sufficient bonding strength in a mechanical fit clerance range of +10 microns to -25 microns and the sintering process can be used in joining of flake-plug-body parts.

Key Words: Joining processes, sintering, joining with sintering, bond strength, interface, mechanical properties.

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca değerli yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren hocam ve danışmanım **Doç. Dr. Nuri DURLU**'ya, projenin oluşumu ve hayata geçirilmesinde büyük emekleri bulunan rahmetli hocam **Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ**'a yine deneysel çalışmalar sırasında birçok öneri ve yardımlarıyla tez çalışmasına olumlu katkıları bulunan Tozmetal San. ve Tic. A.Ş. Genel Müdürü Sayın **Hüsnü** ÖZDURAL'a, Kalite Kontrol Müdürü Sayın **Cengiz BOZACI**'ya ve Üretim Müdürü Sayın **Aytaç ATAŞ**'a teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca **Demir Esaslı Toz Metal Parçaların Sinterleme ile Birleştirilmesi** isimli bu çalışmayı **00253.STZ.2008-1** numaralı projesiyle maddi olarak destekleyen **SANAYİ ve TİCARET BAKANLIĞINA** teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	Х
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
KISALTMALAR	xiv
SEMBOL LİSTESİ	XV
BÖLÜM 1	1
1. GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	4
2. TOZ METALURJİSİ	4
2.1. Toz Üretim Yöntemleri	6
2.1.1. Kimyasal Yöntemler	6
2.1.2. Atomizasyon Yöntemleri	6
2.2. Tozların Preslenmesi	8
2.3. Tozların Sinterlenmesi	9
2.3.1. Sıvı Fazlı Sinterleme	11
2.3.1.1. Sıvı Fazlı Sinterlemede Görülen Boyutsal Değişimler	14
2.4. Demir Esaslı Toz Alaşımları	15
2.4.1. Fe-C Alaşımı	15
2.4.2. Fe-Cu Alaşımı	16
2.4.3. Fe-P Alaşımı	18
2.4.4. Fe-Cu-C Alaşımı	19

2.4.5. Fe-C-P Alaşımı	23
2.4.6. Fe-Cu-P ve Fe-Cu-P-C Alaşımları	26
2.5. Demir Esaslı Toz Alaşımlarının Mekanik Özellikleri	29
2.6. Toz Metal Parçaların Birleştirilmesi	30
2.6.1. Yayınım ve Sinterleme ile Birleştirme	31
BÖLÜM 3	36
3. DENEYSEL YÖNTEM	36
3.1. Toz Alaşım Sistemleri ve Fiziksel Özellikleri	36
3.2. Toz Karışımlarının ve Deney Numunelerinin Hazırlanması	38
3.3. Toz Alaşımlarının Sinterlenmesi	40
3.4. Toz Alaşımlarının Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi	42
3.4.1. Ham ve Sinterlenmiş Numunelerin Dayanım Ölçümleri	42
3.4.2. Sertlik Ölçümleri	43
3.4.3. Bağ Dayanımı Ölçümleri	43
3.5. Toz Alaşımlarının Mikroyapı İncelemeleri	46
BÖLÜM 4	47
4. DENEYSEL SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME	47
4.1. Ham Dayanım Ölçümleri	47
4.2. Sinterlenmiş Dayanım Ölçümleri	49
4.3. Sertlik Ölçümleri	50
4.4. Bağ Dayanımı Ölçümleri	51
4.5. Mikroyapı İncelemeleri	58
4.5.1. Optik Mikroskop İncelemeleri	58
4.4.2. Taramalı Elektron Mikroskop İncelemeleri	63

4.5.3.Arayüzey Sertlik Dağılımları	65
BÖLÜM 5	71
5. SONUÇLAR	71
KAYNAKLAR	73
ĎZGEÇMİŞ	76

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1.1. Parça geometrileri ve bunlara ait kimyasal bileşimler.	36
Çizelge 3.1.2. Parça alaşım sistemlerinin akış hızları ve yoğunlukları.	37
Çizelge 3.1.3. Pul, tıpa ve gövde ait alaşım tozlarının boyut dağılımları.	38
Çizelge 3.3. Toz metal parçalar ve kullanım amaçları.	41
Çizelge 4.2. Çapraz kırılma dayanım değerleri.	49
Çizelge 4.3. Pelet numunelerin sertlik değerleri.	51
Çizelge 4.4.1. Ham halde ve sinterleme sonrası birleştirilen pul-tıpa ve gövde- parçalarının bağ dayanımları (N ₂ +H ₂ , 1120°C, 45 dk). Çizelge 4.4.2. Ham halde ve sinterleme sonrası birleştirilen pul-tıpa ve gövde-	tıpa 52 tıpa
parçalarının bağ dayanımları (Endogaz,1120°C, 45 dk).	53
Çizelge 4.4.3. Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet bağ daya	ınımları
(%90N ₂ +%10H ₂ , 1120°C, 45 dakika)	54
Çizelge 4.4.4. Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet bağ daya	ınımları
(Endogaz, 1120°C, 45 dakika)	56

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Elektrik panolarında kullanılan üçlü toz metal parça	2
Şekil 2.1.1. Toz metalurjisi işlem basamakları.	4
Şekil 2.1.2. Toz metal parça kullanımının sektörel dağılımı.	5
Şekil 2.1.3. Su atomizasyon yöntemi ve aşamaları.	7
Şekil 2.1.4. Gaz atomizasyon (a) ve savurmalı atomizasyon (b) yöntemleri	8
Şekil 2.2.1. Tek ve çift yönlü presleme çeşitleri.	9
Şekil 2.3.1. Sinterleme fırınının bölgeleri.	10
Şekil 2.3.2. Sıvı fazlı sinterlemenin aşamaları.	12
Şekil 2.3.3. Çözünürlük oranının boyutsal değişime etkisi.	14
Şekil 2.4.1. Fe-C toz metal parçalarının dilatometrik eğrileri.	15
Şekil 2.4.2. Fe-Cu alaşımlarının (a) dilatometrik eğrileri (b) bunların kaynakl	arı. 17
Şekil 2.4.3. Fe-P alaşımında tane sınırından boyunlara doğru atom akışı.	18
Şekil 2.4.4. Artan P ve sinterleme sıcaklıklarının boyutsal davranışlara etkisi.	19
Şekil 2.4.5. Fe-Cu ve Fe-Cu-C alaşımlı parçaların boyut değişimleri.	20
Şekil 2.4.6. Karbonun bakır çözünmesi üzerindeki etkileri.	21
Şekil 2.4.7. Fe-Cu alaşımının boyutsal değişimine C etkisi.	22
Şekil 2.4.8. Karbonun iki-düzlemli açı değerine etkisi.	23
Şekil 2.4.9. Fe-C-P alaşımının boyutsal davranışları.	24
Şekil 2.4.10. Artan fosfor miktarının α -fazına etkileri.	24
Şekil 2.4.11. Fe-C-P alaşımının iki farklı sinterleme mekanizması.	25
Şekil 2.4.12. Fe-P toz alaşımlarına Cu eklentisinin yoğunluk ve boyutsal deği	şimlere
etkisi.	27

Şekil 2.4.13. Fe-Cu-P ve Fe-Cu-P-C alaşımlarının sinterleme mekanizmaları.	28
Şekil 2.4.14. Fe-Cu-P alaşımının boyutsal değişimine C etkisi	28
Şekil 2.6.1. Yayınım ile birleştirme mekanizmaları.	32
Şekil 2.6.2. Arayüzeydeki boşlukların tane sınır yayınımı neticesindeki değişimi.	32
Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobu ile incelenen tozların morfoloji	ileri
(a) pul alaşımı (b) tıpa alaşımı (c) gövde alaşımı.	39
Şekil 3.3. Sinterleme işlemlerinde kullanılan deney düzeneği.	40
Şekil 3.4.1: Üç nokta eğme test düzeneği ve numune boyutları.	42
Şekil 3.4.2. Ham ve ön-sinterlenmiş halde pul-tıpa-gövde parçalarının boyutları.	44
Şekil 3.4.3. Burç-pelet parçaların sinterleme ile birleştirme aşamaları.	45
Şekil 3.4.4. Merkezleme kalıbı.	46
Şelil 4.1. Presleme basıncının ham dayanıma etkileri	48
Şekil 4.5.1. İndirgeyici gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç1-p	elet
arayuzey optik mikroskop gorumulen (a) ± 20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron.	
şekil 4.5.2. İndirgeyici gaz karişimi altında sinterleme ile birleştirilen burç2-p arayüzey optik mikroskop görüntüleri (a)+20 mikron (b)0 mikron (c)-25 mikron.	60
Şekil 4.5.3. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç1-pelet arayüzey o mikroskop görüntüleri (a)+20 mikron (b)+5 mikron (c)-25 mikron.	ptik 61
Şekil 4.5.4. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç2-pelet arayüzey o mikroskop görüntüleri (a)+20 mikron (b)+5 mikron (c)-25 mikron.	ptik 62
Şekil 4.5.5. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen (a) +5 mikron burç1-p	elet
(b) +5 mikron burç 2-pelet arayüzey TEM görüntüleri	63
Şekil 4.5.6. Yayınım neticesinde oluşan mikroyapılar (a) demir tane sınırlarına b	akır
yayınımı ve (b) arayüzeyde ötektik oluşumu (+5 mikron burç1-pelet,endogaz)	64
Şekil 4.5.7. Sinterleme ile birleştirilen (a) burç1-pelet (b) burç2-pelet parçalar	11111
arayüzey EDS analizleri.	65

xii

Şekil 4.5.8. İndirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç 1-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron. 67

Şekil 4.5.9. İndirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç 2-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron. 68

Şekil 4.5.10. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç 1-pelet arayüzey sertlikdağılımları (a) +20 mikron (b) +5 mikron (c) -25 mikron.69

Şekil 4.5.11. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç 2-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) +5 mikron (c) -25 mikron. 70

KISALTMALAR

Kısaltmalar Açıklama

T/M	Toz Metalurjisi
HRB	Rockwell-B Ölçüsündeki Sertlik Birimi
HV	Vickers Ölçüsündeki Sertlik Birimi
TEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	Enerji Dağılım Spektroskopisi
Р	Fosfor
Cu	Bakır
С	Karbon
Fe	Demir

SEMBOL LİSTESİ

Bu çalışmada kullanılmış olan simgeler açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
α-Fe	Hacim merkez kübik kristal yapılı ferrit fazı
γ-Fe	Yüzey merkez kübik kristal yapılı östenit fazı
μm	Mikrometre
σ	Dayanım değerleri
Р	Çatlakların oluşmaya başladığı en yüksek yük sınırı
D	Numune çapı
t	Numune kalınlığı
W	Numune boyu
L	Numuneyi tutan iki destek arasındaki mesafe
A _k	Kesit alam

BÖLÜM 1

1. GİRİŞ

Toz metalurjisi, modern bir imalat teknolojisidir. Toz metalurjisinin en geniş kullanım alanı otomotiv sanayisidir. Özellikle, dişli takımları, piston kolu ve mil yataklarının üretiminde demir esaslı tozlar yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra, titanyum karbür ve tungsten karbür esaslı sert metallerin üretiminde, uçak fren balatası ve kendinden yağlamalı yatakların yapımında da toz metalurjisi teknikleri kullanılmaktadır.

Toz metalurjisi metal tozlarının üretilmesi ile başlar. Daha sonraki aşamada bu tozlar belirli bir basınç altında kalıp içinde preslenir. Presleme sonrası ham haldeki toz metal parçalar sinterleme fırınlarına yerleştirilir. Sinterleme işleminden sonra genellikle nihai parça üretimi tamamlanmış olur. Fakat, bazı durumlarda talaşlı imalat, ısıl işlem ve birleştirme gibi ikincil işlemlere de gerek duyulabilir.

Toz metal parçaların birleştirilmesi, karmaşık şekilli parçaların imalatı açısından oldukça önemlidir. Toz metal parçaların birleştirilmesi için üç temel yöntem bulunmaktadır. Bunlardan ilki kaynak tekniğidir. Toz metal parçalarda gözeneklerin bulunması, kaynak kabiliyetini olumsuz yönde etkiler. Gözenek miktarı ve dağılımı, kaynak sırasında ısıl iletkenlik, ısıl genleşme ve sertlik gibi özellikleri etkiler. Ayrıca kaynak esnasında, gözenekler ısı yalıtımı yaparak ısı aktarımını yavaşlatırlar. Isı tesiri altındaki bölgede, sertlik değerlerinde ani bir artış olur ve bu da kaynak bölgesinde çatlak riskini artırır. Toz metal parçaları birleştirmek için kullanılan diğer bir yöntem ise lehimlemedir. Lehimleme işleminde düşük yoğunluklu toz metal parçalarda yoğunluğu artırmak için, bakır emdirme işlemi veya iki defa presleme ve sinterleme döngüsü uygulanır. Bu işlemlerin getireceği ek maliyet, lehimleme işlemini ekonomik olmaktan uzaklaştırır [1]. Kaynak ve lehimleme işlemlerinin maliyetlerinin yüksek olması nedeni ile, toz metal parçaların sinterleme ile birleştirilmesi üzerine çalışmalar son zamanlarda hız kazanmıştır. Bu yöntemdeki amaç, düşük maliyet ile karmaşık şekilli parçaların imal edilmesidir.

Demir esaslı toz metal parçalar otomotiv sektörünün yanı sıra diğer sektörlerde de kullanılabilir. Buna örnek olarak Şekil 1.1'de Siemens'in elektrik panolarında kullanılan üçlü pul, tıpa ve gövde parçaları verilmiştir. Parçalar ilk olarak 600 MPa basınç altında preslendikten sonra 1120°C'de endogaz ortamında 45 dakika süre ile ön-sinterlenmiştir. Daha sonra bu parçalar mekanik geçme sonrası ikinci bir sinterleme işlemi ile birleştirilerek üretilmişlerdir. Bu çalışmanın amacı ham halde sinterleme ile birleştirme tekniğini kullanarak, parçaların üretim maliyetlerini en aza indirmektir. Bu şekilde parçaların mekanik geçme öncesi ön-sinterleme işlemlerinin ortadan kaldırılması ve üretim sürecinin daha hızlı ve daha ekonomik olması sağlanacaktır.



Şekil 1.1 Elektrik panolarında kullanılan üçlü toz metal parça.

Bu çalışmada ilk olarak, pul, tıpa ve gövde parçalarının alaşımlarından çubuk ve pelet numuneler hazırlanmış ve daha sonra bu numunelerin ham ve sinterlenmiş haldeki mekanik özellikleri ölçülmüştür. Bunu takiben numuneler iki farklı yöntem ile üretilmiştir. İlk yöntem de, Tozmetal firmasının pul, tıpa ve gövde parçalarının mevcut üretim yöntemi ile aynı olan ve parçaların ön-sinterlenerek, mekanik geçme sonrası ikinci bir sinterleme ile birleştirilerek üretimi esas alınmıştır. İkinci yöntem de ise, projenin amacı olan ve parçaların ham halde mekanik geçme sonrası tek bir

sinterleme ile birleştirilerek üretilmesi üzerinde durulmuştur. Her iki yöntemle üretilen numunelerin bağ dayanım değerleri ölçülerek birbirleri ile kıyaslanmıştır.

Yapılan çalışmalar sonucunda, ham halde mekanik geçirilen, pul, tıpa ve gövde parçalarının sinterleme ile birleştirilmesi sonucunda istenilen bağ dayanım değerlerine ulaşılmıştır.

BÖLÜM 2

2. TOZ METALURJÍSÍ

Toz metalurjisi, net şekle yakın ve seri üretime uygun bir imalat yöntemidir. Toz metalurjisinin Şekil 2.1.1'de verilen akış şeması incelendiğinde ilk olarak metal tozlarının üretildiği görülmektedir. Daha sonra tozlar çeşitli yağlayıcı ve bağlayıcılar ile karıştırılır. Yağlayıcıların görevi presleme sırasında sürtünmeyi azaltarak kalıp ömrünü uzatmak ve parçanın kalıpdan daha rahat bir şekilde çıkarılmasını sağlamaktır. Bağlayıcılar ise kütlenin ham dayanımını artırmak için kullanılır. Karıştırma işlemden sonra metal tozları kalıp içersine dökülerek preslenir ve sinterleme fırınına gönderilir. Sinterleme işlemi, preslenen toz metal ham parçanın, ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta ısıtılıp, toz parçacıkların arasında sıkı bir bağ oluşturma işlemidir [2]. Sinterleme sonrası genellikle parça imalatı tamamlanmış olmaktadır. Fakat bazı durumlarda sinterleme sonrası talaşlı imalat, ısıl işlem ve birleştirme gibi ikincil işlemlere de gerek duyulabilir.



Şekil 2.1.1. Toz metalurjisi işlem basamakları [2].

Dünyada demir esaslı toz metalurjisi 1940'lı yıllarda gelişmeye başlamıştır. Şekil 2.1.2'de toz metal parça kullanımının sektörlere göre dağılımı gösterilmiştir. Bu dağılımdaki en büyük payı %69 ile otomotiv sektörü almaktadır. Bir arabada ortalama 15 kg. toz kullanılmaktadır [2]. Bu nedenle otomotiv sektöründeki büyüme toz metal sektörünü de doğrudan geliştirmektedir.



Şekil 2.1.2. Toz metal parça kullanımının sektörel dağılımı [2].

Dünyada yılda yaklaşık olarak 1.5 milyon ton toz metal parça üretilmektedir ve bunların toplam ticari değeri yaklaşık olarak 30 milyar dolardır. Toz metal parçaların %70'i demir ve çelik tozundan üretilmektedir. Demir-çelik tozlarını sırasıyla alüminyum ve alaşımları, çinko, bakır ve alaşımları, kalay-kurşun ve gümüş alaşım tozları takip etmektedir [2,3].

Türkiye'deki toz metal sektörünün 2002 yılındaki parça üretimi 3.000 ton olarak tahmin edilmiştir. Bu değerin %90'ını demir esaslı toz metal parçalar geriye kalan %10'luk kısmını ise bronz burçlar oluşturmaktadır. 2006 yılındaki, yıllık üretim kapasitesi ise 10.000 tona çıkmıştır. Türkiye'deki toz metal sektörünün 2002'deki yıllık ticari değerinin yaklaşık 150 milyon dolar olduğu, 2006 yılında ise bu değerin 350 milyon doları aştığı tahmin edilmiştir [3,4].

2.1. Toz Üretim Yöntemleri

Temel olarak dört tane toz üretim yöntemi bulunmaktadır. Bunlar mekanik yöntemler, kimyasal yöntemler, elektroliz ve atomizasyon yöntemleridir [3]. Demir esaslı tozların üretiminde en çok atomizasyon teknikleri kullanılmaktadır.

2.1.1 Kimyasal Yöntemler

Metal tozlarının kimyasal yöntemler ile üretilmesinde, metal oksitlerin katı karbon veya gazlarla indirgenmesi en yaygın yöntemlerden biridir. Demir oksit cevherinin indirgenmesi ile sünger yapılı demir tozları elde edilir. Demir oksitin hidrojen gazı altında indirgenmesinin kimyasal tepkimesi aşağıda gösterilmiştir.

$$FeO(k) + H_2 \rightarrow Fe(k) + H_2O$$
(2.1)

Metal oksitlerinin, hidrojen gazı ile indirgenmesinde metallerin ergime sıcaklığının çok altında bir sıcaklık kullanılır. İşlem genellikle tüp fırınlarında gerçekleştirilir. Oksit tozlar tüp içerisinden geçirilirken aksi yönden hidrojen gaz akışı sağlanır [3].

Diğer bir kimyasal üretim tekniği olan, ısıl bozunma işleminde demir karbonilden Fe(CO₅) buhar bozunması ve yoğuşturulması sonucunda küçük parçacıklı demir tozları üretilebilir. Bu işlemde demir karbonil ile, karbonmonoksit eş zamanlı ısıtılarak ve basınç uygulanarak tepkimeye sokulur. Daha sonra karbonil molekülü soğutularak sıvı haline getirilir. Bu sıvı 200°C'nin üzerinde ısıtıldığı zaman buhar bozunması ile toz haline getirilir [2].

2.1.2 Atomizasyon Yöntemleri

Demir tozlarının su atomizasyon yöntemi ile üretilmesinde ergimiş metal su jetine maruz bırakılarak küçük damlacıklara parçalanır. Bu damlacıklar birbiri ile veya katı bir yüzey ile temasa geçmeden hızlıca soğutularak bir hazne altında toplanır. Şekil 2.1.3'de su atomizasyon işleminin aşamaları şematik olarak gösterilmiştir. Su atomizasyon yöntemi ile üretilen demir tozları düzensiz şekillidir. Bu yüzden, öğütme, eleme ve karıştırma işlemleri tozların sıkıştırılabilirlik özelliklerini artırmak için uygulanır. Ayrıca tavlama işlemi de, demir toz yüzeyindeki oksitin indirgemesi amacı ile yapılmaktadır. Su atomizasyon yöntemi ile üretilen tozların parçacık şekli düzensiz olup ortalama parçacık boyutu 150 µm. dolayındadır.



Şekil 2.1.3. Su atomizasyon yöntemi ve aşamaları [3].

Gaz atomizasyon tekniğinde ise, su yerine hava, azot, argon ve helyum gazı, ergiyik sıvı metali parçalamak için kullanılır. Tozların oksitlenmesinin önlenmesi amacı ile, tozlar asal gazlı bir ortamda üretilir. Bu sayede yüksek saflıkda ortalama toz boyutu 100 µm. olan küresel şekilli toz üretilir [3].

Savurmalı atomizasyon yönteminde, ergimiş metal dönen bir disk üzerine bırakılır. Merkezkaç kuvvetinin etkisi ile, ergimiş metal damlacıklar halinde fırlatılır ve bu parçacıklar soğuyarak katılaşır. Bu yöntemle üretilen tozlar küresel şekillidir ve tozların paketlenme yoğunluğu yüksektir. Şekil 2.1.4'de gaz ve savurmalı atomizasyon yöntemleri gösterilmiştir [3].



Şekil 2.1.4 Gaz atomizasyon (a) ve savurmalı atomizasyon (b) yöntemleri [3].

2.2. Tozların Preslenmesi

Metal tozlarının üretiminden sonra tozlar, yağlayıcılar ve bağlayıcılar ile homojen bir dağılım elde etmek üzere karışıtılırlar. Karışım içersine genellikle %0.5-%1.5 arasında yağlayıcı eklenir. Çinko streat ve parafin en çok kullanılan yağlayıcılardır. Yağlayıcı kullanımın amaçları arasında toz kütleleri ile kalıp duvarındaki sürtünmeyi azaltmak ve preslenmiş parçanın kalıpdan daha kolay çıkarılması yer alır [2].

Presleme işlemleri genellikle, çelik bir kalıp içerisinde 300-800 MPa arasında basınç uygulayarak gerçekleşir. Presleme sonrası ham parça kalıptan çıkacak yeterli bir dayanıma sahip olur. 800 MPa'lık sıkıştırma basıncı ile preslenen demir tozları 7.3 g/cm³ yoğunluğa (%93 teorik yoğunluk) ulaşabilirler [5].

Presleme işlemi genel olarak üç aşamada gerçekleşir. İlk aşamada metal tozları kalıp içersine dökülür. İkinci aşamada bu tozlar kalıp içersinde sıkıştırılır ve son aşamada ise, ham parça kalıpdan çıkarılır. Genelde tozların preslenmesinde tek ve çift yönlü olmak üzere iki tür kalıp kullanılır. Şekil 2.2.1'de sol tarafta gösterildiği gibi, tek yönlü preslemede tozun dolumu ve sıkıştırılması sırasında alt zımba sabit kalır ve sadece preslenen ham parçayı kalıpdan çıkartmak için hareket eder. Sağ tarafta gösterilen çift yönlü preslemede ise, alt ve üst zımba tozların sıkıştırılması esnasında hareket halindedir. Presleme, çift taraflı yapıldığı için daha düzenli bir yoğunluk dağılımı elde edilir.



Şekil 2.2.1. Tek ve çift yönlü presleme çeşitleri [2].

2.3. Tozların Sinterlenmesi

Presleme sonrası şekil verilen toz metal ham parçanın, ergime sıcaklığının yarısının üzerindeki bir sıcaklığa ısıtılarak toz parçacıklarının arasında sıkı bir bağ oluşturma işlemine sinterleme denir. Toz metalurjisinde iki tür sinterleme işlemi bulunmaktadır. Bunlardan ilki, tek bileşenli sistemlerde, sinterleme sıcaklığının, tozların ergime sıcaklığının altında olduğu katı hal sinterlemesidir. Katı hal sinterlemesinde atom yayınımları etkindir. Diğer taraftan, çok bileşenli sistemlerde, sinterleme sıcaklığı, bileşenlerden en az birinin ergime sıcaklığının üzerinde olabilir. Böyle bir durumda sıvı fazın oluşması ile sıvı fazlı sinterleme görülür. Sıvı fazlı sinterleme sırasında, sıvı bir faz, katı bir toz kümesi ile aynı anda bulunur. Genellikle bu sıvı faz, parçacıklar arası bağ oluşumunu artırır [6].

Demir esaslı alaşım tozları için en uygun sinterleme sıcaklığı 1100-1150°C arasındadır. Sinterleme fırının kesit halindeki bölgeleri Şekil 2.3.1'de gösterilmiştir. Üç aşamadan oluşan bu sinterleme fırınının ön ısıtma bölgesinde, yağlayıcılar ve bağlayıcılar sistemden uzaklaştırılır. Ham parçalar sıcak bölgeye gelmeden önce, demir oksitin hidrojen gazı ile indirgenmesi gerekmektedir. Oksit indirgenmesinden sonra sıcak bölgede karbon yayınımı başlar ve tozlar arasında bağlar oluşur. Sıcak bölgede 1050-1150°C arasında alaşım tozlarının yayınımı görülür. Sinterlenmiş parçalar fırının soğuma bölgesine gelince koruyucu atmosfer içerisinde soğutulur. Özellikle 850°C-550°C sıcaklıklar arasındaki soğutma hızı malzeme içerisindeki faz dönüşümlerinden dolayı mekanik özellikleri etkiler. Demir esaslı tozlarda, bakır genleşmeye neden olurken, karbon ve fosfor miktarı genleşme miktarını dengeler.



Zaman / Konum .

Şekil 2.3.1. Sinterleme fırınının bölgeleri [2].

Demir esaslı tozların sinterlemesinde endogaz ve oksit indirgeyici atmosferlerinin kullanılması yaygındır. Sinterleme atmosferi içinde bulunan H₂ ve CO gazları, toz metal parçaların sinterlenmesi sırasında oksit tabakasının oluşumunu engeller. Bu gazlar sinterleme sırasında oksijen ile tepkimeye girer. Tepkime sonrası oksijen, su buharı yada karbondioksite dönüşerek sistemden uzaklaştırılır. CO gazı aynı zamanda, sinterleme sırasında yayınarak azalan karbon miktarını dengelemek için kullanılabilir. Oksit indirgenmesi ve karbürlenmenin oluşumu aşağıda gösterilmiştir.

$$FeO (k) + H_2(g) \rightarrow Fe (k) + H_2O (g)$$
(2.2)

$$FeO (k) + CO (g) \rightarrow Fe (k) + CO_2 (g)$$
(2.3)

$$3 \operatorname{Fe}(k) + 2 \operatorname{CO}(g) \rightarrow \operatorname{Fe}_3 C(k) + \operatorname{CO}_2(g)$$
 (2.4)

Endogaz ve indirgeyici atmosferler birbiri ile kıyaslandığı zaman bazı farklılıklar görülebilir. Endogaz atmosferi doğal gaz ve havanın tepkimeye girmesi ile oluşur. Bu tepkimenin sonucunda açığa çıkan CO gazı sinterlenen numunelerde sementit fazının oluşumunu sağlamaktadır. Bu durumda endogaz atmosferi altında sinterlenen demir esaslı toz metal parçaların çekme dayanımı ve sertlik gibi mekanik özellikleri, indirgeyici atmosferde sinterlenen parçalara oranla %10 daha yüksek çıkmaktadır [7,8].

2.3.1. Sıvı Fazlı Sinterleme

Demir esaslı tozların sinterlenmesinde sıvı fazlı sinterleme işlemi yaygın olarak kullanılır. Sıvı fazlı sinterlemede, sıvı bir faz sinterleme sıcaklığında katı bir faz ile birlikte bulunur. Sıvı fazlı sinterleme sırasında, sıvı fazı elde etmenin iki yolu vardır. Bunlardan ilki, farklı kimyasal bileşimdeki tozları kullanarak bunların ergime sıcaklık farklılığından yararlanmak, diğeri ise ön-alaşımlandırılmış toz kullanarak bunları katıgen ve sıvıgen eğrileri arasında ısıtmaktır. Sonuçta oluşan katı ve sıvı fazların karışımı süper-katıgen sinterlenmesine sebep olur [9].

Sıvı fazlı sinterlemenin üç aşaması Şekil 2.3.2'de gösterilmiştir. İlk aşamada, karışım tozları sıvının oluştuğu sıcaklığa kadar ısıtılır. Sıvı oluşumu ile taneler yeniden düzenlenerek hızlı bir yoğunluk artışı olur. Oluşan sıvı katıyı ıslatarak, önceden oluşan katı bağları çözer ve yeniden düzenlenmeyi sağlar.

Çözelti-tekrar çökelme olarak bilinen ikinci aşamada, küçük taneler sıvı içersinde çözünerek, daha büyük tanelerin üzerine çökelir. Zamanla tane sayısı azalırken tane boyutu artar.

Sıvı fazlı sinterlemenin son aşaması, katı hal kontrollü sinterlemedir. Katı iskelet yapısının varlığı ile yoğunlaşma bu aşamada yavaştır. Genel olarak bu aşamada gözeneklerin giderilmesi, tane boyut artışı ve tane temas büyümesi görülür.



Toz Karışımı

Şekil 2.3.2. Sıvı fazlı sinterlemenin aşamaları [9].

Sıvı fazlı sinterleme sırasında, sinterleme sıcaklığında, mikroyapı sıvı faz içersindeki katı tanelerden oluşmaktadır. Bu süreçde yoğunlaşmanın ön plana çıkabilmesi için, sıvı fazın hem kılcal kuvvetleri oluşturması hem de kütle taşıyıcı özelliğinin bulunması gerekmektedir. Sıvı fazın bu özellikleri barındırması, tanelerin bağ oluşturması açısından önemlidir. Sıvı fazın oluşumu ile beraber kılcal basıncın etkisi ile parçacıkların yeniden düzenlenmesi görülmektedir. Başarılı bir sıvı fazlı sinterleme için iki düzlemli açı değerinin de düşük olması istenmektedir. İki düzlemli açı değerleri, sistemin katı-sıvı arayüzey enerjisinin düşük olduğu durumlarda geçerlidir. Bu durum, katı-katı temas bölgelerine sıvı akışını daha kolay sağlamaktadır [10,11].

Sıvı fazlı sinterlemede, yoğunlaşma ve tane düzenlenmesi kılcal kuvvetlere bağlıdır. Sıvı fazlı sinterlemenin ilk aşamasında, taneler arasındaki katı bağlar sıvı akışına karşı koyar ve yoğunlaşmayı engeller. Yeniden düzenlenme aşamasındaki yoğunlaşma, kılcal kuvvetlerin, katı bağ dayanımından büyük olduğu durumlarda görülür. Parçacıklar arası kılcal kuvvetlerin etkisi ile, sıvı faz, kütle taşınımını ve sinterleme yoğunluğunu arttırır. Kılcal kuvvetler, tanelerin yeniden düzenlenmesine, yoğunlaşmaya ve temas bölgelerinin düzleşmesine neden olurlar. Ayrıca kılcal kuvvetlerin etkisi ile, parçacık temas bölgelerinde baskı oluşur. Oluşan bu baskı neticesinde sıkıştırılmış tozların tokluğu kontrol altına alınır. Büyük kılcal kuvvetler, taneleri birbirine doğru çekerek yoğunlaşmaya katkıda bulunur. Yoğunlaşmanın oluşumu ile birlikte kılcal kuvvetler azalır ve tam yoğunluğa yaklaşırken sıfırlanır. Bu durumda sıkıştırılmış tozların dayanımı, sıvı akışından sonra oluşan katı bağlanmaya bağlıdır [12].

Sinterleme sırasında sıvı faz oluşumu, parçacıklar arası kılcal kuvvetlerin etkisi ile yoğunluk artışını hızlandırabilir. Islatıcı sıvı katı tane sınırlarına yayınarak bağ oluşumuna yardımcı olur. Eğer yapı içersindeki sıvı faz miktarı az ise veya katı taneleri sıvı tarafından ıslatılamıyor ise, bağ oluşumu katı hal sinterlenmesinin neticesinde gerçekleşir. Toz parçacıklarının sıvı tarafından bütünü ile ıslatılabildiği durumlarda tam yoğunluğa ulaşmak mümkündür [13].

2.3.1.1. Sıvı Fazlı Sinterlemede Görülen Boyutsal Değişimler

Sıvı içersinde katı çözünürlüğü, başarılı bir sıvı fazlı sinterleme için gerekli şarttır. Bu çözünürlük, çözülme-tekrar çökelme aşamasına imkan tanıyarak, tanelerin daha sıkı paketlenmesini sağlar ve sinterleme yoğunluğunu yükseltir. Diğer taraftan katı içersindeki, sıvı çözünürlülüğü sonucunda, sıvının katı tane sınırlarına yayınımı neticesinde hacimsel genleşme görülür. Çözünürlük oranı, sıvı içersindeki katı çözünmesinin, katı içersindeki sıvı çözünmesine oranıdır. Çözünürlük oranının, boyutsal davranışlar üzerine etkisi Şekil 2.3.3'de gösterilmiştir.



Şekil 2.3.3. Çözünürlük oranının boyutsal değişime etkisi [2].

Sıvının, katı içersinde çözünemediği durumlarda, yani çözünürlük oranının 1'den az olduğu şartlarda, sıvı faz önceki konumlarında büyük kararlı gözenekler bırakarak, tane sınırına doğru yayınmaktadır. Bu durum hacimsel genleşmeye neden olmaktadır. Diğer taraftan, sıvının katı içersinde çözündüğü durumlarda, tanelerin daha sıkı paketlenmesi neticesinde hacimsel çekme görülmektedir.

2.4. Demir Esaslı Toz Alaşımları

Bu bölümde, deneysel çalışmalarda kullanılan demir esaslı toz metal parçaların alaşımlarında bulunan Fe, C, Cu ve P elementlerinden oluşan alaşımların sinterleme davranışları ve sinterleme esnasındaki boyutsal değişimleri incelenecektir.

2.4.1. Fe-C Alaşımı

Demir-karbon toz metal alaşımlarında sinterleme sırasında hacimsel çekmeler gözlenmiştir. Konuya ilişkin yapılan bir çalışmada Fe-C alaşımlı toz metal parçanın sinterleme sırasındaki dilatometrik eğrileri Şekil 2.4.1'de gösterilmiştir. Farklı oranlarda C içeren tüm numunelerde 700°C'ye kadar hacimsel çekme gözlenmiş ve hacimsel çekme miktarı 700°C'den 900°C'ye kadar artış göstererek devam etmiştir. α-Fe Hacimsel çekme miktarındaki artış içersine yayınan karbondan kaynaklanmaktadır [14,15]. 900°C'nin üzerinde $\alpha \rightarrow \gamma$ faz dönüşümü sırasında ise az miktarda hacimsel genleşme görülmektedir. Sinterleme sonrası hacimsel çekme miktarı C oranına bağlı olarak %0.6-%1 arasında ölçülmüştür.



Şekil 2.4.1. Fe-C toz metal parçalarının dilatometrik eğrileri [17].

2.4.2. Fe-Cu Alaşımı

Fe-Cu alaşımının sinterlenmesi sırasında, bakırın erimesi ile beraber ani boyut artışının kaynağı, demir içersine bakırın yayınmasıdır. Bu yayınma özellikle tane sınırlarında belirgindir. Bakır yayınımının daha çok tane sınırlarında görülmesinde, arayüzeylerin ani genişlemesi sonucunda oluşan gözeneklerin etkisi bulunmaktadır. Bunun yanı sıra, sıvı faz sinterlemesinin 2. aşaması olan çözülme-çökelme mekanizmasınında boyutsal genleşmeye katkı sağladığı bilinmektedir. Tane sınırlarına, ergiyik sıvının yayınması sonucunda boyutsal genleşme görülmektedir [18]. Fe-Cu alaşımında en yüksek boyut artışına %8 Cu eklentisi ile ulaşılmıştır.

Fe-Cu alaşımının dilatometrik eğrileri incelendiği zaman artan Cu oranı ile beraber hacimsel genleşme miktarınında arttığı görülmüştür. Yapılan ölçümlerde Fe-Cu alaşım sisteminin 900°C'ye kadar genleştiği görülmüştür. 900°C ise $\alpha \rightarrow \gamma$ faz değişimi neticesinde, bakırın demir içersindeki çözünürlüğü artarak küçük bir oranda hacimsel çekme görülmüştür. 1000°C'nin yukarsında ise hacimsel genleşme devam etmiştir. Şekil 2.4.2'de gösterildiği üzere, dilatometrik eğrilerin oluşmasında 5 ana etken belirlenmiştir. Bu etkenler; tane sınırına sıvı nüfuziyeti ve bakırın demire yayınması sonucundaki genleşme, yeniden düzenlenme aşaması, topaklanma ve sıvı fazlı sinterlemenin üçüncü aşaması olan katı hal sinterlemesinin sonucundaki çekmeler olarak belirlenmiştir [19].



Şekil 2.4.2.Fe-Cu alaşımlarının (a) dilatometrik eğrileri (b) bunların kaynakları [19].

2.4.3. Fe-P Alaşımı

Fe-P alaşımlarının sıvı fazlı sinterlenmesinde, boyutsal çekmelere neden olarak hacim yayınımı ve yüzey yayınımı gösterilebilir [2]. Bu iki tür yayınım sonucunda gözeneklerin yuvarlaklaşması Şekil 2.4.3'de şematik olarak gösterilmiştir. Şekilde ρ, tane boyun yarıçapını, a ve b tane boynuna doğru hacim ve yüzey yayınımını, c ve d ise tane sınırından hacim ve tane sınır yayınımını göstermektedir. Tane boyunlarına doğru hacim ve yüzey yayınmasının neticesinde iki küresel parçacık arasındaki merkezi mesafe azalmıştır. Bu yüzden Fe-P alaşımlarında tane sınırından, tane boynuna doğru atom akışının sonucunda hacimsel çekme görülmektedir.



Şekil 2.4.3. Fe-P alaşımında tane sınırından boyunlara doğru atom akışı [2].

Fe-P alaşımlarında, fosfor, geçici sıvı fazlı sinterlemenin hemen sonrasında demir parçacıkları içinde çözünerek α-fazını kararlaştırmaktadır.

Sinterlenmiş demir tozlarında boyutsal çekme miktarı, fosfor eklentisi ile beraber artış göstermektedir. Çekme oranı en yüksek değerine Fe-0.6P alaşımında ulaşmıştır. Şekil 2.4.4'de artan fosfor ve sinterleme sıcaklığının Fe-P alaşımı üzerindeki boyutsal davranışlara etkisi gösterilmiştir.



Şekil 2.4.4 Artan P ve sinterleme sıcaklıklarının boyutsal davranışlara etkisi [20].

Fe-P alaşımlarının sinterlenmesi sırasında 1050°C'de sıvı faz oluşumu başlamaktadır. Sıvı faz ne kadar uzun süre sistemde kalırsa, malzeme taşınımı o derece artar. Bu durum, boyutsal çekmeye sebebiyet verir. Fosforun demire yayınımı ile beraber, sıvı fazda kısa bir süre sonra tükenir. Saf demir için sıcaklık aralığı östenit bölgesinde olmasına rağmen, iç yapı bu durumda bütünü ile veya kısmi olarak ferrit fazından oluşur. Demirin öz yayınım değeri, ferrit fazında östenit fazına oranla 100 kat daha fazla olduğundan sinterlenme miktarı saf demire veya östenit fazına kıyasla daha hızlı artacaktır. Sinterlenme miktarındaki bu artış, yapı içersindeki gözeneklerin yuvarlaklaşmasına ve süneklik değerlerinin artışına sebep olacaktır [2].

2.4.4. Fe-Cu-C Alaşımı

Fe-Cu alaşımında, bakırın, demir tane sınırlarına yayınımı neticesinde, bakırın önceki konumlarında büyük kararlı gözeneklerin oluşması ve ergiyik bakırın, demir parçacıklarının tane sınırlarına nufüz ederek yaşanan boyutsal değişimleri önlemek için, Fe-Cu alaşımına C eklentisi oldukça yaygın bir uygulamadır. Artan karbon miktarı ile beraber iki düzlemli açı değerinin de artması, ergiyik bakırın demir tane sınırlarına nufüz etmesini engelleyerek tanelerin birbiri ile ayrışmasını önler [21]. Fe-Cu ve Fe-Cu-C alaşımlı tozların boyut değişimleri Şekil 2.4.5' de gösterilmiştir.



Şekil 2.4.5. Fe-Cu ve Fe-Cu-C alaşımlı tozların boyut değişimleri [15].

Fe-Cu-C alaşımı incelendiğinde, karbon miktarının artması ile beraber, genleşme miktarındaki artış büyük ölçüde azalmıştır. Bu konuda yapılan ilk çalışmada, artan karbon miktarının, demir içersine bakır yayınımını engellediği savunulmuştur. Majima çalışmasında, Fe-8Cu alaşımlarına farklı oranlarda C ekleyerek oluşan mikroyapıları kıyaslamıştır [22]. Karbon elementi bulunmayan Fe-Cu alaşımında, bakırın demir içersine tamamen yayındığı görülmüştür. Ancak karbon elementinin sisteme katılması ile beraber, demir içersinde yayınmamış Cu miktarı artış göstermiştir. Şekil 2.4.6'da C ilavesinin Fe-Cu alaşımına etkileri gösterilmiştir.



Şekil 2.4.6. Karbonun bakır çözünmesi üzerindeki etkileri [22].

Bu çalışmada, Fe-Cu alaşımına C eklentisinin sonuçları iki şekilde açıklanmıştır. Bunlardan ilki, artan karbon miktarı ile beraber bakırın demir içersindeki çözünürlüğünün azalmasıdır. Diğer bir yaklaşım ise, bakırın γ -demirdeki yayınım hızının, γ -demir içersindeki C miktarı ile ters orantılı olarak düşmesidir [22].

Daha sonraki yıllarda yapılan çalışmalarda, Fe-Cu alaşımlarında C eklentisinin daha farklı sonuçları araştırılmıştır. Jamil çalışmasında [23], Fe-Cu alaşımının, sıvı fazlı sinterleme modellemesini yapmıştır. Şekil 2.4.7'de gösterilen bu modellemede, bakırın demir tane sınırlarına yayınmasının üzerinde durulmuştur.


Şekil 2.4.7. Fe-Cu alaşımının boyutsal değişimine C etkisi [23].

Şekil 2.4.7'de verilen modelleme (1)'de bakırın, demir tane sınırına yayınımı doğrultusunda, önceki konumlarında gözenekler bırakarak hacimsel genleşmeye neden olduğu belirtilmiştir. Modelleme (2)'de ise tane sınırına bakır yayınımının engellenmesi iki düzlemli açının artmasına bağlanmıştır. İki düzlemli açı değerlerinin artması ile beraber demir tane sınırlarında azalma görülmüştür. Demir tane sınırlarının azalması ile beraber sinterleme sırasında ergiyen bakırın tane sınırlarına yayınımı sınırlandırılmıştır. Demir tane sınırlarına yayınamayan bakırın etkisi ile sinterleme sonrası hacimsel bir genleşme görülmemiştir [23]. Karbon eklentisi ile beraber artış gösteren iki düzlemli açı değerleri Şekil 2.4.8'de verilmiştir.



Şekil 2.4.8. Karbonun iki-düzlemli açı değerlerine etkisi [23].

2.4.5. Fe-C-P Alaşımı

Demir içersindeki fosfor ve karbon miktarının, sinterleme sonrası boyut değişimlerine etkisi, Şekil 2.4.9'da gösterilmiştir. Demir içersindeki %0.25-%0.7C ve %0.45-%0.8P aralığındaki tüm alaşımlarda hacimsel genleşme görülmüştür [16]. Fakat bu değişim oranı oldukça azdır. Karbon mevcudiyeti, fosfordan kaynaklanan çekmeleri dengelemiştir. Artan karbon miktarı, bütün fosfor oranlarında da geçerli olmak üzere, boyutsal genleşmeye neden olmuştur. Fakat düşük karbon oranlarında, fosfor miktarının artması ile boyutsal çekme görülmüştür.



Şekil 2.4.9. Fe-C-P alaşımının boyutsal davranışları [24].

Fe-C-P alaşımının mikroyapısı incelendiğinde ise fosforun, α -fazını kararlaştırıcı etkisi görülmektedir. Şekil 2.4.10'da karbon oranları sabit tutulan ve artan fosfor miktarı ile α -faz miktarının artış gösterdiği tespit edilmiştir. Karbon miktarındaki artış ise ferritin, perlit tane sınırlarına yerleşmesine yol açmıştır.



Şekil 2.4.10. Artan fosfor miktarının α-fazına etkileri [24].

Fe-P alaşımına, düşük karbon eklentisi ile toz metal parçaların boyutsal çekme, yüksek karbon eklentisi ile boyutsal genleşme göstermesi iki farklı sinterleme mekanizmasının bir sonucudur. Bu iki farklı sinterleme mekanizmaları şematik olarak Şekil 2.4.11'de gösterilmiştir.



Şekil 2.4.11 Fe-C-P alaşımının iki farklı sinterleme mekanizması [24].

Şekil 2.4.11 (a) tozların sıkıştırılmasından sonrasını temsil etmektedir. Fosfor ve grafit parçacıkları, demir parçacıkları ile yakın temas halindedir. Sinterleme sıcaklığına doğru yaklaştıkca, karbon yayınımı fosfordan daha önce başlar. Bu durum karbonun ara-yer, fosforun ise asal yer olarak demir kafesinde çözünmesi ile alakalıdır. $\alpha \rightarrow \gamma$ faz dönüşümü neticesinde, karbonca yoğun bölgelerde, östenit oluşumu gerçekleşmektedir (Şekil 2.4.11 (b)). Alaşım sisteminin son durumu iki farklı östenit yapısı ile ifade edilir (Şekil 2.4.11(c)). Bu noktada fosfor ve ana yapı, yayınım çifti meydana getirerek iki farklı dönüşüm oluşumunu hazırlarlar. Bu dönüşümler, fosforla temas halinde olan farklı östenit tiplerine bağlıdır [24].

$$\gamma$$
(karbonca az)+fosfor $\rightarrow \gamma$ (fosforca yoğun) $\rightarrow \alpha$ (fosforca yoğun) (2.5)

$$\gamma$$
 (karbonca yoğun) + fosfor \rightarrow sıvı (geçici) (2.6)

1. mekanizma da karbon oranı az tutulmuştur. Karbon oranı az tutulduğu zaman yapı içersinde fosforca yoğun α -fazı bulunmaktadır. Dolayısı ile 1. sinterleme mekanizmasının sonucunda boyutsal olarak çekmeler görülmektedir.

2. sinterleme mekanizmasının oluşumu için karbon ve fosfor miktarının fazla tutulması gerekmektedir. Bu sinterleme mekanizmasında yaklaşık 980°C'de geçici sıvı oluşumu başlar. Bu sıvı gözenekli yapıların birbirinden ayrılmasını sağlıyarak, gözenekleri küreselleştirir. Bu durum, sıvı fazlı sinterlemenin, çözülme-tekrar çökelme aşamasının bir kopyasıdır. Yapı içersindeki sıvı miktarı, artan fosfor miktarı ile beraber artış göstermektedir. Sıvı faz, gözenekli bölgelere ve tane sınırlarına yayınır ve daha sonra ana yapı içersinde yok olur. Fosfor yayınımının, karbona oranla daha az olması nedeni ile, taneler çevresinde fosforca yoğun östenit oluşumu gerçekleşir [25].

2.4.6. Fe-Cu-P ve Fe-Cu-P-C Alaşımları

Fe-Cu-P alaşımları, fosfor miktarına bağlı olarak hacimsel çekme ve bakır miktarına bağlı olarak hacimsel genleşme gösterir. Genellikle Fe-P alaşımına Cu eklentisi boyutsal çekme miktarını azaltmak için kullanılır. Cu ve P elementleri demirin hızlı bir şekilde sinterlenmesine yardımcı olur. Sinterleme sırasıdaki yoğunlaşmaya ek olarak, fosfor yapı içersinde katı çözelti oluşturarak, ferrit fazını kararlaştırır. Fosforun demire yayınabilirliği yapı içersinde iyi bir homojenlik sağlar. Bakır-fosfor eklentisi, demir üzerinde iyi bir ıslatabilirlik ve akış sergiler. Bu durum mekanik özelliklerin artmasını sağlar [26].

Fe-Cu-P alaşımlarının boyutsal davranışları Şekil 2.4.12'de incelendiğinde, %0'dan %4'e kadar olan bakır katkısının, sinterleme yoğunluğunu düşürdüğü görülmüştür. Fakat fosforun eklenmesi ile beraber yoğunluk değerlerinde artış görülmüştür. Fe-0.45P ve Fe-0.6P alaşımlarına %1 bakır eklentisinin boyutsal değişim değerlerine çok küçük bir etki yaptığı görülmüştür. Aynı zamanda Fe-0.45P-1.75Cu ve Fe-0.6P-2.5Cu alaşımında herhangi bir boyut değişimi görülmemiştir.



Şekil 2.4.12. Fe-P toz alaşımlarına Cu eklentisinin yoğunluk ve boyutsal değişimlere etkisi [27].

Fe-Cu ve Fe-Cu-C alaşımlarına Cu-P ötektik alaşımının katılması ile oluşan sinterleme mekanizması 3 aşamadan oluşmaktadır. Bu aşamalar Şekil 2.4.13'de şematik olarak gösterilmiştir. İlk aşama 714-910°C arasında olup, Cu-P ötektik sıvısının oluşması 714°C'de başlar ve tane sınırlarına yayınması ile devam eder. Fosfor yayınımı bakıra oranla daha hızlı olduğundan ferrit fazını kararlaştırdığı görülür. İkinci aşamada 910°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda Fe-Cu-C-P alaşımında var olan karbonun etkisi ile $\alpha \rightarrow \gamma$ faz dönüşümü hakimdir. Ayrıca bu dönüşüm sonrasında karbonun γ fazını kararlaştırıcı etkisi de bulunmaktadır. Bundan farklı olarak Fe-Cu-P alaşımısteminde sıvı fazın oluşumu ile ferrit fazının kararlaşması $\alpha \rightarrow \gamma$ faz dönüşümünden önce meydana gelir. Bu yüzden bakır ve fosforun tane sınırlarına dağılımı daha düşük sıcaklıklarda (1083°C'ye karşı 710°C) meydana gelir. Üçüncü aşamada karbon oranı düşük tutulduğunda, fosforun demir içersine daha

hızlı yayınması neticesinde ferrit fazı kararlı hale gelir. Karbon oranı artıkça, östenit fazı kararlaşıp daha homojen bir yapı elde edilmektedir [28].



Şekil 2.4.13. Fe-Cu-P ve Fe-Cu-P-C alaşımlarının sinterlenme mekanizmaları [28].

Fe-Cu-P alaşımına C eklentisinin amacı boyutsal değişimleri sıfıra indirgemektir [29]. Farklı oranda C miktarının Fe-Cu-P alaşımı üzerindeki boyutsal değişimlere etkisi Şekil 2.4.14'de gösterilmiş olup, artan karbon miktarı ile beraber sıfır boyut değişimine ulaşılmıştır.



Şekil 2.4.14. Fe-Cu-P alaşımlarının boyutsal değişimine C etkisi [26].

2.5. Demir Esaslı Toz Alaşımlarının Mekanik Özellikleri

Demir esaslı alaşım tozlarının sıvı fazlı sinterlenmesi sonucu oluşan toz metal parçaların mekanik özellikleri incelendiğinde, daha çok Fe, C, Cu ve P alaşım tozları üzerinde durulmuştur.

Fe-P alaşımında fosfor miktarının artışına bağlı olarak mekanik özelliklerde artış gözlenmiştir. Narasimhan çalışmasında [16], 1120°C'de sinterlenen ve farklı oranlardaki Fe-P alaşımlarının mekanik özelliklerini incelemiştir. Alaşımsız demir toz metal parçasının akma dayanımının yaklaşık olarak 100 MPa olarak ölçüldüğü çalışmada, Fe-0.6P alaşımlı toz metal parçanın akma dayanımı 320 MPa'ın üzerinde ölçülmüştür. Ancak fosfor miktarının artması ile malzeme sünekliliği azalmıştır. Bu yüzden fosfor kullanımının üst sınırı %0.8 olarak tavsiye edilmektedir.

Fe-Cu-P alaşımı üzerine yapılan bir çalışmada [28], numuneler 700 MPa basınç altında preslendikten sonra, 1120°C'de 1 saat süre ile argon gazı altında sinterlenmiştir. Fe-0.45P-2Cu alaşımlı numunelerin sinterlenmesi sonucunda, akma dayanım değerleri 370 MPa olarak ölçülmüştür.

600 MPa basınç altında preslenen ve 1120°C'de hidrojen gazı altında sinterlenen Fe- 0.45P ve Fe-0.8P alaşımlarının sertlik değerleri 45-75 HRB arasında ölçülmüştür [2].

Fe-Cu-P alaşımının sertlik değerleri üzerine yapılan bir çalışmada, Fe-0.28P-2Cu alaşımı, 550 MPa basınç altında preslendikten sonra, 1120°C'de parçalanmış amonya gazı altında 40 dakika süre ile sinterlenmiştir. Sinterleme sonucu sertlik değeri 65 HRB olarak ölçülmüştür [29].

600 MPa basınç altında preslendikten sonra 1120°C'de 40 dk. süre ile parçalanmış amonya gazı altında sinterlenen, Fe-0.6P-2Cu-0.4C alaşımının sertlik değeri 86 HRB olarak ölçülmüştür [30].

Çapraz kırılma dayanım değerleri incelendiğinde ise Fe-Cu alaşımına C-P eklentisi ile beraber daha iyi değerler elde edildiği görülmüştür. Bu konudaki literatür çalışmaları incelendiğinde, alaşımsız demir tozunun, çapraz kırılma dayanım testine

bağlı olarak sinterlemiş dayanımı 315 MPa olarak belirlenmiştir. Fe-3Cu alaşımının sinterlenmiş dayanımı 700 MPa olarak ölçülmüştür. Ayrıca bu alaşıma %0.4C ve %0.3P katılması ile beraber sinterlenmiş dayanım değerleri sırası ile 840 ve 860 MPa'a yükselmiştir [31,32].

2.6. Toz Metal Parçaların Birleştirilmesi

Toz metal parçaların birleştirilmesinde üç temel yöntem bulunmaktadır. Bunlardan ilki, kaynak tekniği olup, Fe-Cu-C alaşımları için uygulanabilirliği onaylanmış sürtünme ve elektrik direnç kaynağı bulunmaktadır. Elektrik direnç kaynağı, toz metal parçaları birleştirmek için en sık kullanılan kaynak türüdür. Elektrik akımının yaydığı ısı ile, parça yüzeylerinin ısıtılarak kaynaklanması esasına dayanmaktadır. Sürtünme kaynağı ise, kaynaklanan parçalardan birinin sabit tutularak, diğer parçanın eksenel kuvvetlerin etkisi ile döndürülerek sürtünme etkisi ile ısı sağlama ilkesine dayanır. Sürtünmeden sağlanan ısı ve basıncın birleşimi ile kaynaklama işlemi gerçekleşir. Toz metal parçaların kaynak kabiliyetini etkileyen en önemli unsur, gözeneklerin varlığıdır. Gözenek miktarı ve dağılımı, kaynaklama sırasında ısıl iletkenlik, ısıl genleşme ve sertleşebilirlik gibi özellikleri etkiler. Ayrıca kaynak esnasında, gözenekler ısıl yalıtkanlık yaparak ısı aktarımını yavaşlatırlar. Isı tesiri altında kalan bölgede, sertlik değerlerinde ani bir artış olur ve kaynak bölgesinde çatlak riski artar [1].

Lehimleme, diğer bir toz metal birleştirme tekniği olup 450°C'nin üzerinde eriyen sıvı metalin ara bölgede soğutulup ve burada katılaşması esasına dayanır. Bu yöntem demir esaslı toz metallerin birleştirilmesinde uygun olsa da, kullanımındaki en önemli sorun gözenekli yapılarda ek işlem uygulama zorunluluğudur. Gözenekli malzemelerde yoğunluğu arttırmak için bakır emdirme işlemi, veya çift pres, çift sinterleme işlemi uygulanır. Bu işlemlerin getireceği ek maliyet, lehimleme işlemini ekonomik olmaktan uzaklaştırır [33].

Sinterleme ile birleştirme yöntemi toz metal parçaların birbiri ile birleştirilmesine imkan sağlamaktadır. Toz metal parçaların sinterleme ile birleştirilmesinde, ham veya ön-sinterlenmiş haldeki toz metal parçalar kullanılabilir. Bu yöntem, sinterleme sırasında farklı hacimsel genleşme özelliği gösteren toz metal parçaların kullanılmasına dayanır. Sinterleme sırasındaki hacimsel genleşme farklılığı, tozların kimyasal bileşiminden veya ham parçanın yoğunluk miktarından kaynaklanır. İşlem, presleme sonrası farklı geometrideki toz metal parçaların mekanik olarak geçmesi ve bunların sinterlenmesini içerir. Sinterleme esnasında parçaların temas yüzeylerinde bağ oluşur. Oluşan bu bağ, katı hal yayınımı, bağlantı yüzeyine sıvı akışı ve mekanik kenetlenmelerin etkisi ile ara yüzey dayanımın artırır [34].

2.6.1. Yayınım ve Sinterleme ile Birleştirme

Yayınım ile birleştirme katı-halli bir birleştirme tekniğidir. Yayınım ile birleştirme sırasında işlem sıcaklığı, malzemelerin erime sıcaklığının altındadır. Bunun yanı sıra birleştirilecek malzemelere basınç uygulanmaktadır. Bu basınç miktarı, yayınım ile birleştirmenin ilk aşamalarında bağlantı yüzeylerinde plastik deformasyona neden olacak kadar yüksek olmalıdır. Yayınım ile birleştirme de bağ dayanımını artırmak için parçaların temas bölgelerine kaplama yada dolgu katılabilir. Her ne kadar numune hazırlanması dikkatli bir şekilde yapılsada, bağ yapılacak yüzeylerde genellikle oksitler ve yabancı maddeler görülür. İyi bir bağ dayanımını oluşumu, birleştirilecek yüzeylerin bütünü ile fiziksel olarak birbiri ile temas etmesine ve bu yüzeylerde istenmeyen katkı maddelerin uzaklaştırılmasına bağlıdır [35].

Yayınım ile birleştirme mekanizmalarının 4 aşaması Şekil 2.6.1'de gösterilmiştir [36]. Yayınım ile birleştirmenin ilk aşamasında plastik deformasyonun etkisi ile parçalar arasındaki bağlanma başlar. Plastik deformasyonun oluşumu, parçalara uygulanan dış basınçdan sağlanmaktadır. İkinci aşamada tane sınırlarından arayüzeydeki boşluklara atom yayınımları görülmektedir.



Şekil 2.6.1. Yayınım ile birleştirme mekanizmaları [36].

Üçüncü aşamada ise tane sınır yayınımının etkisi ile arayüzeydeki boşlukların boyutları azalmaktadır. Arayüzeydeki boşlukların tane sınırına yayınımı neticesindeki değişimi Şekil 2.6.2'de şematik olarak verilmiştir. Tane sınır yayınımı, tane sınırından ayrılan atomların, arayüzeydeki gözeneklere yayınarak bu gözenekleri zamanla küçültmesi ile devam etmektedir [37].



Şeki 2.6.2. Arayüzeydeki boşlukların tane sınır yayınımı neticesindeki değişimi [38].

Yayınım ile birleştirmenin dördüncü aşamasınında bağlanma sıcaklığında arayüzeydeki boşlukların küreselleştiği görülmektedir. Silindir şeklindeki boşlukların küreşellemesi ile temas alanlarındaki boşluklar azalır. Bu durum daha hızlı bir yayınım yolunun oluşmasına ve parçaların birbiri ile bağlanmasını sağlar. İşlem sonrası arayüzeydeki boşluklar kapanmış olur [36,37].

Sinterleme ile birleştirme yöntemi ise belirli bir basınç altında preslenen toz metal parçaların mekanik geçme sonrası tek bir sinterleme işlemi ile birleştirilmesi esasına dayanır. Yayınım ile birleştirmeden farklı olarak, bu yöntemde dış basınç uygulamasına genelde gerek duyulmaz. Birbirine belirli aralıklarla mekanik geçen toz metal parçaların farklı ısıl genleşme özellikleri kullanılarak, parçaların temas alanlarında basınç oluşumu gerçekleştirilebilir. Yöntemler arasındaki bir diğer farklılık ise işlem sıcaklığıdır. Sinterleme ile birleştirmede işlem sıcaklığı sıvı faz oluşumunu sağlıyacak kadar yüksek olmalıdır. Bunun yanı sıra sinterleme ile birleştirmede mikroyapı içersinde gözenekler bulunmaktadır. Sinterleme ile birleştirmenin başarılı olabilmesi için, mekanik geçme aralığının çok bol olmaması, parça alaşımları içersinde sıvı faz oluşumuna katkı sağlıyacak elementlerin bulunması ve birleştirilecek parçaların farklı ısıl genleşme göstermeleri gerekmektedir.

Literatürdeki toz metal parçaların sinterleme ile birleştirilmesi üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde daha çok presleme sonrası birbirine bol geçme ile mekanik geçen burç-pelet parçaları üzerinde durulmuştur. Fakat bunun yanı sıra, sinterleme esnasında dış basınç uygulanarak yayınım bağı ile birleştirilen toz metal parçalara da rastlanılmaktadır.

Fe-1.5Cu alaşımının kullanıldığı bir çalışmada, toz karışımları 600 MPa basınç altında preslenmiştir [39]. Genişliği 10mm, kalınlığı ise 4mm olan numuneler birbirine temas ettirilip 1-8 MPa basınç altında 1130°C'de argon gazı altında sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası numuneler çapraz kırılma dayanım testine tabii tutulmuştur. Numunelerin bağ dayanım değeri ortalama 450 MPa olarak belirlenmiştir. Bunun yanı sıra, alaşımın çapraz kırılma dayanımı ise 590 MPa olarak ölçülmüştür. Bu durum yayınım bağı ile birleştirilen toz metal malzemelerin yeterli bir bağ dayanımı sağladığını göstermiştir.

Demir esaslı tozların kullanıldığı diğer bir çalışmada iki farklı toz alaşımı (Fe-2.3C-12.2Cr-1Mo-0.4Nb-0.4P-0.4Mn ve Fe-0.5C-3Cu-6Ni-3Cr) 500°C'de 30 dakika süre ile parçalanmış amonya gazı altında ön-sinterlenmiştir. Ön-sinterleme sonrası parçalar birbirine burç-pelet geometrisinde mekanik geçirilmiştir. Mekanik geçme sonrası numuneler 1120°C-1180°C arasında ve 10-80 dakika aralığında sinterlenmiştir. Parçalar arası bağ dayanımı sinterleme süre ve sıcaklığına göre 200-350 MPa olarak ölçülmüştür. Ayrıca bağ dayanımına artış sağlıyan en önemli faktörün, artan sinterleme sıcaklığı ve karbon miktarı olduğu belirtilmiştir [40].

Fe-5Cu alaşımı 600 MPa basınç altında preslendikten sonra, dökme karbon çeliği ile mekanik geçme sonrası sinterleme ile birleştirme neticesinde oluşan bağ dayanımının ölçüldüğü çalışmada [41] ise, toz boyutuna bağlı olarak bağ dayanım değerlerinin 240-270 MPa arasında değiştiği görülmüştür.

Tabata çalışmasında [42], Fe-1.5Cu-0.4C alaşımlı toz metal pelet parçasını 600 MPa basınç altında presledikten sonra, düşük alaşımlı çelik burç ile mekanik geçirerek 1150°C'de 30 dakika süre ile argon gazı altında sinterleme ile birleştirmiştir. Buna göre kademeli olarak artan bakır ve karbon miktarına göre bağ dayanımı da artış göstermiş ve sonuçlar 180-240 MPa arasında değişmiştir.

Fe-3Cu-1C alaşımlı toz metal pelet parçası ile düşük alaşımlı çelik burcun mekanik geçme sonrası ham halde sinterlenerek bağ dayanımları ölçüldüğü bir çalışmada [43], bağ dayanımı bakır ve karbon oranına bağlı olarak 140-220 MPa arasında değişmiştir. Ayrıca bakır ve karbon elementlerinin bağ dayanımına artış sağladığı görülmüştür.

Diğer bir çalışmada [44], iç kısımda Fe-1.5Cu-1C toz alaşımlarından hazırlanan pelet ile, dış kısımda ki Fe-1.5Cu-0.7C alaşımlı toz metal burç, 550 MPa basınç altında preslenmiş ve ham halde mekanik geçme sonrası 1130°C'de 30 dakika süre ile endogaz altında sinterlenerek bağ dayanımları ölçülmüştür. Mekanik geçme aralığına göre bağ dayanım değerleri 190-220 MPa arasında ölçülmüştür. Bağ dayanımının artmasında boyutsal değişimin, karbon miktarının ve mekanik geçme aralığının doğrudan etkileri tespit edilmiştir.

Toz metal parçaların bağ dayanımının ölçüldüğü diğer bir çalışmada [45], demirbakır ve fosfor tozları kullanılmıştır. 600 MPa'da preslenen pelet-burçlar mekanik geçme sonrası 1120°C'de 60 dakika süre ile hidrojen altında sinterlenerek bağ dayanımları ölçülmüştür. Sinterleme ile birleştirme sonrası iç kısımda Fe-0.4Cu alaşımından hazırlanan pelet ile dış kısımda demir tozundan hazırlanan burçun bağ dayanımı 134 MPa olarak ölçülmüştür. Yapılan çalışmada burç numunesine %0.6P ilavesi ile bağ dayanımı 192 MPa ulaşmıştır.

Asaka ve arkadaşları çalışmasında [46], çelik mille, halka şeklindeki Fe-0.6P-2Si alaşımından hazırlanan toz metal burç malzemeyi 700 MPa basınç altında presledikten sonra mekanik geçme sonrası 1200°C'de vakum altında sinterleme ile birleştirmiştir. Sinterleme sonrası oluşan bağ dayanımı ölçümlerinde, en yüksek bağ dayanımı -20 mikron mekanik geçme aralığında 250 MPa olarak ölçülmüştür.

BÖLÜM 3

3. DENEYSEL YÖNTEM

3.1. Toz Alaşım Sistemleri ve Fiziksel Özellikleri

Deneysel çalışmalarda kullanılan demir esaslı toz metal parçaların geometrisi, kimyasal bileşimleri, ağırlıkları ve sinterleme sonrası boyutsal değişimleri Çizelge 3.1.1'de verilmiştir. 600 MPa basınç altında preslenen numuneler 1120°C'de 45 dakika süre ile endogaz altında sinterlenmesi sonucu oluşan boyutsal değişimler incelendiğinde pul (Fe-0.6P) ve gövde alaşımında (Fe-0.6P-2Cu) boyutsal çekme meydana gelirken, tıpa alaşımında ise (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) boyutsal genleşme görülmektedir. Bu durum sinterleme işlemi sonrasında pul–tıpa ve tıpa–gövde arasındaki bağ dayanımının artmasını sağlamaktadır.

Parça İsmi	Parça Geometrisi	Parçaların Kimyasal Birleşimleri	Ağırlıklar (gr)	Boyut Değişimleri (%)
Pul		Fe- 0.6P	2.1	- 0.78
Тіра		Fe-0.6P-3Cu-0.4C	3.4	0.2
Gövde		Fe-0.6P-2Cu	21.1	- 0.18

Çizelge 3.1.1. Parça geometrileri ve bunlara ait kimyasal bileşimler.

Toz alaşımlarının akıcılığı Hall Akış Metresi ile ölçülmüştür. Akış zamanı 50 gr. tozun, zamana bağlı olarak bir hazne içine dökülmesi esasına dayanarak ölçülür. Düşük akış zamanları, tozların serbest akıcılığını gösterirken, uzun akış zamanları ise toz parçacıkları arasındaki sürtünmenin bir göstergesidir. Görünür yoğunluk değerleri de Hall Akış Metresi ile de ölçülebilir. Görünür yoğunluk, Hall Akış Metresi'ne dökülen tozların ağırlığı ile hazne hacminin birbine bölünmesi ile elde edilir. Birçok demir esaslı tozlar için görünür yoğunluk değeri, 2.3-4.7 g/cm³ arasındadır. Yüksek görünür yoğunluk değerleri toz metal üreticileri tarafından istenilen bir özelliktir [47]. Ham ve sinterlenmiş yoğunluk değerleri Arşimet yasasına göre ölçülmüştür. 600 MPa basınç preslenen numunelerin yoğunluğu yaklaşık 6.8 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Endogaz altında 1120°C'de 45 dakika süre ile sinterlenen numunelerin yoğunluğu ise ortalama 7.3 g/cm³ olarak belirlenmiştir. Tıpa, pul ve gövdeye ait alaşımların akış hızları ile görünür, ham ve sinterlenmiş yoğunlukları Çizelge 3.1.2'de verilmiştir.

Parça İsmi	Akış Hızı (50g/sn.)	Görünür Yoğunluk (g/cm ³)	HamYoğunluk (g/cm ³)	Sinterlenmiş Yoğunluk (g/cm ³)
Pul (Fe-0.6P)	28	3,19	6,82	7,33
Тіра (Fe-0.6P-3Cu-0.4C)	31	3,11	6,95	7,42
Gövde (Fe-0.6P-2Cu)	28	3,19	6,76	7,27

Çizelge 3.1.2. Parça alaşımlarının akış hızları ve yoğunlukları.

Pul, tıpa ve gövde parçalarının toz alaşımlarının toz boyut dağılımları Mastersizer Malvern lazer parçacık ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Yapılan bu ölçüme göre pul ve tıpa parçasının alaşım tozlarının ortalama parçacık boyutu sırasıyla 95 ve 92 μ m, gövde parçasına ait alaşımının ortalama parçacık boyutu 76 μ m olarak belirlenmiştir. Pul, tıpa ve gövde parçalarının alaşımlarına ait toz boyut dağılımları Çizelge 3.1.3'de verilmiştir.

Tane Boyut Aralığı (µm.)	0-70	75 - 100	100 - 200	200 - 350	350 - 500
Pul (% miktar)	51	9	22	15	3
Tıpa (% miktar)	52	11	26	11	-
Gövde (% miktar)	60	14	21	5	-

Çizelge 3.1.3. Pul, tıpa ve gövde ait alaşım tozlarının boyut dağılımları.

3.2. Toz Karışımlarının ve Deney Numunelerinin Hazırlanması

Pul, tıpa ve gövde parçalarını oluşturan toz alaşımları Höganas firması tarafından gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu altında incelenen tozların morfolojileri Şekil 3.2'de gösterilmiştir. Pul, tıpa ve gövde parçalarının preslenmesi ise Tozmetal A.Ş. firmasında yapılmıştır. Pul ve gövde parçalarına ait toz alaşımlarından hazırlanan burçların preslenmesi aynı firmada gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi 50 ton kapasiteli Dorst marka preslerde yapılmıştır.

Parçalara ait alaşımlardan oluşan tozlar aynı firmadan temin edilmiş ve çubuk ve pelet numunelerin hazırlanmasında kullanılmıştır. Numunelerin preslenme işlemi TOBB Ekonomi ve Teknolojisi Üniversitesi, Makine Mühendisliği Labaratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi Instron marka çekme-basma cihazında 600 MPa basınç altında tek taraflı olarak yapılmıştır. Pelet ve çubuk numunelerin kalıp malzemesi olarak soğuk iş takım çeliği (DIN 1.2379) seçilmiştir. Numunelerin presleme sonrası kalıp içersinden rahatça çıkarılması için kalıp duvarları çinko-stearat ile yağlanmıştır.



(a)



(b)



(c)

Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobu ile incelenen tozların morfolojileri (a) pul alaşımı (b) tıpa alaşımı (c) gövde alaşımı.

3.3. Toz Alaşımlarının Sinterlenmesi

Farklı geometrilerde preslenen toz metal parçaların sinterlenmesi kıyaslama açısından endüstriyel ortamda endogaz altında ($\%39N_2 + \%39H_2 + \%22CO$) ve laboratuvar ölçekli indirgeyici gaz ortamında ($\%90N_2 + \%10H_2$) yapılmıştır. TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi Makine Mühendisliği Laboratuvarında Protherm marka labaratuvar ölçekli fırında pelet ve çubuk numunelerin sinterleme işlemi 3 aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada ön-sinterleme işlemi yağlayıcıların ve bağlayıcıların sistemden uzaklaştırılması için 600°C'de 20 dakika süre ile yapılmış, ikinci aşamada ise numuneler 1120°C'de 45 dakika süre ile sinterlenmişlerdir. Son aşamada ise sinterlenen numuneler fırın içersinde oda sıcaklığına ulaşana kadar bekletilmişlerdir. Sinterleme atmosferi olarak $\%90N_2+\%10H_2$ gaz karışımı kullanılmıştır. Sinterleme işlemlerinde kullanılan deney düzeneği Şekil 3.3'de verilmiştir.



Şekil 3.3. Sinterleme işlemlerinde kullanılan deney düzeneği.

 N_2+H_2 gazlarının istenilen oranda ayarlanması için gaz karıştırıcı sistem kullanılmıştır. Gaz karışımı hazırlandıktan sonra kurutma kabının içinden geçirilerek nemden arındırılmış ve karışım gazları 1 litre/dakika akış hızında sinterleme işleminde kullanılmıştır.

Deneysel çalışmaların bir bölümü Tozmetal firmasında yapılmıştır. Bu çalışmalarda endüstriyel ölçekli fırın kullanılmış ve numuneler 1120°C'de 45 dakika süre ile endogaz ortamında sinterlenmiştir. Deneysel çalışmalar için hazırlanan numuneler ve kullanım amaçlarını içeren bilgiler Çizelge 3.3'de verilmiştir.

Deney Parçası	3 Boyutlu Hali	Kullanım Amacı	Presleme Yeri
Pelet		Presleme sonrası ham dayanım, sinterleme sonrası sertlik ölçümleri	T.O.B.B. Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi
Çubuk		Ham dayanım ve sinterlenmiş dayanım ölçümleri	T.O.B.B. Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi
Burç		Ham halde ve sinterleme sonrası birleştirilen parçaların bağ dayanımı ölçümleri	Toz Metal A.Ş.
Tıpa-Pul-Gövde		Ham halde ve sinterleme sonrası birleştirilen parçaların bağ dayanımı ölçümleri	Toz Metal A.Ş.

Çizelge 3.3. Toz metal parçalar ve kullanım amaçları.

3.4. Toz Alaşımlarının Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi

3.4.1. Ham ve Sinterlenmiş Numunelerin Dayanım Ölçümleri

Ham ve sinterlenmiş numunelerin dayanım değerleri çapraz kırılma dayanım deneyi kullanılarak ölçülmüştür. Çapraz kırılma dayanım deneyleri ASTM B-528 standardına göre yapılmıştır. Deneylerde 600 MPa basınç altında preslenen ve 31.7mm x 12.7mm x 6mm boyutlarında olan ham ve sinterlenmiş numuneler kullanılmıştır. Numuneler 1120 °C'de 45 dakika süre ile endogaz ve indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı altında sinterlenmiştir. Çubuk numuneler Şekil 3.4.1'de gösterilen üç nokta eğme deney düzeneği kullanılarak kırılıncaya kadar çapraz bir kuvvete maruz bırakılırlar. Ölçüm sonrası dayanım değerleri aşağıdaki denklemlerden elde edilir.

$$\sigma_b = \frac{3 \times P \times L}{2 \times t^2 \times w}$$
(3.1)

Bu denklemde; P kırılma için gerekli olan kuvveti, L destekler arası mesafeyi, t numune kalınlığı ve w numune boyunu ifade eder.



Şekil 3.4.1. Üç nokta eğme test düzeneği ve numune boyutları [2].

Çapraz kırılma dayanım deneyi pul, tıpa ve gövde alaşımlarından oluşan 3 farklı çubuk numune grubuna uygulanmıştır. Her bir alaşım grubundan 5 adet ölçüm yapılarak sonuçlar standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.

3.4.2. Sertlik Ölçümleri

Numunelerin sinterleme sonrası makro ve mikro sertlik ölçümleri Buehler marka sertlik cihazında yapılmıştır. Bütün numunelerden 7'şer adet ölçüm baz alınarak ortalama değerler standart sapmalarıyla birlikte ölçülmüştür. Sertlik ölçümleri, HRB ve HV0.1 birimlerine göre yapılmıştır.

Bağ dayanımı ölçümlerinden sonra, burç-pelet numunelerde arayüzey bölgesindeki mikrosertlik dağılımları incelenmiştir Arayüzeydeki sertlik dağılımlarının bilinmesi, farklı mekanik geçme aralıklarında sinterleme ile birleştirilen burç-pelet numunelerinin bağ dayanımlarının ilişkilendirilmesi açısından gereklidir. Bu yüzden 600 MPa basınç altında preslendikten sonra ham halde farklı bol ve dar geçme aralıklarında birbirine geçirilen burç-pelet parçaları 1120 °C'de 45 dakika süre ile endogaz ve indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilerek arayüzey bölgesindeki sertlik değerleri ölçülmüştür. Burç-pelet arayüzeyinde 100 gr. yük altında mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır.

3.4.3. Bağ Dayanımı Ölçümleri

Deneysel çalışmalarda pul, tıpa ve gövde arasındaki bağ dayanımları ham halde ve ön-sinterlenmiş halde mekanik geçme sonrası sinterleme ile birleştirme sonucunda ölçülmüştür. Ortalama değerler 3 adet numune üzerinden alınmış ve 1 numune mikroyapı incelemeleri için işlem görmeden bırakılmıştır. Ayrıca standart sapmalar %68 güven aralığına göre hesaplanmıştır. Presleme basıncı ise 600 MPa olarak ayarlanmıştır. Ön-sinterleme işlemleri 1120°C'de 45 dakika süre ile endogaz altında yapılmıştır. Sinterleme ile birleştirme ise 1120°C'de 45 dakika süre ile endogaz ve indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı altında yapılmıştır. Bağ dayanımları aşağıdaki denkleme göre ölçülmüştür.

$$\sigma_b = \frac{P}{A_k} \tag{3.3}$$

Bu denklemde; P, numunelerin birbirinden sıyrılmaya başladığı andaki kuvveti A_k ise burç-pelet yüzey temas alanını tanımlar.

Pul, tıpa ve gövde bağ dayanımları ölçümlerinde ilk olarak mekanik geçme aralıkları belirlenmiştir. Pul, tıpa ve gövde parçalarının kesit alanı dikdörtgendir. Bu nedenle yatay ve dikey olmak üzere iki mekanik geçme aralığı tanımlanmıştır. Şekil 3.4.2'de ham ve ön-sinterleme sonrası pul-tıpa-gövde parçalarının boyutları verilmiştir.



Şekil 3.4.2. Ham ve ön-sinterlenmiş halde pul-tıpa-gövde parçalarının boyutları.

Ham halde tıpa-pul boyutları sırasıyla 6.38-6.10 mm ve 6.40-6.10 mm olarak ölçülmüştür. Bu nedenle ham halde sinterleme ile birleştirilen tıpa-pul arasındaki mekanik geçme aralığı +20/0 mikron olarak belirlenmiştir. Bununla birlikte ham haldeki tıpa-gövde boyutları sırasıyla 6.38-6.10 mm ve 6.33-6.08 mm olarak ölçülmüştür. Buna bağlı olarak ham halde sinterleme ile birleştirilen tıpa-gövde arasındaki mekanik geçme aralığı -50/-20 mikron olarak tanımlanmıştır. Benzer şekilde endogaz altında ön-sinterlenen tıpa-pul parça boyutları sırasıyla 6.40-6.11 mm ve 6.38-6.08 mm'dir. Tıpa-pul parçalarının ön-sinterleme sonrası sinterleme ile birleştirilmesinde mekanik geçme aralıkları -20/-30 mikron olarak ölçülmüştür. Son olarak ön-sinterlenen tıpa-gövde parçalarının boyutları sırasıyla 6.40-6.11 mm ve 6.34 -6.11 mm olarak belirlenmiştir. Bu nedenle ön-sinterleme ile

birleştirilen tıpa-gövde arasındaki mekanik geçme aralığı -60/0 mikron olarak belirtilmiştir.

Pul, tıpa ve gövde parçalarının bağ dayanımı ölçümlerinden sonra +20 ve -25 mikron mekanik geçme aralıklarında ham halde mekanik geçme sonrası burç-pelet parçaların sinterleme ile birleştirilmesi üzerinde durulmuştur. Şekil 3.4.3'de gösterilen burç parçasının dış ve iç çapı sırasıyla 15 ve 10 mm kalınlığı ise 6 mm'dir. Pelet numunesinin çapı ise 10 mm olup numune yüksekliği 12 mm olarak belirlenmiştir. Deney test hızı 1mm/dk olarak seçilmiştir. Burç-pelet numunelerin preslenmesi 600 MPa basınç altında gerçekleşmiştir. Preslenen burç ve pelet numuneler, ham halde mekanik geçme sonrası 1120°C'de 45 dakika süre ile endogaz ve indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilmişlerdir. Pelet parçası tıpa alaşımından (Fe-0.6P-3Cu-0.4C), burç 1 ve burç 2 parçaları sırasıyla pul (Fe-0.6P) ve gövde (Fe-0.6P-2Cu) alaşımlarından hazırlanmıştır. Burç iç çapı ve pelet çapları 3-boyutlu olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.4.3. Burç-pelet parçaların sinterleme ile birleştirme aşamaları.

Bağ dayanımı deneyinin doğru sonuçlar vermesi için pelet ve burç numunelerin birbirine merkezlenmiş halde montajının yapılması gerekmektedir. Deneylerde kullanılan merkezleme kalıbının şematik olarak kesit görüntüsü Şekil 3.4.4'de gösterilmiştir.



Şekil 3.4.4. Merkezleme kalıbı.

3.5. Toz Alaşımlarının Mikroyapı İncelemeleri

Mikroyapı incelemeleri optik ve taramalı elektron mikroskobu ile yapılmıştır. Optik ve taramalı elektron mikroskop incelemesi için numuneler elmas testere ile kesildikten sonra sırasıyla 240, 400, 600 ve 1000'lik zımpara kağıtlarında zımparalanmıştır. Daha sonra 6 ve 3 µm'lik elmas çözücülerle parlatılan numuneler, %2 Nital kullanılarak dağlanmıştır.

Optik mikroskop incelemeleri Olympus marka mikroskopda yapılmıştır. Taramalı elektron mikroskop ile yapılan arayüzey incelemeleri Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Merkezi Labaratuvar'larda ve Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Merkezinde yapılmıştır. Arayüzey incelemelerinde FEI Quanta marka taramalı elektron mikroskop kullanılmıştır.

BÖLÜM 4

4. DENEYSEL SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME

4.1. Ham Dayanım Ölçümleri

Pul, tıpa ve gövde parçalarına ait alaşımlardan hazırlanan çubuk numuneler 550 ve 600 MPa basınç altında preslendikten sonra ham dayanımları ölçülmüştür. Pul parçasının kalınlığı 2 milimetreden az olduğu için mekanik geçme sırasında ham parçalarda oluşabilecek hasarlara karşı ham dayanım değerlerinin bilinmesi gereklidir. Ham dayanım değerleri ve presleme basıncına göre değişimi Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Yapılan ölçümlerde 550 MPa basınç altında preslenen numunelerin ham dayanım değerlerinin 9-12 MPa arasında olduğu görülmüştür. 600 MPa basınç altında preslenen numunelerin ham dayanımları ise 11-15 MPa arasında ölçülmüştür. Ölçüm sonrası hata paylarının %1'in altında olduğu belirlenmiştir. Ayrıca tıpa alaşımından (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) hazırlanan numunelerin ham dayanımının, pul (Fe-0.6P) ve gövde (Fe-0.6P-2Cu) alaşımlarına oranla daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu farklılık tıpa alaşımındaki karbon eklentisinden kaynaklanır. Çünkü karbonun doğası gereği, tozlar arasında kayganlaştırıcı görev üstlendiği ve bu sayede daha iyi bir paketlenme sağlandığı bilinir. Bu durumda toz parçacıkları preslenme esnasında daha iyi düzenlenerek daha yüksek ham dayanım değerlerine ulaşırlar [48]. Yapılan ham dayanım ölçüm sonuçlarında 550 ve 600 MPa arasında preslenen numunelerde ham dayanım artış oranı %20 olarak belirlenmiştir. Bu nedenle daha iyi ham dayanım değeri sunan 600 MPa presleme basıncının kullanılmasına karar verilmiştir.

Konuya ilişkin yapılan çalışmalarda, presleme basıncının, yağlayıcı miktarının ve bağlayıcı türünün ham dayanım üzerindeki etkileri incelenmiştir.

Demir esaslı tozların ham dayanımlarının incelendiği bir çalışmada [49], Numuneler 150-800 MPa arasında preslenmiştir. Fe-0.8C alaşımının ham dayanım değerleri sıkıştırma basıncına bağlı olarak 2-15 MPa arasında ölçülmüştür.



Şekil 4.1. Presleme basıncının ham dayanımına etkisi.

Preslenmiş tozların ham dayanımlarının ölçüldüğü diğer bir çalışmada [50], distaloy AE toz alaşımları (Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo) farklı basınçlarda preslendikten sonra ham dayanımları ölçülmüştür. Ölçüm sonucunda 550-600 MPa basınç altında preslenen tozların ham dayanım değerleri 8 – 10 MPa arasında çıkmıştır.

Yine aynı distaloy AE tozlarının kullanıldığı bir çalışmada [51], 600 MPa basınç altında preslenen çubuk numunelerin ham dayanım değerleri 11 MPa olarak ölçülmüştür. Bu çalışmada ayrıca, kullanılan yağlayıcı miktarının artmasıyla ham dayanım değerlerinin de azaldığı belirtilmiştir.

Diğer bir çalışmada [52], farklı bağlayıcı çeşitleri kullanılarak 400 MPa basınç altında preslenen demir ve bakır toz alaşımlarının ham dayanımları ölçülmüştür. Polivinilasetat bağlayıcısının kullanılmasıyla beraber demir toz metal parçasının ham dayanımı 10 MPa'dan 50 MPa yükselmiştir.

600 MPa basınç altında preslenen distaloy AE toz alaşımlarına ılık-sıkıştırma işlemi uygulanan bir çalışmada [53], numunelerin ham dayanım değerleri 18.9 MPa olarak ölçülmüştür.

4.2 Sinterlenmiş Dayanım Ölçümleri

600 MPa'da preslenen çubuk numunelerin 1120°C'de 45 dakika süre ile iki farklı atmosferde sinterlemesi sonucu oluşan dayanımları ölçülmüş ve sonuçlar Çizelge 4.2'de gösterilmiştir. Ölçüm sonuçları incelendiğinde pul, tıpa ve gövde alaşımlarından hazırlanan çubuk numunelerin indirgeyici (%90N₂ +%10H₂) gaz ortamında sinterlenmesi sonucu dayanımları 690-830 MPa arasında ölçülmüştür. Diğer taraftan endogaz altında sinterlenen numunelerin dayanımları ise 680-880 MPa aralığında ölçülmüştür. Ayrıca yapılan ölçümlerde hata paylarının %10'nu geçmediği görülmüştür. Bunun yanı sıra iki farklı atmosferde sinterlenen numunelerde en yüksek dayanım değeri tıpa alaşımından hazırlanan çubuk numunelerde gözlenmiştir. Bu durum karbonun, demir içersine ara-yer katı çözeltisi oluşturmasıyla ve yapı içersindeki perlit faz miktarını artırmasıyla açıklanabilir. Ayrıca karbon, bakır yayınımının kısıtlar. Bu durum bakırın soğuma sırasında yapı içersinde çökelti oluşturarak dayanım değerlerini artırmaktadır.

Deney Numunesi	Sinterlenmiş Dayanım (MPa) (%90N ₂ + %10H ₂)	Sinterlenmiş Dayanım (MPa) (Endogaz)
Pul Alaşımı	695 ± 24	689 ± 43
Tıpa Alaşımı	829 ± 26	874 ± 20
Gövde Alaşımı	702 ± 37	737 ± 46

Çizelge 4.2. Çapraz kırılma dayanımı deney sonuçları.

Bunun yanı sıra endogaz ortamında sinterlenen çubuk numunelerin dayanımı, indirgeyici ($\%90N_2+\%10H_2$) gaz ortamında sinterlenen numunelere oranla daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu durum endogaz atmosferinin karbürleyici özelliği ile ilgilidir [8].

Literatürdeki benzer çalışmalar incelendiğinde, 500 MPa basınç altında preslenen Fe-0.45P alaşımı 1150°C'de parçalanmış amonya gazı altında sinterlenmesi sonucu dayanım değerleri 470 MPa olarak ölçülmüştür [30].

600 MPa basınç altında preslendikten sonra 1120°C'de parçalanmış amonya gazı altında sinterlenen Fe-0.28P-3Cu-0.3C alaşımının, sinterlenmiş dayanımları ölçülmüştür. Ölçüm sonrası alaşımın sinterlenmiş dayanımı 880 MPa olarak belirlenmiştir. Ayrıca karbon miktarının artmasıyla, sinterlenmiş dayanım değerinin 1000 MPa'ın üzerine çıktığı görülmüştür [31,32].

4.3. Sertlik Ölçümleri

Pul, tıpa ve gövde parçalarının alaşımlarından hazırlanan pelet numuneler 600 MPa basınç altında preslendikten sonra 1120°C'de 45 dakika süre ile iki farklı sinterleme atmosferi altında sinterlenmişlerdir. İndirgeyici (%90N₂ + %10H₂) ve endogaz atmosferlerinde sinterlenen numunelerin sertlik değerleri Çizelge 4.3'de verilmiştir. Yapılan sertlik ölçümlerinde indirgeyici (%90N₂ + %10H₂) gaz karışımı altında sinterlenen numunelerin sertlik değerleri 70-80 HRB aralığında ölçülmüştür. Endogaz ortamında sinterlenen numunelerin sertlik değerleri ise 74-86 HRB aralığındadır. Ölçüm sonrası hata paylarının %5'in altında olduğu görülmüştür. Bununla birlikte tıpa alaşımına ait pelet numunenin sertlik değerleri, pul ve gövde alaşımından hazırlanan pelet numunelere oranla daha yüksek çıkmıştır. Bunun nedeni tıpa alaşımının içerdiği karbondan kaynaklanmaktadır. Çünkü karbon, demir içersine ara-yer katı çözeltisi olarak çözünür ve sinterleme sırasında bakırın demir içersindeki yayınımını engeller. Demir içersine tam olarak yayınamayan bakır taneleri soğuma sırasında ana yapı içersinde çökelerek sertlik artışına neden olmaktadır. Ayrıca endogaz atmosferinde sinterlenen pelet numunelerinin ortalama sertlik değerleri, indirgeyici (%90N₂ + %10H₂) gaz karışımı ortamında sinterlenen numunelere oranla daha yüksek çıkmıştır. Bu durum endogaz atmosferinin içeriğinde bulunan karbonun sinterlenen parçaların yüzeyine yayınması ile bağlantılıdır.

Deney Numunesi	HRB Sertlik Değeri (%90N ₂ + %10H ₂)	HRB Sertlik Değeri (Endogaz)
Pul Alaşımı	71 ± 2	74 ± 4
Tıpa Alaşımı	80 ± 3	86 ± 2
Gövde Alaşımı	71 ± 3	77 ± 2

Çizelge 4.3. Pelet numunelerin sertlik değerleri.

Litaratürde, pul, tıpa ve gövde alaşımlarına sahip tozların sertlik değelerinin incelendiği bir çalışmada [8], 590 MPa basınç altında preslenen pul, tıpa ve gövde alaşımına sahip numuneler 1120°C'de parçalanmış amonya gazı altında sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası sertlik değerleri sinterleme süre ve zamanına bağlı olarak, pul alaşımında 68-80 HRB, tıpa alaşımında 70-90 HRB ve gövde alaşımında 75-80 HRB aralığında ölçülmüştür.

Pul, tıpa ve gövde parçalarının alaşımlarından hazırlanan pelet numunelerin makro sertlik ölçümlerinin ardından ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçaların arayüzey mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Farklı mekanik geçme aralığında sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçalarının arayüzeydeki mikro sertlik değerlerine mikroyapı incelemeleri kısmında yer verilmiştir.

4.4. Bağ Dayanım Ölçümleri

Bağ dayanım ölçümleri ham ve ön-sinterlenmiş halde mekanik geçme sonrası sinterleme ile birleştirilen toz metal parçalar üzerinde yapılmıştır. Ham halde sinterleme ile birleştirmenin kullanılabilir olması için mevcut üretim şartlarında hazırlanan ön-sinterlenmiş ve bunu takiben sinterleme ile birleştirilmiş parçaların bağ dayanımlarına yakın değerler vermesi gerekmektedir.

Pul-tıpa ve gövde-tıpa parçalarının bağ dayanımları ham halde sinterleme ile birleştirilen ve mevcut üretim şartlarına göre hazırlanan (ön-sinterlenen parçaların mekanik geçme sonrası ikinci bir sinterleme ile birleştirilmesi) numuneler üzerinde ölçülmüştür. Sinterleme ile birleştirme, indirgeyici ve endogaz ortamlarında 1120°C'de 45 dakika süre ile yapılmıştır. Bağ dayanımı ölçümlerinde 3'lü parça olarak sinterlenen numunelerden kesilen pul-tıpa ve gövde-tıpa parçaları kullanılmıştır. İndirgeyici (N₂+H₂) gaz karışımı altında ham halde ve ön-sinterleme sonrası sinterleme ile birleştirilen parçaların bağ dayanımı ölçüm sonuçları Çizelge 4.4.1'de verilmiştir.

Çizelge 4.4.1. Ham halde ve sinterleme sonrası birleştirilen pul-tıpa ve gövde-tıpa parçaların bağ dayanımları (N₂+H₂,1120°C,45 dakika)

Birleştirme	Mekanik Geçme	Bağ Dayanımı
Yöntemi	Aralığı (µm)	(MPa)
Pul-T1pa	+20/0	07 ± 3
(Ham halde)	+20/0	97 ± 3
Pul-T1pa	20/30	$1/7 \pm 3$
(Ön-Sint. sonrası)	-207-30	147 ± 3
Gövde-Tıpa	50/20	75 ± 5
(Ham halde)	-30/-20	15 ± 5
Gövde-Tıpa	60/0	62 ± 10
(Ön-Sint. sonrası)	-00/0	02 ± 10

Ham halde +20/0 mikron mekanik geçme aralığında indirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen pul-tıpa bağ dayanımı 97 MPa olarak ölçülmüştür. Ön-sinterlenme sonrası -20/-30 mikron mekanik geçme aralığında birleştirilen pultıpa bağ dayanımı ise 147 MPa olarak ölçülmüştür. Diğer taraftan ham halde -50/-20 mikron mekanik geçme aralığında indirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen gövde-tıpa bağ dayanımı 75 MPa olarak ölçülmüş, ön-sinterlenme sonrası -60/0 mekanik geçme aralıklarında sinterleme ile birleştirilen Ham halde sinterleme ile birleştirilen pul-tıpa bağ dayanımı, ön-sinterleme sonucu sinterleme ile birleştirilen pul-tıpa bağ dayanımına oranla daha düşük çıkmıştır. Aradaki bu fark mekanik geçme aralığından kaynaklanmaktadır. Nitekim, ham halde birleştirilen gövde-tıpa mekanik geçme aralığının, ön-sinterleme sonrası birleştirilen gövde-tıpa mekanik geçme aralığına oranla daha dar olması durumunda ham halde birleştirilen parçanın daha yüksek bağ dayanımına ulaştığı görülmüştür.

Ham ve ön-sinterlenen pul,tıpa ve gövde parçalarının endogaz altında sinterleme ile birleştirilmesi sonucu oluşan pul-tıpa ve gövde-tıpa bağ dayanımları Çizelge 4.4.2'de verilmiştir. Ham halde +20/0 mikron mekanik geçme aralığında, sinterleme ile birleştirilen pul-tıpa bağ dayanımı 115 MPa, ön-sinterlenen pul-tıpa parçasının 20/-30 mikron mekanik geçme aralığında sinterleme ile birleştirilmesi sonucu bağ dayanımı ise 167 MPa olarak ölçülmüştür. Bunun yanı sıra ham halde -50/-20 mikron mekanik geçme aralığında sinterleme ile birleştirilen gövde-tıpa bağ dayanımı 111 MPa, gövde-tıpanın ön-sinterlenmesi sonucu -60/0 mekanik geçme aralığında sinterleme ile birleştirilen gövde-tıpa bağ dayanımı 111 MPa, gövde-tıpanın ön-sinterlenmesi sonucu -60/0 mekanik geçme aralığında sinterleme ile birleştir.

Birleștirme	Mekanik Geçme	Bağ Dayanımı	
Yöntemi	Aralığı (µm)	(MPa)	
Pul-Tıpa	120/0	115 ± 4	
(Ham halde)	+20/0	115 ± 4	
Pul-Tıpa	20/ 20	167 ± 0	
(Ön-Sint. sonrası)	-207-30	107 ± 9	
Gövde-Tıpa	50/ 20	111 ± 17	
(Ham halde)	-307-20	111 ± 17	
Gövde-Tıpa	60/0	02 ± 10	
(Ön-Sint. sonrası)	-00/0	92 ± 10	

Çizelge 4.4.2. Ham halde ve sinterleme sonrası birleştirilen tıpa-pul ve tıpa-gövde parçaların bağ dayanımları (Endogaz ,1120°C,45 dakika)

Pul-tıpa ve gövde-tıpa parçalarının bağ dayanımı ölçümlerinde endogaz atmosferinde sinterleme ile birleştirilen parçaların bağ dayanımı, indirgeyici atmosferde sinterleme ile birleştirilen parçaların bağ dayanımına oranla daha yüksek çıkmıştır. Bu durum endogaz sinterleme atmosferi içersindeki karbondan kaynaklanmaktadır. Ayrıca mekanik geçme aralıklarının daraltılmasıyla hata paylarının artığı görülmüştür.

Pul-tıpa, gövde-tıpa parçaları üzerinde yapılan bağ dayanım ölçümleri, mekanik geçme aralıklığının bağ dayanımına önemli bir etkisi olduğunu göstermiştir. Bu etkinin incelenmesi için burç-pelet geometrisi seçilmiş ve farklı mekanik geçme aralıklarında [(+20 mikron) - (-25 mikron)] bağ dayanımları ölçülmüştür. Buradaki amaç, ham halde sinterleme ile birleştirilen parçalarda mekanik geçme esnasında oluşabilecek hasarları önleyen ve aynı zamanda yüksek bir bağ dayanımı sunan mekanik geçme aralığının belirlenmesidir.

İndirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında yapılan sinterleme ile birleştirme sonucu oluşan burç-pelet bağ dayanımları Çizelge 4.4.3 verilmiştir. Ham halde indirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirme işlemlerinde burç1 (Fe-0.6P) -pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının +20 mikron ve -5 mikron mekanik geçme aralıklarında bağ dayanım değerlerinin 110 ile 150 MPa arasında değiştiği gözlenmiştir. Mekanik geçme aralığının -25 mikron olarak ayarlanmasıyla bağ dayanımının 200 MPa'ın üzerine çıktığı görülmüştür.

Çizelge 4.4.3. Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet bağ dayanımları (%90N₂+%10H₂, 1120°C, 45 dakika)

Mekanik Geçme Aralığı (µm)	Bağ Dayanımı (MPa) Burç 1 – Pelet	Bağ Dayanımı (MPa) Burç 2 – Pelet
+ 20	120 ± 22	27 ± 9
+ 10	151 ± 19	121 ± 32
+ 5	111 ± 23	133 ± 34
0	138 ± 34	184 ± 8
- 5	113 ± 30	146 ± 54
- 25	208 ± 41	214 ± 6

Ham halde indirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirme işlemlerinde burç2 (Fe-0.6P-2Cu) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının +20 mikron mekanik geçme aralığındaki bağ dayanımı 27 MPa olarak ölçülmüştür. Mekanik geçme aralıklarının +10 mikron ve -5 mikron arasında ayarlanması ile bağ dayanım değerlerinin 120 ile 185 MPa arasında değiştiği, -25 mikron mekanik geçme aralığında ise bağ dayanımının 214 MPa yükseldiği gözlenmiştir.

Ham halde indirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen +20 mikron mekanik geçme aralığında burç1 (Fe-0.6P) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) ve burç2 (Fe-0.6P-2Cu) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) arasında büyük bir bağ dayanım farklılığı gözlenmiştir. Bu farklılık burç2 (Fe-0.6P-2Cu) parçasında bulunan %2 Cu elementinden kaynaklanmaktadır. Yapılan dilatometrik ölçümlerde burç1 (Fe-0.6P) parçasının burç2'ye (Fe-0.6P-2Cu) oranla hacimsel çekme miktarının daha fazla olduğu görülmüştür. Sinterleme ile birleştirmede, bol mekanik geçme aralıklarında dış konumda bulunan parçada hacimsel çekmenin az olması parçalar arasındaki yayınım mesafesini artırır. Yayınım mesafesinin artması, parçaların birbiri ile kaynaklanmasını önleyerek bağ dayanımının düşük olmasına neden olur.

Endogaz altında yapılan sinterleme ile birleştirme sonucu oluşan burç-pelet bağ dayanımları Çizelge 4.4.4 verilmiştir. Burç1(Fe-0.6P) - pelet(Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının +20 mikron mekanik bol geçme aralığındaki bağ dayanımı 72 MPa olarak ölçülmüştür. Bununla birlikte +10 mikron ve -5 mikron mekanik geçme aralığında bağ dayanım değerleri 115 ile 180 MPa, -25 mikron mekanik geçme aralığında bağ dayanımı 200 MPa olarak belirlenmiştir.

Endogaz altında yapılan sinterleme ile birleştirme sonrasında burç2 (Fe-0.6P-2Cu)pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının +20 mikron mekanik geçme aralığında bağ dayanımı 53 MPa olarak ölçülmüştür. Mekanik geçme aralıklarının +10 mikron ve -25 mikron arasında değiştirilmesi ile beraber bağ dayanım değerlerinin artığı ve 193 ile 250 MPa arasında değiştiği gözlenmiştir.

Mekanik Geçme	Bağ Dayanımı (MPa)	Bağ Dayanımı (MPa)
Aralığı (µm)	Burç 1 – Pelet	Burç 2 – Pelet
+ 20	72 ± 13	53 ± 19
+ 10	175 ± 30	250 ± 4
+ 5	178 ± 17	229 ± 19
0	117 ± 30	211 ± 18
- 5	149 ± 23	215 ± 16
- 25	205 ± 18	193 ± 26

Çizelge 4.4.4. Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet bağ dayanımları (Endogaz 1120°C, 45 dakika)

Endogaz altında ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçaların bağ dayanımları, indirgeyici (N_2+H_2) gaz ortamında ham halde sinterleme ile birleştirilen numunelere oranla daha yüksek değerler almış ve hata paylarında azalma gözlenmiştir. Bu durum endogaz altında sinterleme ile birleştirilen bütün numunelerin endüstriyel ölçekli sinterleme fırınının tüm bölgelerinde eşit süre ve sıcaklıkta sinterlenmesi ile alakalıdır. Ayrıca endogaz sinterleme atmosferinde bulunan karbonun arayüzeye yayınımı neticesinde bağ dayanım değerlerini yükseltiği düşünülmektedir.

İndirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı ve endogaz altında ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçaların bağ dayanımları incelendiğinde +20 mikron ve +10 mikron mekanik bol geçme aralıklarında burç1 (Fe-0.6P) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının bağ dayanımının burç2 (Fe-0.6P-2Cu) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) oranla daha yüksek değerler aldığı görülmüştür. Bu durum bol geçme aralıklarında burç 1 parcasının burc 2'ye oranla sinterleme ile birleştirme sırasında daha fazla hacimsel çekme göstermesi ile açıklanabilir. Burç 1 parçasının daha fazla hacimsel çekme göstermesi burç-pelet parçalar arasındaki yayınım mesafasini kısaltarak bağ dayanım değerlerinde artış sağlar. Bunun yanı sıra +5 mikron ve -25 mikron mekanik geçme burç2 (Fe-0.6P-2Cu) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının bağ aralıklarında, dayanımları, burc1 (Fe-0.6P) - pelet (Fe-0.6P-3Cu-0.4C) parçasının bağ dayanımlarına oranla daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Mekanik dar geçme aralıklarında sinterleme ile birleştirme sırasında yayınım mesafesi bol geçme

aralıklarına göre daha kısadır. Yayınım mesafesinin kısa olması bakır-fosfor ötektiğinin arayüzeye yayınarak burç-pelet parçalar arasında kaynaklanmalar oluşturmasını ve bu sayede bağ dayanımlarının artmasını sağlar.

Deneysel çalışmalar, mekanik geçme aralığının azaltılması ile beraber bağ dayanımının artığını göstermiştir. Bu sonuç litaratürde verilen çalışmalarla uyumludur. Asaka tarafından yapılan bir çalışmada [44], Fe-Cu-C toz alaşımlarından hazırlanan burç-pelet numuneler, 550 MPa basınç altında preslenmiş ve mekanik geçme işleminin ardından 1130°C'de 30 dakika süre ile endogaz altında sinterlenerek birleştirilmiştir. Mekanik geçme aralığının +20 mikron bol geçmeden -10 mikron dar geçmeye ayarlanmasıyla beraber bağ dayanım değerleri 108 MPa'dan 223 MPa'a ulaşmıştır.

Bağ dayanımı ölçümlerinde burç 2-pelet parçasınının bağ dayanımları, burç 1-pelete oranla daha yüksek çıkmıştır. Bu durum burç 2 parçasında bulunan %2 Cu eklentisinden kaynaklanmaktadır. Bakır-fosfor alaşımının mikroyapı içersinde birlikte bulunması, sinterleme ile birleştirme sırasında bakır-fosfor ötektiği oluşturur. Bakır-fosfor ötektiği arayüzeye yönelerek, arayüzeydeki bağ oluşumuna katkı sağlar.

Alaşım elementlerinin bağ dayanımına etkisi üzerine yapılan bir çalışmada [45], iç kısımda 600 MPa basınç altında preslenen Fe-4Cu alaşımlı pelet ile, dış kısımda demir tozundan hazırlanan burç parçası ham halde mekanik geçme sonrası 1120°C'de 45 dakika süre ile hidrojen gazı altında sinterlenerek birleştirilmiştir. Sinterleme sonrası burç-pelet parçasının bağ dayanımı ölçümlerinde burç parçasına %0.6P katılmasıyla beraber bağ dayanımı 134 MPa'dan 192 MPa yükselmiştir. Alaşım içeriğine bağlı olarak bağ dayanımındaki bu artış 1050°C'de oluşan Fe_a-Fe₃P ötektik sıvı fazının 1083°C'de ergiyen bakır ile birleşerek burç-pelet arayüzeyine yayınmasıyla açıklanmaktadır. Arayüzey bölgesine sıvı fazın yayınması yoğunluk artışına neden olarak daha iyi bir bağlanma sağlamıştır.
4.5. Mikroyapı İncelemeleri

Farklı mekanik geçme aralıklarında ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçaların arayüzeyindeki mikroyapılar incelenmiştir. Bu bölümde yapılan çalışmalarda arayüzey oluşumunun bağ dayanımına etkileri de incelenmiştir.

4.5.1. Optik Mikroskop İncelemeleri

Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçaların arayüzeyleri optik mikroskop ile incelenmiştir. Farklı mekanik geçme aralıklarında sinterleme ile birleştirilen burç-pelet arayüzeylerinin mikroyapısı Şekil 4.5.1 ve Şekil 4.5.4 arasında gösterilmiştir.

İndirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı ve endogaz altında yapılan sinterleme ile birleştirme işleminin sonucunda oluşan arayüzeyler incelendiğinde +20 mikron bol geçme aralığındaki burç-pelet parçaların arayüzeyinde herhangi bir kaynaklanma görülmemektedir. Bu durum yayınım mesafesinin uzaklığından dolayı Cu, C ve P gibi elementlerin arayüzeyin her iki tarafına istenilen düzeyde yayınamamasına ve buna bağlı olarak bağ dayanım değerlerinin düşük çıkmasına neden olmaktadır. Diğer taraftan 0 mikron, +5 mikron ve -25 mikronluk mekanik geçme aralığındaki arayüzeyler incelendiğinde, arayüzeyin bazı bölgelerinde kaynaklanmalar görülmekte ve bu kaynaklanmış bölgeler mekanik geçme aralığının daraltılmasıyla beraber artış göstermektedir. Mekanik geçme aralığının daraltılması, burç-pelet parçaları arasındaki yayınım mesafesini kısaltarak alaşım elementlerinin arayüzeyin her iki tarafına karşılıklı yayınmasına imkan sağlamaktadır. Arayüzey bölgesinin her iki tarafına elementlerin yayınımının etkisi ile burç-pelet parçaları arasında bağ oluşumunun iyi bir şekilde gerçekleştiği görülmektedir.

Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç2-pelet parçalarının mikroyapı görüntülerinde iri gözenekler bulunmuştur. Bu iri gözenekler sinterleme ile birleştirme sırasında bakırın ergimesi sonucu tane sınırlarına yayınarak önceki konumunda büyük ve kararlı boşluklar bırakmasıyla oluşur. Bakırın ergiyip yayınması sonucu oluşan iri gözeneklerin ortalama boyutlarının 70-100 mikron arasında olduğu görülmektedir.



Şekil 4.5.1. İndirgeyici gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç 1 - pelet arayüzey optik mikroskop görüntüleri (a) +20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron.





(c)

Şekil 4.5.2. İndirgeyici gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç 2 - pelet arayüzey optik mikroskop görüntüleri (a) +20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron.



Şekil 4.5.3. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç 1 - pelet parçalarının arayüzey optik mikroskop görüntüleri (a) +20 mikron (b) +5 mikron (c) -25 mikron.



Şekil 4.5.4. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç 2 - pelet parçalarının arayüzey optik mikroskop görüntüleri (a) +20 mikron (b) +5 mikron (c) -25 mikron.

4.5.2. Taramalı Elektron Mikroskop İncelemeleri

Ham halde farklı bol ve dar mekanik geçme sonrası indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı ve endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçalarının arayüzey bölgeleri Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir. TEM ile yapılan çalışmalarda ilk olarak -25 mikron mekanik geçme aralığınında endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçalarının arayüzeyindeki kaynaklanmış bölgeler incelenmiştir. Şekil 4.5.5'de 1000 büyütmede verilen TEM görüntülerinde kaynaklanmış bölgeler açıkca görülmektedir. Ayrıca mikroyapı içerisindeki küçük beyaz noktalar bakırı göstermektedir. Arayüzeye yakın yerlerde bakır yayınımı arayüzeydeki kaynaklanmanın bir başka göstergesidir.



(a)

(b)

Şekil 4.5.5. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen (a) +5 mikron burç1-pelet(b) +5 mikron burç 2-pelet arayüzey TEM görüntüleri

Kaynaklanmış bölgelerin 1050°C'de oluşan demir-fosfor ötektiği ile 1083°C'de eriyen bakırın, demir tane sınırlarına yayınımı neticesinde oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca demir tane sınırlarına yayınan bakır sıvı fazının parçalar arasında oluşan bağ dayanımına katkı sağladığı da görülmektedir.

Şekil 4.5.6'da yayınım neticesinde oluşan mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Demir tane sınırına yayınan Cu ve P'un etkisi ile oluşan katmanlı ötektik yapı Şekil 4.5.6 (a)'da gösterilmiştir. Tane sınırlarında bakır-fosfor sıvı faz ötektiğinin oluşması sinterleme ile birleştirmede sıvı fazlı sinterlemenin bir sonucudur. Sinterleme sıcaklığında ergiyen bakır ve fosfordan oluşan bu sıvı faz demir tanelerini yeniden düzenleyerek arayüzey bölgesinde yoğunluk artışına neden olur. Arayüzeydeki yoğunluk artışı parçalar arasındaki bağın oluşumuna katkı sağlar. Şekil 4.5.6 (b)'de ise arayüzeyinin her iki tarafındaki yayınımında etkisi ile oluşan bakır-fosfor ötektiği Arayüzeye doğru görülmektedir. atom yayınması burç-pelet parçaların kaynaklanabilmesi için gereklidir.



Şekil 4.5.6. Yayınım neticesinde oluşan mikroyapılar (a) demir tane sınırlarına bakır yayınımı ve (b) arayüzeyde ötektik oluşumu (+5 mikron burç1-pelet,endogaz)

Arayüzeyin her iki tarafına yayınan alaşım elementlerinin dağılımını incelemek için arayüzey boyunca EDS analizleri yapılmıştır. Şekil 4.5.7'de +5 mikron mekanik geçme aralığında endogaz altında sinterleme ile birleştirilen (a) burç1-pelet (b) burç2-pelet parçalarının arayüzey EDS analizleri gösterilmiştir. Bu analizlerde arayüzeye yaklaştıkça Cu ve P yayınımın da artış olduğu görülmüştür. Arayüzey bölgesindeki yayınımın artması arayüzey boşluğunun kapanmasına ve parçaların birbiri ile kaynaklanmasını sağlar.



Şekil 4.5.7. Sinterleme ile birleştirilen (a) burç1-pelet (b) burç2-pelet parçalarının arayüzey EDS analizleri.

4.5.3. Arayüzey Sertlik Dağılımları

Optik mikroskop ve TEM ile yapılan mikroyapı karakterizasyonunda burç-pelet arayüzeyi incelenmiştir. Arayüzey bölgesinde, yayınım mesafesini incelemek için, arayüzeye paralel olacak şekilde bir hat boyunca sertlik değişimleri çıkartılmıştır. Arayüzeydeki sertlik değişimleri Şekil 4.5.8 ve 4.5.11 arasında gösterilmiştir.

İndirgeyici (N_2+H_2) gaz karışımı altında ham halde sinterleme ile birleştirilen burçpelet parçaların arayüzey sertlik değişimlerinde +20 mikron bol geçme aralığında arayüzeydeki sertlik değerleri 120-140 HV0.1 olarak belirlenmiştir. Mekanik geçme aralığı 0 mikron ve -25 mikron olan burç-pelet arayüzeylerinde ise 150 HV0.1'in üzerinde ölçülmüştür. Endogaz ortamında yapılan ham halde sinterleme ile birleştirme işlemlerinde burçpelet parçalarının arayüzey sertlik sertlik değerlerinin 150 HV0.1 – 180 HV0.1 arasında olduğu ölçülmüştür. Endogaz ortamında sinterleme ile birleştirilen numunelerin arayüzey sertlik değerlerinin, indirgeyici gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen numunelerin arayüzey sertlik değerlerine oranla daha yüksek çıktığı görülmüştür. Bu durum endogaz sinterleme atmosferinde bulunan karbonun arayüzeye yayınmasıyla bağlantılıdır.

Genel olarak arayüzey sertlik değişimleri incelendiğinde, pelet bölgesinden arayüzeye yaklaştıkça sertlik değerlerinde azalmalar görülmektedir. Pelet bölgesinde sinterleme sıcaklığına doğru ergiyen bakırın sıvı faz oluşturarak, demir tane sınırlarına yayınması sonucunda oluşturduğu iri gözeneklerin sertlik değerlerini düşürdüğü tahmin edilmektedir.

Arayüzey bölgesinde sertlik dağılımlarının incelendiği bir çalışmada [54], demir esaslı burç–pelet parçaları (Fe-Cu-C ve Fe-Zn-C) 700 MPa'da preslenmiştir. Daha sonra ham halde mekanik geçme sonrası 1150°C'de vakum altında sinterleme ile birleştirilmiştir. Arayüzey sertlik ölçümlerinin sonucunda, Fe-Cu-C bölgesindeki sertlik değeri ortalama 200 HV 0.1 iken bu değer arayüzey bölgesinde 150 HV 0.1 olarak ölçülmüştür.

Arayüzey bölgesindeki sertlik dağılımları incelendiğinde iyi bir bağ oluşumu için 2 gerekli şart belirlenmiştir. Bu şartlardan ilki alaşım içersinde P ve Cu gibi elementlerin bulundurulmasıdır. Sinterleme sıcaklığında eriyerek sıvı faz oluşturan bu elementler, arayüzeyin daha iyi bir bağ oluşturmasına katkı sağlarlar. Bunun yanı sıra burç-pelet parçaları arasındaki mekanik geçme aralığınında arayüzeydeki bağ oluşumuna katkısı büyüktür. Mekanik dar geçme aralıklarında sinterleme ile birleştirilen burç-pelet arasında yayınım mesafesinin kısa olması bağ dayanım değerlerininde yüksek olmasına neden olmuştur.



Şekil 4.5.8. İndirgeyici (N₂+H₂) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç 1-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron.











Şekil 4.5.9. İndirgeyici (N₂+H₂) gaz karışımı altında sinterleme ile birleştirilen burç 2-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) 0 mikron (c) -25 mikron.



Şekil 4.5.10. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç 1-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) +5 mikron (c) -25 mikron.











Şekil 4.5.11. Endogaz altında sinterleme ile birleştirilen burç 2-pelet arayüzey sertlik dağılımları (a) +20 mikron (b) +5 mikron (c) -25 mikron.

BÖLÜM 5

5. SONUÇLAR

Bu çalışmada sanayide kullanılan ve demir esaslı üç parçadan (pul-tıpa-gövde) oluşan bir bağlantı elemanının ham halde mekanik geçme sonrası sinterlenerek birleştirilmesi incelenmiştir. Bileşimleri Fe-0.6P (pul), Fe-0.6P-3Cu-0.4C (tıpa) ve Fe-0.6P-2Cu (gövde) olan toz metal parçalar, 600 MPa basınç altında preslendikten sonra, indirgeyici (%90N₂+%10H₂) gaz karışımı ve endogaz ortamında 1120°C'de 45 dakika süre ile sinterlenmiş, ve mekanik özellikleri belirlenmiştir. Ham halde sinterleme ile birleştirilen orijinal parçaların bağ dayanımları, ön-sinterleme sonrası sinterleme ile birleştirilen orijinal parçaların bağ dayanım değerleri ile kıyaslanmıştır. Pul-tıpa ve gövde-tıpa arasında oluşan bağ dayanımlarının mekanik geçme aralığına göre değişimini belirlemek amacı ile burç-pelet geometrisi seçilerek, aynı şartlarda preslenen ve ham halde sinterleme ile birleştirilen numunelerin bağ dayanımları ölçülmüştür.

Yapılan ölçümlerde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- (1) Ön-sinterlenmiş pul-tıpa ve tıpa-gövde parçalarının mekanik geçme sonrası tekrar sinterlenmesi ile elde edilen bağ dayanım değerlerine, ham halde sinterleme ile birleştirme tekniği uygulanarak yaklaşılmıştır. Bu durumda mekanik geçme öncesi yapılan tüm ön-sinterleme işlemleri ortadan kaldırılarak, pul-tıpa-gövde üçlü parçasının daha düşük maliyetli bir şekilde üretilmesine imkan sağlanmıştır.
- (2) Ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçalarının bağ dayanımı ölçüm sonuçlarına göre bol ve dar mekanik geçme aralıklarının üst sınırları +10 mikron ve -25 mikron olarak belirlenmiştir.
- (3) Mekanik geçme aralıklarının arayüzey oluşumuna katkısı incelenmiştir. Optik mikroskop ile yapılan incelemelerde, +20 mikron mekanik geçme aralığındaki ham halde sinterleme ile birleştirilen burç-pelet parçalarının arayüzeyinde kaynaklanmalar görülmemiş ve buna bağlı olarak bağ dayanım

değerleri de düşük çıkmıştır. Mekanik geçme aralığının daraltılmasıyla beraber (+10 mikron ile -25 mikron arası) yayınım mesafesi kısalmış ve buna bağlı olarak burç-pelet arayüzeyinde kaynaklanmış bölgeler artış göstermiştir. Arayüzey bölgesindeki kaynaklanmış bölgelerin artması bağ dayanım değerlerinin de artmasını sağlamıştır.

KAYNAKLAR

- [1] Hamill, J.A., Joining of Ferrous P/M Materials Principles and Case Studies, The International Journal of Powder Metallurgy, 37(7), 41-45, 2001.
- [2] ASM Handbook, Vol. 7, Powder Metallurgy, ASM International, USA, 1998.
- [3] German, R.M., Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Editörler: S,Sarıtaş, M.Türker, N.Durlu, Ankara: Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları,2007.
- [4] Sarıtaş, S., Özdural, H., Tanberk, O., Demiray, A., Powder Metallurgy in Turkey, The International Journal of Powder Metallurgy, 38(5), 39-44, 2002.
- [5] Ataş.A, Alaşımlı Demir Tozu Peletlerinin Sinterleme Sonrası Mekanik Özelliklerin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi., F.B.E, 2003 İstanbul.
- [6] Mahmutoğlu.S.H, Toz Metalurjisi Yöntemleri ile Yüzeyine Karbür Takviye Edilmiş Düşük Karbonlu Çeliklerin Üretimi ve Mikroyapısı, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi., F.B.E, 2005 Elazığ.
- [7] German, R.M., Powder Metallurgy of Iron and Steel, Wiley-Interscience, New York, 1998.
- [8] Erişim adresi: http://www.hoganas.com/en/Products--Applications/Sintered-Components/Product-Data-Handbook/, erişim tarihi: 6 Temmuz 2009.
- [9] German, R.M., Liquid Phase Sintering, Plenum Press, New York, 1985.
- [10] Liu, J., German, R.M., Microstructure Effect on Dihedral Angle in Liquid-Phase Sintering, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A, 165-169, 2001.
- [11] German, R.M., D'Angelo, K.A., Enhanced Sintering Treatments for Ferrous Powder, International Metal Reviews, 29, 249-272, 1984.
- [12] Liu, J., German, R.M., Densification and Shape Distortion in Liquid Phase Sintering, Metallurgical and Materials Transactions A, 30A, 3211-3217, 1999.
- [13] Liu, J., German, R.M., Rearrangement Densification in Liquid Phase Sintering, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A, 3125-3131, 2001.
- [14] Hamiddin, M.D., Anisotropic Shrinkage of Compacts During Liquid Phase Sintering, Powder Metallurgy International, 16 (4), 174-177, 1984.
- [15] Banerjee, G., Mukunda, P.G., Carbon Absorption by Iron During Sintering of Iron-Graphite, Powder Metallurgy, 27(2), 89-92, 1984.
- [16] Narasimhan, K.S., Sintering of Powder Mixtures and the Growth of Ferrous Powder Metallurgy, Materials Chemistry and Physics, 67, 56-65, 2001.
- [17] Majima, K., Hanatate, Y., Mitani, H., Sintering of Mixed Powder Compacts in the Fe-C Binary System, Transactions of the Japan Institute of Metals, 18 (7), 627-634, 1977.
- [18] Dautzenberg, N., Dorweiler, H.J., Dimensional Behaviour of Copper-Carbon Sintered Steels, Powder Metallurgy International, 17 (6), 279-282, 1985.
- [19] Magee, B.E., Lund, J., Mechanism of Liquid-Phase Sintering in Iron-Copper Powder Compacts, Z. Metallkunde. 67 (9), 596-602, 1976.

- [20] Lindskog, P., Carlsson, A., Sintered Alloys Based on Sponge Iron Powder with Additions of Ferrophosphorus, Powder Metallurgy International, 4 (1), 39-43, 1972.
- [21] Lawcock, R.L., Davies, T.J., Effect of Carbon on Dimensional and Microstructural Characteristics of Fe-Cu Compacts During Sintering, Powder Metallurgy, 33 (2), 147-150, 1990.
- [22] Majima, K., Mitani, H., Sintering Mechanism in Mixing Powder Compacts of the Fe-Cu-C Tenary System, Transactions of the Japan Institute of Metals, 18 (7), 663-672, 1977.
- [23] Jamil, S.J., Chadwick, G.A., Investigation and Analysis of Liquid Phase Sintering of Fe-Cu and Fe-Cu-C compacts, Powder Metallurgy, 28 (2), 65-71, 1985.
- [24] Molinari, A., Straffelini, G., Fontanari, V., Canteri, R., Sintering and Microstructure of Phosphorus Steels, Powder Metallurgy, 35 (4), 285-291, 1992.
- [25] Khraisat, W., Nyborg, L., Liquid Phase Sintering of Ferrous Powder by Carbon and Phosphorus Control, Powder Metallurgy, 46 (3), 265-270, 2003.
- [26] Cambronero, L.E.G., Torralba, J.M., Ruiz, J.M., Microstructure and Properties of P/M Cu-P-Steels, Powder Metallurgy International, 22 (2), 26-28 1990.
- [27] Siddiqui,A., Hamiuddin,M., Mechanical Properties of Sintered Atomized Iron Alloy Powder Premixes Containing Phosphorus, Powder Metallurgy, 29 (3), 217-227, 1986.
- [28] Kohno, T., Koczak, M.J., Rajagopalan, V., Nishino Y., Sintering Improvements in Strength and Dimensional Control Utilizing Eutectic Phosphide Additions in Iron-Copper-Carbon Alloys, Modern Developments in Powder Metallurgy, 15, 521-540, 1985.
- [29] Neves, M., Filho, N., Rodrigues, D., Salgado, L., Filho F., The Dimensional Change in the Sintering of a Plain Iron Powder and High-Alloyed Iron Powder Mixtures, Materials Science Forum. 530, 747-752, 2006.
- [30] Wang, F.,W., Effect of Alloying Elements and Processing Factors on the Microstructure and Hardness of Sintered and Induction-Hardened Fe-C-Cu Alloys, Materials Science and Engineering A, 402, 92-97, 2005.
- [31] Krantz, T., Effect of Density and Composition on the Dimensional Stability and Strength of Iron-Copper Alloys, The International Journal of Powder Metallurgy, 5(3), 35-43, 1969.
- [32] Phadke, B., Relationship Between Transverse Rupture Strength and Hardness of P/M Fe-Cu Alloys, The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology, 17(1), 37-43, 1981.
- [33] Knoop, W., Brazing Problems in Powder Metallurgy, The International Journal of Powder Metallurgy, 11(1), 63-66, 1975.
- [34] Pease, F., West, G., Fundamentals of Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 2002.
- [35] ASM Handbook, Vol. 6, Powder Metallurgy, ASM International, USA, 1998
- [36] Kawakatsu, I., Kitayama, S., Study on Diffusion Bonding of Metals. Transactions of the Japan Institute of Metals, 18 (6), 455-465, 1977.

- [37] Allen, D.J., White, A.L., Sintering Processes in Diffusion Bonding. The Joining of Metals: Practice and Performance, 3 (18), 96-106, 1981.
- [38] Randall M.G., Sintering Theory and Practice, Prentice Hall, New York, 1996.
- [39] Kuroki, H., Bonding of Iron-Copper Powder Compacts. The International Journal of Powder Metallurgy, 25 (4), 357-362, 1989.
- [40] Akatsu, H., Iijima M., Direct Diffusion Bonding Technique for Ferrous P/M Parts. Modern Developments in Powder Metallurgy, 16, 195-208, 1985.
- [41] Fillabi, G., Simchi, A., Kokabi, H., Effect of Iron Particle Size on the Diffusion Bonding of Fe-5%Cu Powder Compact to Wrought Carbon Steels, Materials and Design, 29 (2), 411-417, 2008.
- [42] T.Tabata, S.Masaki, H.Suzuki ve Q.Zhu, Bond Strength of Sinter Bonded Composite Preforms, The International Journal of Powder Metallurgy, 25(1), 37-41,1989.
- [43] T.Tabata, S.Masaki, K.Kitagawa, Y.Matsuoka, K.Minami, Fabrication of Composite Parts by Sinter Bonding, The International Journal of Powder Metallurgy, 27 (3), 265-273, 1991.
- [44] K.Asaka and T.Hayasaka, Diffusion Bonding Method to Assemble Green Compacts During Sintering, Metal Powder Report, 39, 347-350, 1984.
- [45] T.Pieczonka and J.Kazior, Sinter-Bonding of Iron Based Compacts Containing P and Cu, Materials Science Forum 534, 633-636, 2007.
- [46] K. Asaka, T. Akao, A. Hamano, Sintered Plunger and Production Method. Patent No: US 2007/0085644.
- [47] Abolfazl, B., Ali H., Mohammad G., On the Combined Effect of Lubrication and Compaction Temperature on Properties of Iron-based P/M parts, Materials Science and Engineering, A 437, 360-365, 2006.
- [48] Lund, J.,Origins of Green Strength in Iron P/M Compacts, The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology, 18(2), 117-127, 1982.
- [49] Simchi, A., Effects of Lubrication Procedure on the Consolidation, Sintering and Microstructural Features of Powder Compacts, Materials and Design, 24, 585-594, 2003.
- [50] Degnan, C.C., Kennedy, A.R., Shipway, P.H., Relationship between physical structure and machinability of green compacts, Powder Metallurgy, 50, 14-20, 2007.
- [51] Jonsen, P., Haggblad, H.A., Sommer, K., Tensile strength and fracture energy of pressed metal powder by diametral compression test, Powder Technology, 176, 148-155, 2007.
- [52] Vyal, E., Laptev, M., Use of certain binders to increase the strength of green compacts, Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 44, 614-618, 2005.
- [53] Degnan,C.C., Kennedy,A.R., Shipway,P.H., Measurement of green strength of warm pressed Distaloy PM compacts: influence of specimen geometry and test method, Powder Metallurgy, 46, 365-370, 2003.
- [54] Babayev.Y., Bir Kompresör Gövdesi İmalatının Toz Metalurjisi ve Difüzyon Kaynağı Yöntemleri Uygulanarak Optimizasyonu.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı	: AVŞAR, Emre
Uyruğu	: T.C.
Doğum tarihi ve yeri	: 06.02.1982 İstanbul
Medeni hali	: Bekar
Telefon	: 0 (312) 236 02 52
Faks	: 0 (312) 292 40 91
e-mail	: <u>eavsar@etu.edu.tr</u>

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Doğu Akdeniz Üniversitesi/Mak. Müh.	2005

Yabancı Dil

İngilizce

Yayın

E.Avşar, N.Durlu, A.Ataş, C.Bozacı, H.Özdural, Demir Esaslı Toz Metal Parçaların Sinterleme ile Birleştirilmesi, Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi. Yayınlanmak üzere gönderildi.