



**TOZ METAL BAKIR VE PASLANMAZ ÇELİĞİN MİKRODALGA
SİNERLEME İLE BİRLEŐTİRİLEBİLİRLİĐİ**

Hatice AVCI

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

HAZİRAN 2018

Hatice AVCI tarafından hazırlanan “TOZ METAL BAKIR VE PASLANMAZ ÇELİĞİN MİKRODALGA SİNERLEME İLE BİRLEŞTİRİLEBİLİRLİĞİ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Adem KURT

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Başkan: Prof. Dr. İlyas UYGUR

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Düzce Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye: Prof. Dr. Selim ACAR

Fizik (Yoğun Madde Fiziği) Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: 25/06/2018

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Sena YAŞYERLİ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
 - Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
 - Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,
- bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Hatice AVCI

25/06/2018

TOZ METAL BAKIR VE PASLANMAZ ÇELİĞİN MİKRODALGA SİNTERLEME İLE BİRLEŞTİRİLEBİLİRLİĞİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hatice AVCI

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Haziran 2018

ÖZET

Bu çalışmada, ticari saflıktaki ortalama parçacık boyutu 78 µm olan paslanmaz çelik tozları ile ortalama boyutu 18 µm olan Cu tozları 12 mm çapındaki kalıpta 707, 796 ve 884 MPa basınçlarda tek yönlü olarak preslendiler. Preslenen numunelerin ham yoğunlukları ölçülerek hem geleneksel fırında hem de laboratuvar tipi mikrodalga fırında sinterlenerek sinterlenme özellikleri incelendi. Sinterleme işlemi sonrasında, sinterlenmiş yoğunlukları belirlenen numunelerin mikroyapıları incelenerek arayüzeyin her iki tarafında da mikrosertlik değerleri ölçüldü. SEM görüntüleri alındı ve EDS analizi yapılarak uygulanan yöntemlerin arayüzeyden itibaren difüzyona etkisi incelendi. Mikrodalga ve geleneksel fırında sinterlenmiş numunelerin elektriksel iletkenlikleri ölçülerek yoğunlaşma oranına bağlı iletkenlik özellikleri belirlendi. Sinter-bağlanma yöntemiyle birleştirilen Cu ve paslanmaz çelik numunelere, arayüzey bağlanma dayanımını belirlemek amacıyla çapraz kesme testi yapılarak ara yüzey dayanımları ölçüldü. Sinterleme yöntemlerinin mikroyapı, mekanik ve elektriksel iletkenlik özelliklerine etkisi incelenerek iki yöntem birbiriyle kıyaslandı. Geleneksel sinterlenen numunelerde mikrodalga sinterlenen numunelere göre presleme basıncı ve sinterleme süresinin artışı ile birlikte yoğunluk artışı ve gözenek miktarı ve boyutunda küçülme daha fazla görüldü. Bu durum, geleneksel sinterleme de sinterleme süresinin daha yüksek olması ile ilişkilendirildi. Elektriksel iletkenlikler incelendiğinde, sinterleme yöntemlerinin mikroyapıyı farklı etkilemesi sonucu geleneksel sinterlenmiş numuneler ile mikrodalga sinterlenen numunelerin direnç değerlerinde önemli bir fark görüldü. Arayüzey bağ mukavemetlerini incelendiğinde ise uygulanan en düşük basınç için geleneksel sinterlenmiş numunelerin arayüzey bağ mukavemetleri mikrodalga sinterlenen numunelerden daha yüksek çıkmıştır.

Bilim Kodu : 91528

Anahtar Kelimeler : Sinter-bağlanma, toz metalurjisi, mikrodalga sinterleme, geleneksel sinterleme

Sayfa Adedi : 99

Danışman : Prof. Dr. Adem KURT

JOINABILITY OF POWDER COPPER AND STAINLESS STEEL WITH MICROWAVE SINTERING

(M. Sc. Thesis)

Hatice AVCI

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

June 2018

ABSTRACT

In this study, stainless steel powders with an average particle size of 78 μm and Cu powders with an average size of 18 μm in commercial purity were pressed unidirectionally at pressures of 707, 796 and 884 MPa at a die diameter of 12 mm. The green densities of the pressed samples were measured and their sintering properties were examined that were sintered both in the conventional furnace and in the laboratory microwave furnace. After sintering, the microstructures of the specimens whose sintered densities were examined and micro hardness values were measured on both sides of the interface. SEM images were taken and EDS analysis was performed to investigate the effects of the applied methods on the diffusion from the interface. Electrical conductivity properties were determined by measuring the electrical conductivity of the sintered samples in microwave and conventional surface. Cu and stainless steel specimens were subjected to a cross-shear test to determine the interface bonding strength, and the interface strengths were measured. The effects of the sintering methods on the microstructure, mechanical and electrical conductivity properties were examined and the two methods were compared with each other. Compared to conventional sintered samples and microwave sintered samples, the increase in density and the decrease in porosity and size were more apparent with the increase of the pressing pressure and sintering time in the conventional sintered samples. This is related to the fact that the sintering time is higher in conventional sintering. When the electrical conductivities were examined, a significant difference was observed in the resistance values of the conventional sintered samples and the microwave sintered samples resulting from the different influences of the sintering methods on the microstructure. When the interface bond strengths are examined, the interface bond strengths of conventional sintered samples are higher than the microwave sintered samples for the lowest applied pressure.

Science Code : 91528

Key Words : Sinter-bonding, powder metallurgy, microwave sintering, conventional sintering

Page Number : 99

Supervisor : Prof. Dr. Adem KURT

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca danışmanlığımı yapan, çalışmalarım sırasında desteğini, yüksek bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan saygıdeğer hocam Prof. Dr. Adem Kurt'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca değerli katkılarından dolayı Sn. Prof. Dr. Selim Acar'a ve Sn. Prof. Dr. Halil Arık'a, laboratuvar çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. İrem Burcu Algan'a ve Arş. Gör. Görkem Kırmızı'ya teşekkür ederim. Son olarak beni daima yüreklendiren ve yanımda olan değerli aileme sevgi ve minnetlerimi sunarım.



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	xi
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xii
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xvi
1. GİRİŞ.....	1
2. TOZ METALURJİSİ.....	5
2.1. Toz Metal Üretimi.....	6
2.1.1. Mekanik üretim yöntemleri.....	7
2.1.2. Elektrolizle üretim	8
2.1.3. Kimyasal üretim.....	8
2.1.4. Atomizasyon	10
2.2. Toz Karakterizasyonu	16
2.2.1. Toz tane boyutu ölçüm yöntemleri	17
2.2.2. Toz şekli.....	20
2.2.3. Spesifik yüzey alanı	21
2.2.4. Görünür yoğunluk ve vurgu yoğunluğu.....	21
2.2.5. Akış hızı.....	22
2.2.6. Sıkıştırılabilirlik	23
2.2.7. Ham mukavemet	23

	Sayfa
2.3. Presleme.....	24
2.4. Sinterleme	26
2.4.1. Katı-hal sinterleme.....	27
2.4.2. Sinterleme aşamaları.....	29
2.4.3. Sinterleme mekanizmaları	30
2.4.4. Yoğunlaşma ve tane irileşmesi	31
2.4.5. Sıvı-faz sinterleme	31
2.4.6. Geçici sıvı faz sinterleme.....	32
2.4.7. Süper katıgen sıvı faz sinterleme	33
2.5. Sinterleme Yöntemleri	34
2.5.1. Geleneksel sinterleme	34
2.5.2. Hızlı sinterleme yöntemleri.....	36
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	55
3.1. Malzemeler	55
3.2. Presleme.....	58
3.3. Sinterleme.	58
3.3.1. Geleneksel sinterleme.	58
3.3.2. Mikrodalga sinterleme.	59
3.4. Yoğunluk.....	60
3.5. Mikroyapı.....	60
3.6. Mikrosertlik.....	61
3.7. Çapraz Kesme Testi.	62
3.8. Elektrik İletkenliği.	63
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	65

	Sayfa
4.1. Yoğunluk Değişimi.....	65
4.2. Mikroyapı İncelemesi	67
4.3. Mikrosertlik.....	71
4.4. Elektrik İletkenliği	74
4.5. Element Difüzyonu	76
4.6. Çapraz Kesme	87
5. SONUÇLAR.....	91
6. ÖNERİLER.....	93
KAYNAKLAR	95
ÖZGEÇMİŞ	99

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Bakır toz boyutu	56
Çizelge 3.2. Paslanmaz çelik toz boyutu.....	57
Çizelge 4.1. Farklı basınçlarda (707, 796, 884 MPa) preslenen numunelerin ham ve sinterlenmiş yoğunlukları.....	66
Çizelge 4.2. Mikrodalga ve geleneksel fırınlarda sinterlenen numunelerin farklı presleme basıncı ve sinterleme süresine göre değişen direnç değerleri.....	74
Çizelge 4.3. 707 MPa basınçta preslenmiş, 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	77
Çizelge 4.4. 707 MPa basınçta preslenmiş, 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	79
Çizelge 4.5. 796 MPa basınçta preslenmiş, 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	81
Çizelge 4.6. 796 MPa basınçta preslenmiş, 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	83
Çizelge 4.7. 884 MPa basınçta preslenmiş, 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	84
Çizelge 4.8. 884 MPa basınçta preslenmiş, 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	86
Çizelge 4.9. Çapraz kesme testi yapılan numunelerin sinterleme yöntemi, presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığına bağlı olarak arayüzey bağ mukavemetlerindeki değişim.....	88
Çizelge 4.10. Ayrı ayrı 796 MPa basınçta preslenen mikrodalga 10, 15 ve 20 dk sinterlenen paslanmaz çelik ve bakır numunelerin bağ mukavemetlerindeki değişim.....	88

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. TM genel akış şeması	6
Şekil 2.2. Mekanik öğütme ile toz üretiminin şematik gösterimi	7
Şekil 2.3. Elektroliz yönteminin şematik görünümü	8
Şekil 2.4. Standart metal oksit oluşumu serbest enerjisi.....	9
Şekil 2.5. Döner Elektrot (REP) yöntemi	12
Şekil 2.6. Döner disk yöntemi.....	12
Şekil 2.7. Vakum atomizasyon yöntemi	13
Şekil 2.8. Su atomizasyon ünitesi	14
Şekil 2.9. (a) Dikey atomizasyon ünitesi, (b) Yatay atomizasyon ünitesi	15
Şekil 2.10. (a) Standart elek boyutları, (b) Elek sistemi	17
Şekil 2.11. Muhtemel parçacık şekilleri ve önerilen niteliksel tanımlayıcılar.....	20
Şekil 2.12. (a) Hall akış ölçer, (b) Scott hacim ölçer	22
Şekil 2.13. Tek yönlü presleme işlemi.....	24
Şekil 2.14. Basınç artışıyla gerçekleşen süreçler	26
Şekil 2.15. Kavisli bir yüzeydeki boşlukların akış yönlerinin şematik gösterimi	28
Şekil 2.16. Sinterleme aşamaları.....	30
Şekil 2.17. İki parçacık için sinterleme mekanizmalarının şematik gösterimi	31
Şekil 2.18. Geçici faz sinterlemenin olası koşullarını gösteren ikili faz diyagramları ...	33
Şekil 2.19. Parti tipi fırının şematik gösterimi	35
Şekil 2.20. Sürekli fırının şematik görüntüsü	36
Şekil 2.21. Üretiminde spark plazma sinterlemenin kullanıldığı malzeme örnekleri.....	37
Şekil 2.22. Toz parçacıkları arasında akım akışının gösterildiği şematik görüntü	38
Şekil 2.23. Spark Plazma Sinterleme (SPS) ünitesi ve grafit kalıp sistemi	39

Sayfa

Şekil 2.24. Lazer sinterleme sisteminin şematik görüntüsü.....	40
Şekil 2.25. İndüksiyon sinterleme ekipman şeması	41
Şekil 2.26. Elektromanyetik spektrum.....	42
Şekil 2.27. Elektrik iletkenliğinin bir fonksiyonu olarak mikrodalga absorpsiyonu	43
Şekil 2.28. Geleneksel ve mikrodalga fırınlarda ısıtma	45
Şekil 2.29. Mikrodalga ile etkileşime bağlı olarak malzemeler (a) saydam, (b) opak, (c) absorblayıcı.....	46
Şekil 2.30. Geleneksel ve mikrodalga sinterleme sürelerinin karşılaştırılması	49
Şekil 3.1. Bakır tozlarının boyut dağılımı.....	56
Şekil 3.2. Paslanmaz çelik tozlarının boyut dağılımı.....	57
Şekil 4.1. (a) Mikrodalga sinterleme için ve (b) geleneksel sinterleme için farklı basınçlarda preslenen numunelerin ham yoğunlukları	67
Şekil 4.2. (a) 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenen, (b) 25, 35 ve 45 dk geleneksel Sinterlenen numunelerin sinterlenmiş yoğunlukları	67
Şekil 4.3. 707 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga sinterlenmiş, (b) geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri	71
Şekil 4.4. 796 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga sinterlenmiş, (b) geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri	72
Şekil 4.5. 884 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga sinterlenmiş, (b) geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri	73
Şekil 4.6. 707 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga, (b) geleneksel sinterlenen numunelerin sinterleme sürelerine göre değişen direnç (Ω) değerleri	75
Şekil 4.7. 796 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga, (b) geleneksel sinterlenen numunelerin sinterleme sürelerine göre değişen direnç (Ω) değerleri	75
Şekil 4.8. 884 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga, (b) geleneksel sinterlenen numunelerin sinterleme sürelerine göre değişen direnç (Ω) değerleri	76
Şekil 4.9. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15dk ve (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	78

Sayfa

Şekil 4.10. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 ve (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	80
Şekil 4.11. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15dk ve (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	82
Şekil 4.12. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 ve (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	84
Şekil 4.13. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15dk ve (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	85
Şekil 4.14. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 ve (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları	87

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. Presleme cihazı.....	58
Resim 3.2. Geleneksel sinterleme fırını	59
Resim 3.3. Mikrodalga sinterleme fırını	60
Resim 3.4. Optik mikroskop.....	61
Resim 3.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	61
Resim 3.6. Mikrosertlik ölçme cihazı	62
Resim 3.7. (a) Çapraz kesme testi yapılan cihaz, (b) Çapraz kesme testinde numunenin konumu	63
Resim 3.8. Elektrik iletkenliği testi yapılırken kullanılan düzenek.....	64
Resim 4.1. 707 MPa basınçta preslenmiş (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20dk mikrodalga sinterlenmiş, (d) 25 dk, (e) 35 dk, (f) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (50X büyütme).....	68
Resim 4.2. 796 MPa basınçta preslenmiş (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş, (d) 25 dk, (e) 35 dk, (f) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (50X büyütme).....	69
Resim 4.3. 884 MPa basınçta preslenmiş (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş, (d) 25 dk, (e) 35 dk, (f) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (50X büyütme).....	70
Resim 4.4. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri.....	77
Resim 4.5. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25, (b) 35 dk, (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri.....	79
Resim 4.6. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri.....	81
Resim 4.7. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25, (b) 35 dk, (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri.....	83
Resim 4.8. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri.....	84
Resim 4.9. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25, (b) 35 dk, (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri.....	86

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklamalar

B	Genişleme mesafesi
λ	Dalga boyu
θ	Kırılma açısı
γ	Yüzey enerjisi
r	Temel eğrilik yarıçapı
D	Öz yayılım katsayısı
k	Boltzman sabiti
Ω	Atom hacmi
<i>f</i>	Frekans
d	Cilt derinliği

Kısaltmalar

Açıklamalar

GS	Geleneksel Sinterleme
MDS	Mikrodalga Sinterleme
SLE	Seçici Lazer Ergitme
SLS	Seçici Lazer Sinterleme
SPS	Spark Plazma Sinterleme
TM	Toz Metalurjisi

1. GİRİŞ

Toz Metalurjisi (TM), tozların üretimi ve bu tozların farklı işlemlerden geçirilerek faydalı mühendislik malzemelerine dönüştürülmesi ile ilgilenir [1]. Döküm ve diğer geleneksel imalat yöntemleri ile üretimi mümkün olmayan parçaların (küçük, fonksiyonel, birbiri ile uyumsuz, kompozit yapılar, vb.) ekonomik, yüksek mukavemet ve minimum toleransla (düşük fireli) üretimine imkân veren bir üretim yöntemidir [2].

Toz Metalurjisi yönteminin teknik ürünler üretmek için kullanılması ancak 20. yüzyıldan itibaren gerçekleşse de, bu yöntemin tarihi eskiye dayanmaktadır. Mücevher üretiminde metal tozlarını kullanan İnkalar, M.Ö. 3000'li yıllarda demir tozlarını kullanan Mısırlılar, Toz Metalurjisi ile üretilen malzemelerin ilk örneklerini vermişlerdir. Bu yöntemle üretilen diğer bir eski tarihi örnek ise, Hindistan'da, milattan sonra 375 ile 414 yılları arasında indirgenmiş demir tozlarından üretilen 6,5 tonluk Delhi sütunudur [1].

Modern Toz Metalurjisi teknolojisi, 1920'li yıllarda sementit karbürlerin üretimi ve rulman için gözenekli bronz burçların seri üretimiyle başlamıştır. İkinci Dünya Savaşı sırasında, birçok kompozit de dâhil olmak üzere çeşitli demir ve demir dışı malzemelerin üretiminde ilerleme kaydedildi. 1960'lı yılların başına kadar bu alanda istikrarlı bir gelişme yaşandı. O zamandan beri TM'nin gelişimi sürecin ekonomik olması, homojen yapı elde edilebilmesi, kalite, eşsiz özellikler gibi nedenlerden dolayı hızlanmıştır [3].

Günümüzde, toz metal parçaların en büyük tüketicisi otomotiv sektörü olsa da, ev eşyaları, bahçe ekipmanları, bilgisayarlar, dokuma endüstrisi, ortodontik cihazlarda dâhil olmak üzere diğer pek çok sektörde kullanımı hızla artmaktadır [4].

Toz Metalurjisi döküm, sıcak/soğuk presleme veya talaşlı imalat gibi geleneksel imalat yöntemlerine kıyasla daha üstün olabilmektedir. Bu yöntemlerle üretilmesi güç hatta imkânsız olan parçalar TM ile kolaylıkla ve ekonomik olarak üretilir. Mukavemet, aşınma direnci ve yüksek çalışma sıcaklığı gereken durumlarda tercih edilir. Döküm için gereken bitirme işlemlerini ortadan kaldırarak daha hassas ölçülerde parça üretimine imkân sağlar. Döküm yönteminde ortaya çıkan boşluklar, inklüzyonlar, büzülme gibi problemler

bu yöntemde görülmez. İstenilen mikroyapıda, fiziksel ve mekanik özelliklerde parça üretmek mümkündür.

Toz Metalurjisi yönteminin diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında birçok üstünlüğü olsa da kendine özgü bazı eksiklikleri de mevcuttur. Bunlardan bazıları; verimsiz sinterleme, presleme sonrasında kalıptan çıkarılırken parçada oluşan çatlaklar, şekillendirme yönteminden kaynaklanan yoğunluk farklılıklarıdır. Toz Metalurjisi ile üretilen parça özelliklerini toz tipi, toz parçacıklarının büyüklüğü, presleme basıncı, sinterleme sıcaklığı ve süresi gibi parametreler etkilemektedir. Bu parametreler, toz metal parçaların mekanik özelliklerine de doğrudan etki eder [5].

Geleneksel olarak TM yönteminde öncelikle metal vd. tozlar, rijid bir kalıpta presleme işlemi ile istenilen parça biçiminde şekillendirilir. Oda sıcaklığında kalıp boşluğuna akan tozlar arasında, basınç altında oluşan zayıf sürtünme bağlarıyla yoğunlaşma başlar. Başlangıçta akışkan olan tozlar, kompaktlaşma sonrasında katı özelliği gösterirler. Presleme sonrasında, zayıf mekanik özellikler sergileyen parçalara sinterleme işlemi uygulanır. Kalıpta kompaktlaşma sonrasında uygulanan sinterleme işlemiyle parçanın şeklini koruması ve mukavemette artış gibi olumlu sonuçlar elde edilir [6].

Sinterleme işlemi, Toz Metalurjisinin en karmaşık konusudur. Sinterleme aşamasında, ham kompakt yüksek performanslı nihai parçaya dönüştürüldüğünden Toz Metalurjisinin en önemli aşamasıdır. Sinterleme sırasında parçanın boyut, yoğunluk, mukavemet, sertlik, elektrik ve ısı iletkenlik, elastik modülü gibi özelliklerinde değişim gerçekleşir [1].

Sinterleme sırasında, birbirleriyle temas halindeki parçacıklar yüksek sıcaklıklarda birbirlerine bağlanırlar. Bu bağlanma, ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleriyle oluşabileceği gibi, pek çok durumda sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir [1].

Sinterleme de kullanılan fırınlar, sinterleme döngüsünde sıcaklığı ve zamanı kontrol ederler. Ayrıca atmosferi tutar, yağlayıcı ve bağlayıcıların giderilmesini sağlayarak sinterleme sonrası ısı işlem imkânı sağlarlar [1].

Sinterleme işleminde, geleneksel sinterleme yönteminin yanı sıra hızlı sinterleme teknikleri de geliştirilmiştir. Bu yöntemlerle, hızlı ısıtma ve homojen ısı transferi sayesinde daha iyi mekanik özelliklere sahip parça üretebilmek mümkün hale gelmiştir. Hızlı sinterleme yöntemleri; indüksiyon sinterleme, mikrodalga sinterleme, spark plazma sinterleme, lazer sinterlemedir. Sinterleme işlemi ve hızlı sinterleme yöntemleri ayrı bir bölüm halinde izah edilecektir.

Bu çalışmada, ticari saflıktaki ortalama parçacık boyutu 78 μm olan paslanmaz çelik tozları ile ortalama boyutu 18 μm olan Cu tozları 12 mm çapındaki kalıpta 707, 796 ve 884 MPa basınçlarda tek yönlü olarak preslendiler. Preslenen numunelerin ham yoğunlukları ölçülerek hem geleneksel fırında hem de laboratuvar tipi mikrodalga fırında sinterlenerek sinterlenme özellikleri incelendi. Sinterleme işlemi sonrasında, sinterlenmiş yoğunlukları belirlenen numunelerin mikroyapıları incelenerek arayüzeyin her iki tarafında da mikrosertlik değerleri ölçüldü. SEM görüntüleri alındı ve EDS analizi yapılarak uygulanan yöntemlerin ara yüzeyden itibaren difüzyona etkisi incelendi. Mikrodalga ve geleneksel fırında sinterlenmiş numunelerin elektriksel iletkenlikleri ölçülerek yoğunlaşma oranına bağlı iletkenlik özellikleri belirlendi. Sinter-bağlanma yöntemiyle birleştirilen Cu ve paslanmaz çelik numunelere, arayüzey bağlanma dayanımını belirlemek amacıyla çapraz kesme testi yapılarak ara yüzey dayanımları ölçüldü.



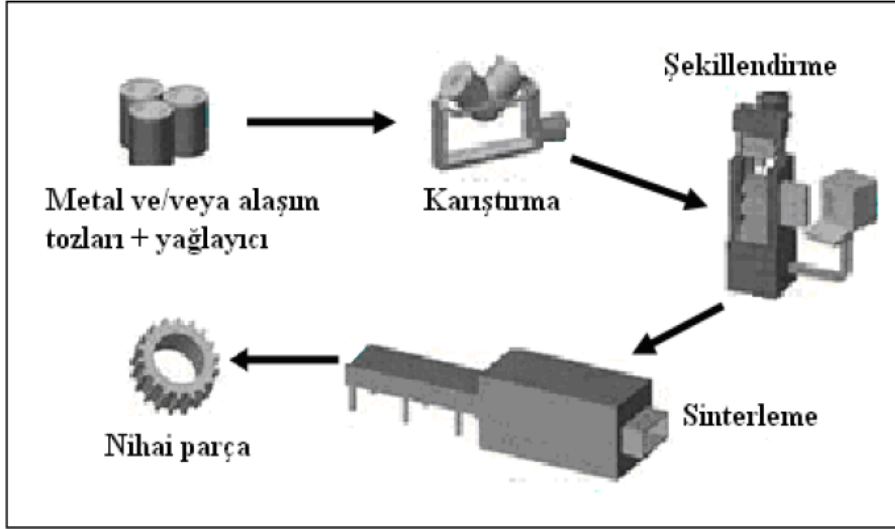
2. TOZ METALURJİSİ

Toz Metalurjisi genel olarak metal, seramik ya da bunların karışımı tozların rijid bir kalıp içerisinde preslenmesi suretiyle şekillendirilen düşük yoğunluk ve mukavemete sahip ham kompaktların, ısıl işlemler uygulanarak teorik yoğunluğa yakın ya da uygulama alanına yönelik olarak belli miktarda gözeneğe sahip parça üretilmesi ilkesine dayanır [6].

Toz Metalurjisi yönteminin tarihi eski olmasına rağmen endüstriyel olarak kullanılmaya başlanması yeni sayılabilir. Avrupa'da 18. ve 19. yüzyıllarda platin ile yapılan çalışmalar, modern Toz Metalurjisi için en önemli aşamalardan biri olarak görülmektedir. 1826'da kullanılmaya başlanan platin paralar, Toz Metalurjisinin ilk endüstriyel uygulaması olmuştur [4].

Toz Metalurjisi, geleneksel yöntemlerle üretilmesi zor olan malzemelerin (küçük, karmaşık şekilli, fonksiyonel, kompozit) ekonomik, yüksek mukavemetli, minimum toleransla (düşük fireli) üretimine imkân sağlar. Son yıllarda birçok sektörde kullanımı artan toz metal parçaları, en çok otomotiv sektöründe kullanılmaktadır. Dişliler, kendinden yağlamalı burçlar, elektrik kontakları, sert kesici takım uçları vb. birçok parça TM yöntemiyle üretilmektedir.

Toz Metalurjisinde tüm aşamalar Şekil 2.1'de görülmektedir. Tüm bu aşamalar, literatür ışığında ayrıntılı olarak anlatılmıştır.



Şekil 2.1. TM genel akış şeması [6]

2.1. Toz Metal Üretimi

Toz Metalurjisi işleminde, toz özelliklerini ve diğer işlem süreçlerini etkilediği için toz üretimi için uygulanan işlemler büyük önem taşımaktadır. Seçilen yöntem, uygulama türüne ve nihai üründe arzulanan özelliklere bağlıdır [3].

Toz üretiminde kullanılan tüm yöntemlerde hedef, enerji sarf etmek suretiyle yeni serbest yüzeylerin oluşturulması, buna bağlı olarak da parçacık olarak adlandırılan çok küçük boyutlardaki malzemelerin üretilmesidir. Ancak, yeni toz oluşturmak için gereken enerji miktarının, yeni oluşan serbest yüzey enerjisinden büyük olması toz üretim tekniklerinin birçoğunun veriminin düşük olmasına neden olur.

Bir tozun hangi yöntemle üretildiğinin bilinmesi, o tozun boyutu ve şekli gibi özelliklerinin başlangıçta tahmin edilmesini sağlaması bakımından önemlidir. Neredeyse her malzeme toz haline getirilebilmektedir. Ancak belirli bir malzemeyi toz haline getirmek için tercih edilen yöntem; maliyet, tepkimeler ve istenen özellikler gibi etkenlerin karışımına bağlıdır [1]. Metal tozları fiziksel ya da kimyasal işlemlerle elde edilir. Ticari olarak kullanılan toz üretim yöntemleri şunlardır;

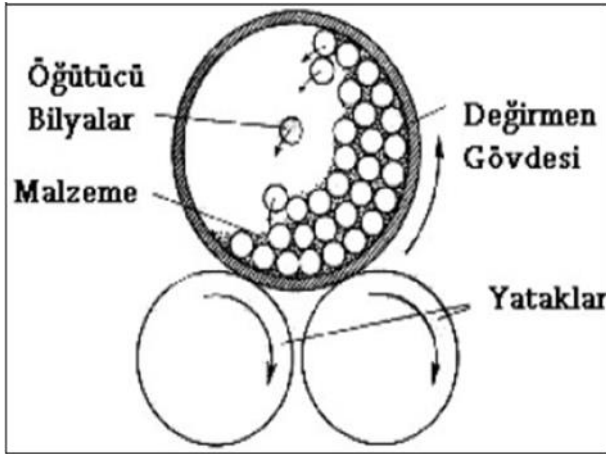
- Mekanik üretim yöntemleri
- Elektrolizle üretim yöntemleri
- Kimyasal üretim yöntemleri
- Atomizasyon yöntemleri

2.1.1. Mekanik üretim yöntemleri

Mekanik yöntemler, sert ve kırılğan özellikteki malzemelerin toz üretiminde tercih edilir. Süneklik nedeniyle birçok metalin toz üretiminde kullanımı sınırlıdır. Bu yöntemde tozların üretiminde darbe, sıkıştırma, aşındırma ve kesme mekanizmaları etkindir. Üretilen tozların özelliklerine bu dört mekanizmanın birleşimi etki eder.

Bu yöntemde, malzemeler mekanik ya da pnomatik olarak kırma, çarpma ve öğütme şeklinde parçalanarak toz haline gelir. Bu amaç için kullanılan makineler kırıcılar, kaba ve ince öğütücüler olarak sınıflandırılabilir. Kırıcılar, genellikle cevher hazırlama işleminde tercih edilir. Kaba ve ince öğütücüler kullanılarak birkaç mikrona kadar değişen boyutlarda toz malzemeler üretilir. Seramik malzemeler, metaller arası bileşikler, ferro alaşımlar, ferro silis, ferro krom gibi gevrek özellikteki malzemeler bilyeli değirmenlerde öğütülerek toz haline getirilir. Şekil 2.2’de mekanik öğütme ile toz üretimi şematik olarak görülmektedir. Gevrek özellikte olmayan malzemeleri kırmak zor olduğundan öğütme işlemi genellikle bu tür malzemeler için uygulanmaz [7].

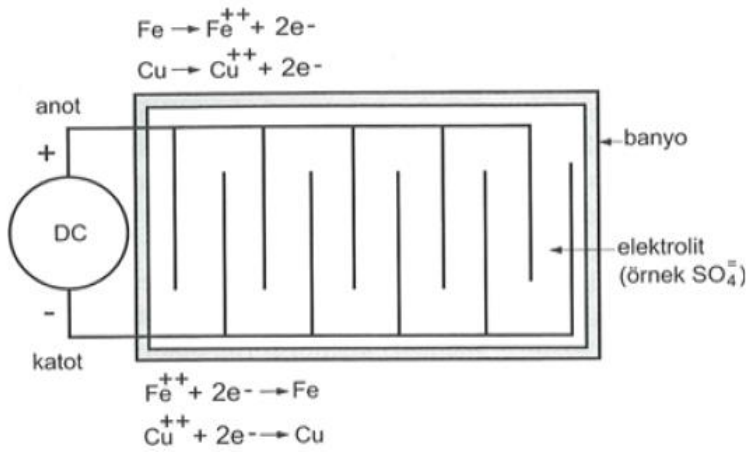
Oksitlenme, yağ ve diğer metal safsızlıkları gibi kimyasal kirliliklerde dâhil olmak üzere toz özelliklerinin kontrol edilememesi bu yöntemin dezavantajlarından dır.



Şekil 2.2. Mekanik öğütme ile toz üretiminin şematik gösterimi [7]

2.1.2. Elektrolizle üretim

Preslenme ve sinterlenme kabiliyetleri yüksek olan metal tozlarının üretiminde kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemle üretilen tozların saflık oranı yüksektir (% 99,99). Tozu üretilecek olan malzeme, anot olarak elektrolitik banyosunun içerisine yerleştirilir. Bu banyoya elektrik gerilimi verildiğinde anot malzeme çözünür ve katot üzerinde toplanır. Daha sonraki işlemler sonucunda elde edilen metal toz parçacıkları yıkanır, kurutulur, indirgenir ve tavlama işleminden sonra değirmende öğütülerek ince tozlar haline getirilir [8]. Bu yöntemle üretilen metal tozlarının başında bakır gelir. Aynı zamanda krom ve magnezyum tozları da bu yöntemle üretilmektedir [9]. Şekil 2.3' de elektrolitik yöntemle toz üretiminin şematik resmi görülmektedir.



Şekil 2.3. Elektroliz yönteminin şematik görünümü [12]

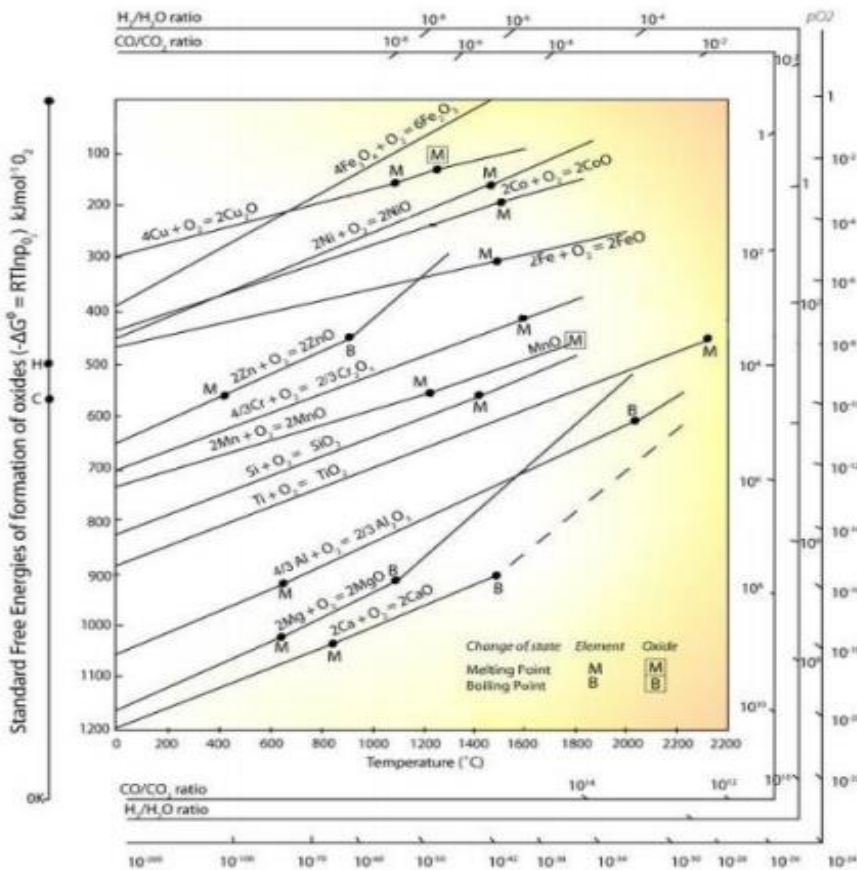
Elektroliz yöntemi ile üretilen tozlar, genellikle dendritik veya süngerimsi şekildedir. Ancak, parçacık boyutu ve şekli büyük oranda kontrol edilebilmektedir [1].

2.1.3. Kimyasal üretim

Hemen hemen tüm metalik elementler, uygun kimyasal reaksiyonlar veya ayrışma ile toz haline getirilebilir. Proses değişkenleri ve üretim parametrelerinin çeşitliliği, parçacık boyutu ve şeklinin sıkı kontrolüne imkân sağlar. Bu kategorideki en çok kullanılan işlemler, oksit indirgeme, çözeltiden çökeltme ve ısıl bozunmadır.

Oksit indirgeme

İlgili oksitlerden demir, bakır, tungsten ve molibden tozlarının üretimi yaygın ticari işlemlerdir. Daha küçük bir ölçekte, oksit indirgeme, aynı zamanda nikel ve kobalt tozlarının üretiminde kullanılır. Oksit-indirgeme ile üretilen demir ve bakır tozları, diğer yöntemlerle üretilenlerden üstündür. Bu yöntemle üretilen tozlar, karakteristik olarak süngerimsi olarak tanımlanan gözenekli yapıdadır. Oksit indirgenmesinin işlem koşulları, Şekil 2.4'de gösterildiği gibi, indirgeme ortamı olarak hidrojen, karbon monoksit ve karbon kullanılan indirgeyici reaksiyonlar için genel olarak bilinen denge üzerine kuruludur. Karbon monoksitin karbon dioksite, hidrojene ve suya olan oranları ve kısmi oksijen basıncı, belirli bir sıcaklıkta ve 1 atm'lik toplam gaz basıncında indirgeme koşullarının sağlanması için gerekli asgari oranların belirlenmesini sağlar [4].



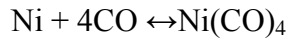
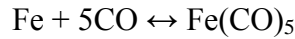
Şekil 2.4. Standart metal oksit oluşumu serbest enerjisi [17]

Çözeltilerden çökeltme

Çeşitli tekniklerde, tuzların sulu ya da sulu olmayan çözeltileri toz üretiminde başlangıç malzemesi olarak kullanılır. Çözücünün giderilmesinden sonra, katı artık malzeme ısı işlemlerle seramik ya da bazı durumlarda metalik toz haline getirilir. Çözeltiler normalde atomik ölçekte homojendirler. Ancak çözücünün uzaklaştırılmasından sonra ortaya çıkan katı malzemenin homojenlik seviyesi çözücü tekniğine bağlıdır. Oldukça ince tozlar, homojen olarak dağılmış örneğin sinterlenmeyi iyileştirmek için ilave edilen katkı malzemeleriyle elde edilen karışım tozları bu yöntemlerle üretilebilir [2,4].

Isıl bozunma

Karbonillerin termal olarak ayrışmasıyla üretilen tozlar, bu yöntemle üretilen en önemli toz grubunu oluşturmaktadır. En çok kullanılanlar demir karbonil ($\text{Fe}(\text{CO})_5$) ve nikel karbonil ($\text{Ni}(\text{CO})_4$)'dir. Oda sıcaklığında demir pentakarbonil ($\text{Fe}(\text{CO})_5$) 103°C 'de (217°F) kaynar. Nikel tetrakarbonil ($\text{Ni}(\text{CO})_4$), 43°C 'de (109°F) kaynar. Basınç 1 atm'ye düşürüldüğünde ve buna bağlı olarak sıcaklık yükseltildiğinde bu karbonillerin her ikisi de aşağıdaki reaksiyonlardaki gibi ayrışır [4,14].



Elde edilen tozların saflığı çok yüksektir (% 99,5'in üzerinde). Başlıca safsızlıklar karbon, azot ve oksijendir. Parçacık boyutunun kontrolü mümkündür. Demir karbonil tozları genellikle küre şeklindedir ve çok incedir ($10 \mu\text{m}$ 'den az), buna karşın nikel tozu gözeneksiz, ince ve oldukça düzensizdir [4, 14].

2.1.4. Atomizasyon

Atomizasyon yöntemi, ergitilebilen hemen her malzemeye uygulanabilir. Bu yöntem, özel atmosfer şartları ya da malzeme gerektiren kimyasal reaktivite haricinde katı malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerinden bağımsızdır. Özellikle, yüksek saflıktaki ve ön alaşımlanmış metallerin eriyik durumdan doğrudan toz elde edilebilmesi nedeniyle en çok tercih edilen yöntemdir. Atomizasyon işlemi, öncelikle eriyik halde bulunan metalin, pota

altındaki delikten hızlı bir şekilde akışı ve bu sırada sıvı ya da gaz jetinin etkisiyle damlacıklara, damlacıkların toza dönüşmesi şeklinde gerçekleşir. Bu yöntem ticari olarak demir, takım çelikleri, kurşun, çinko, pirinç, alaşımlı çelikler, kadmiyum tozlarının üretilmesinde kullanılmaktadır. Genellikle, atomizasyon ile üretilen tozların boyutu 150 µm 'den daha küçük olmasına rağmen daha büyük boyutlarda toz üretmekte mümkündür [3, 4, 11].

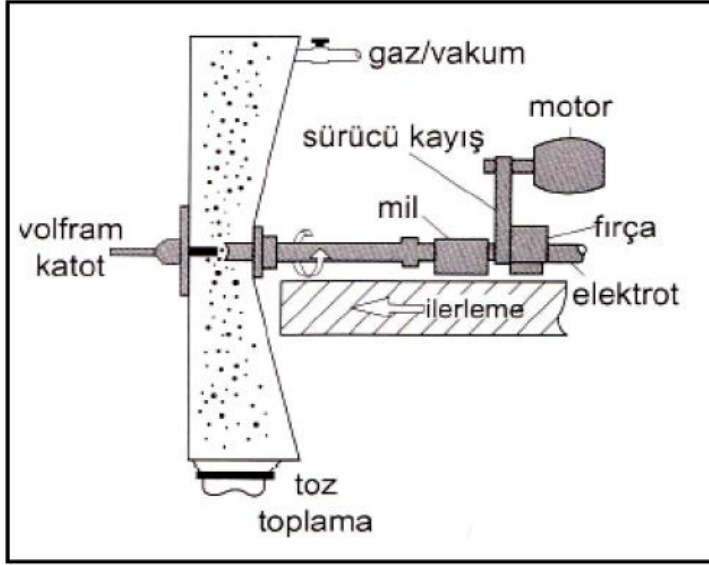
Hava, azot (N₂) ve argon sıklıkla kullanılan gazlardandır ve su (veya gazyağı-parafin) ise en çok tercih edilen sıvıdır. Atomizasyon, metal tozu üretiminde en yaygın kullanılan toz üretim yöntemidir. Bu üretim tekniği üç ana bölüme ayrılır [2].

1. Ergitme
2. Atomizasyon
3. Katılaşma ve soğuma

En çok kullanılan atomizasyon yöntemleri sıvı ve gaz atomizasyon yöntemleri olmak üzere döner disk, döner elektrot (REP) ve vakum atomizasyon yöntemleri de kullanılmaktadır.

Döner elektrot (REP) yöntemi

Döner elektrot yönteminde, tozu üretilmek istenilen metalin elektrotu ile ergimeyen tungsten elektrotu arasında ark oluşturulur. Oluşturulan arkın etkisiyle ergiyen metal, damlalar halinde savrulur ve tankta birikir. Oksitlenmeyi engellemek amacıyla tozun biriktiği tank genellikle helyum ve argon gibi asal gazlarla doldurulur. Bu yöntemle küresel ve oldukça eşit tane büyüklüğüne sahip metal tozu üretmek mümkündür [11].



Şekil 2.5. Döner elektrot (REP) yöntemi [12]

Döner disk yöntemi

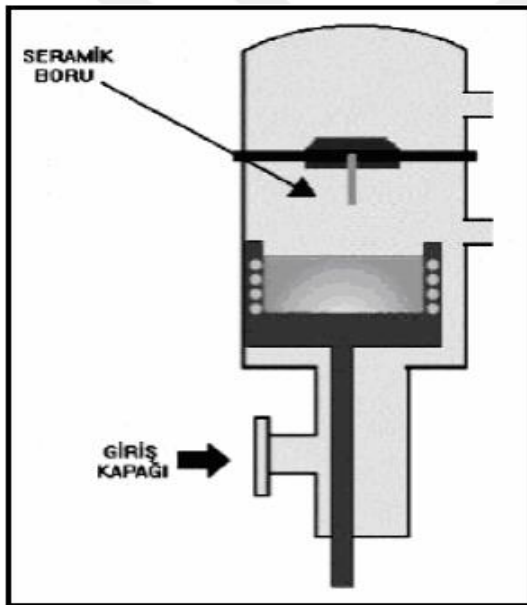
Atomizasyon yöntemleri arasında önemli bir yer tutan döner disk atomizasyonunda toz üretimi, merkezkaç kuvvetinin etkisiyle sağlanır. Bu yöntemde, iki farklı üretim tekniği bulunmaktadır. İlk yöntemde, ergiyük metale toz oluşturacak kadar merkezkaç kuvveti uygulanır. İkincisinde ise, sıvı metal sürekli dönen bir disk ya da koni üzerine akıtılır. Bunun sonucunda savrulan metalin toz haline dönüşmesi sağlanır [11].



Şekil 2.6. Döner disk yöntemi [11]

Vakum atomizasyonu

Vakum atomizasyonu diğerk adıyla ergiyik metal patlama yönteminde, indüksiyon akımıyla ergitilmiş metal yüksek basınçtaki (1-3 MPa) gaz ile (genellikle H₂ gazı) doygun hale getirilir. Daha sonra vakum uygulandığında, gaz genişip çözültiden ayrıldığında sıvı metal atomize olur. Nikel, bakır, kobalt, demir ve alüminyum esaslı alaşım tozları vakum atomizasyon yöntemiyle elde edilebilir. Bu yöntemle üretilen tozlar, diğerk yöntemlerle üretilen tozlara kıyasla daha küresel, temiz ve yüksek saflıktadır. Vakum atomizasyon yöntemiyle üretilen tozlar, en çok gaz türbin diskleri ve karmaşık şekilli parçaların enjeksiyon kalıplamayla üretilmesinde kullanılır [15,16].

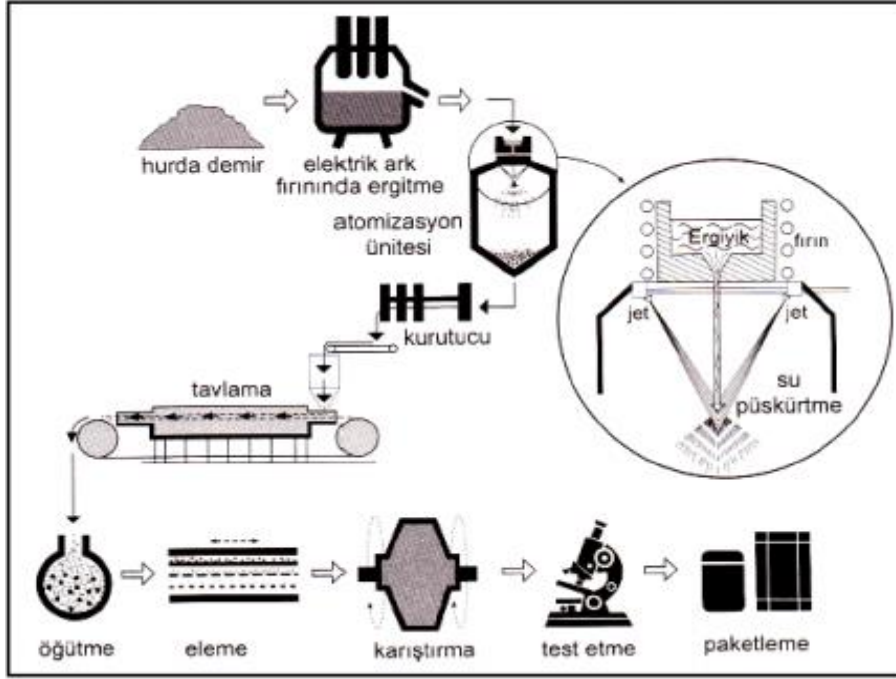


Şekil 2.7. Vakum atomizasyon yöntemi [12]

Su atomizasyonu

Su atomizasyonunda, ergiyik metalin toza dönüştürülmesinde gaz yerine su kullanılır. Ergime sıcaklığı 1600°C'den düşük olan metallerin toz üretiminde kullanılır. Bu yöntem, ergitme ocağında ergitildikten sonra nozul boyunca akışı sağlanan ergiyik metale, belirli açılarda yüksek basınca sahip su jeti yönlendirilerek metalin pulverize olması ve hızlı bir şekilde katılaşması esasına dayanır. Kimyasal ve fiziksel özelliklere etki edebilmek amacıyla suya çeşitli katkıları ilave edilebilir.

Tipik bir su atomizasyon sistemi, ergitme tesisi, atomizör, su pompalama/geri dönüşüm sistemi ve kurutma ekipmanlarını içerir[4]. Şekil 2.8’de su atomizasyon sisteminin şematik görüntüsü bulunmaktadır.



Şekil 2.8. Su atomizasyon sistemi [12]

Tonaj açısından su atomizasyonu yöntemi, metal tozları (özellikle demir içerikli) için önde gelen bir atomizasyon yöntemidir. Dünya demir tozu üretiminin yaklaşık % 60 ile % 70’i su atomizasyonu ile üretilmektedir. Bu yöntem aynı zamanda bakır ve alaşımları, nikel ve alaşımları, paslanmaz çelikler ve takım çeliklerinin toz üretiminde de kullanılmaktadır. Su atomizasyonu ile üretilen nikel alaşımlı tozlar, termal sprej kaplama ve lehimleme işlemlerinde yaygın olarak kullanılır. Bu yöntemle üretilen tozların diğer kullanım alanları; diş amalgamları, sinterlenmiş elektrik kontakları ve lehim pastalarıdır [4].

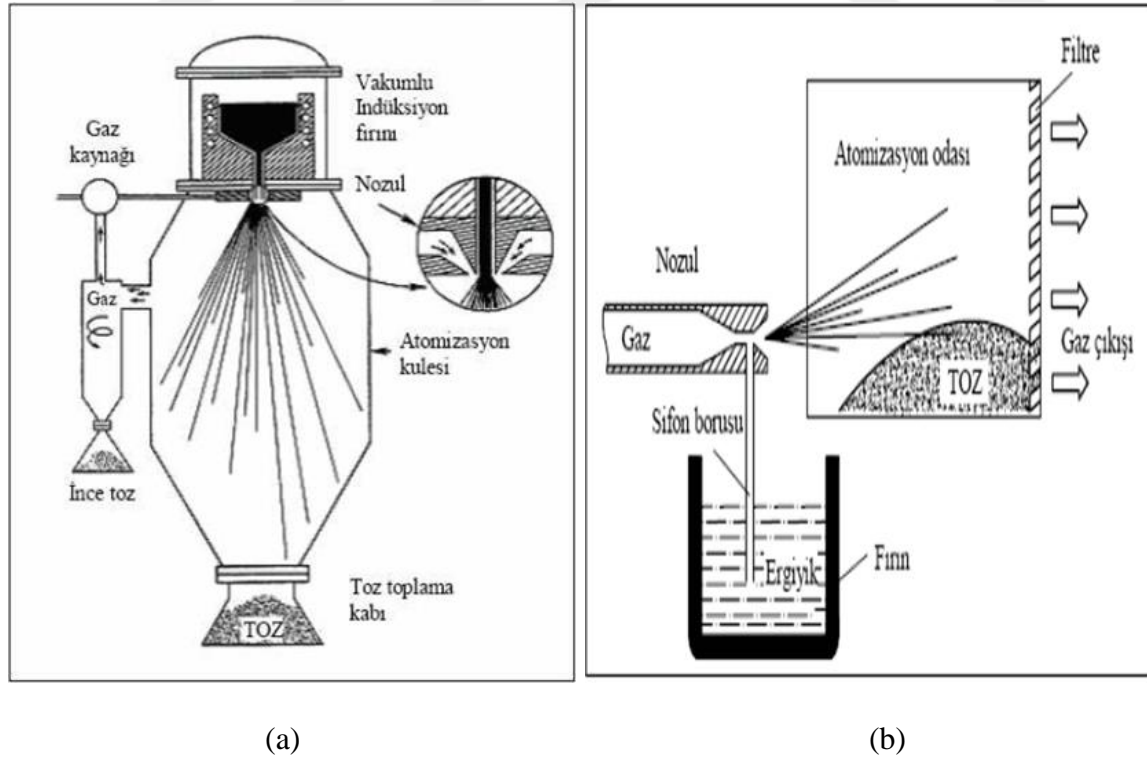
Bu yöntemle, suyla reaksiyona girmeyen, sorunsuz şekilde eriyen ve akabilen herhangi bir metalin tozu üretilebilir. Oksit oluşumundan dolayı titanyum ve süper alaşımlar gibi reaktivitesi yüksek olan metallerin toz üretiminde kullanılması muhtemel değildir [4,15].

Genel olarak su atomizasyon yöntemi diğer toz üretim yöntemlerine göre düşük maliyetlidir. Bunu nedeni, işlemde kullanılan suyun, gaz ya da hava ile karşılaştırıldığında ucuz olması ve ulaşılabilen yüksek üretim hızıdır (30 ton/sa ya da 500 kg/dk) [4].

Bu yöntemin başlıca sınırlamaları ise, su hızla soğumaya neden olduğu için bu yöntemle üretilen tozlar düzensiz şekillidir. Ayrıca, özellikle reaktif metaller ve alaşımlarda karşılaşılan toz içeriğindeki yüksek oksijen miktarıdır.

Gaz atomizasyonu

Gaz atomizasyonunda, sıvı metalin parçalanmasında hava, azot, argon ve helyum kullanılır. Metalin oksitlenmesini önlemek için, atomizasyonda kullanılan gazın türü metalin özelliklerine göre seçilir. Sıvı metal, nozül çıkışından yüksek basınçlı gazın genişlemesinin etkisiyle damlacıklara ayrılır. Gazın etkisiyle damlacıklara ayrılan sıvı metal küreselleşir, soğur ve katılarak tane boyutu dağılımları 1 mikrondan 1 mm'ye kadar değişen metal tozları üretilir. Gaz atomizasyonu ile üretilen tozlar, su atomizasyonu ile üretilen tozlara göre daha küresel yapıdadır ve bu nedenle iyi paketleme özelliği gösterirler. Ayrıca, nispeten pürüzsüz bir yüzeye sahiptir [1, 3, 18]. Şekil 2.9'da dikey ve yatay olarak tasarlanmış gaz atomizasyon ünitelerinin şematik görüntüsü bulunmaktadır.



Şekil 2.9. (a) Dikey atomizasyon ünitesi, (b) Yatay atomizasyon ünitesi [11]

Gaz atomizasyon üniteleri yatay ve dikey olmak üzere iki tiptedir. Düşük sıcaklık atomizasyon üniteleri yatay olarak tasarlanmıştır. Nozülde çıkan yüksek hıza sahip gaz genişleme bölgesine çeken sifon etkisi oluşturur. Yüksek hızdaki gaz, daha küçük damlacıklar oluşmasını sağlar. Yüksek sıcaklık metalleri için oksitlenmeyi önlemek amacıyla kapalı, dikey ve inert gaz ile doldurulmuş dikey gaz atomizasyon ünitesi kullanılır [1,3].

Gaz atomizasyon yönteminde gaz türü, ortam atmosferi, sıvı metal sıcaklığı ve nozüle girdiği andaki viskozite, alaşım türü, sıvı metal akış debisi, gaz basıncı, gaz debisi ve hızı, nozül geometrisi ve gaz sıcaklığı değişkenleri ayarlanarak kullanıma yönelik istenilen özelliklerde toz üretilmesi mümkündür [1].

2.2. Toz Karakterizasyonu

Tozun bölünemeyen en küçük birimi parçacık olarak adlandırılmaktadır. TM işlemlerinde genellikle dumandan daha büyük (0.01-1 μm), ancak kumdan daha küçük (0,1-3 μm) parçacıklarla ilgilenilir. Kullanılan tozların birçoğu, insan saçı çapı boyutundadır (25-200 μm) [1].

Herhangi bir Toz Metalurjisi prosesinin başarısı, büyük oranda metal tozlarının kontrol ve karakterizasyonuna bağlıdır. Toz üretim yöntemleri, parçacık kimyasını ve yapısını etkiler. Bu özellikler presleme sırasında tozun davranışını etkilerken, aynı zamanda sinterlenmiş malzemenin bileşimini, yapı ve özelliklerini de etkiler [3]. Yoğunlaşma sırasında oluşan sorunlar, aşağıda gösterilen toz özelliklerinden kaynaklanabilir:

1. Parçacık boyutu ve dağılımı,
2. Yüzey alanı,
3. İçyapı,
4. Bileşim, homojenlik ve kirlilik,
5. Parçacıkların topaklanması,
6. Akış ve paketleme,
7. Parçacıklar arası sürtünme.

Bu toz özellikleri toz üretim aşamasında alınan kararları gösterir [12].

2.2.1. Toz tane boyutu ölçüm yöntemleri

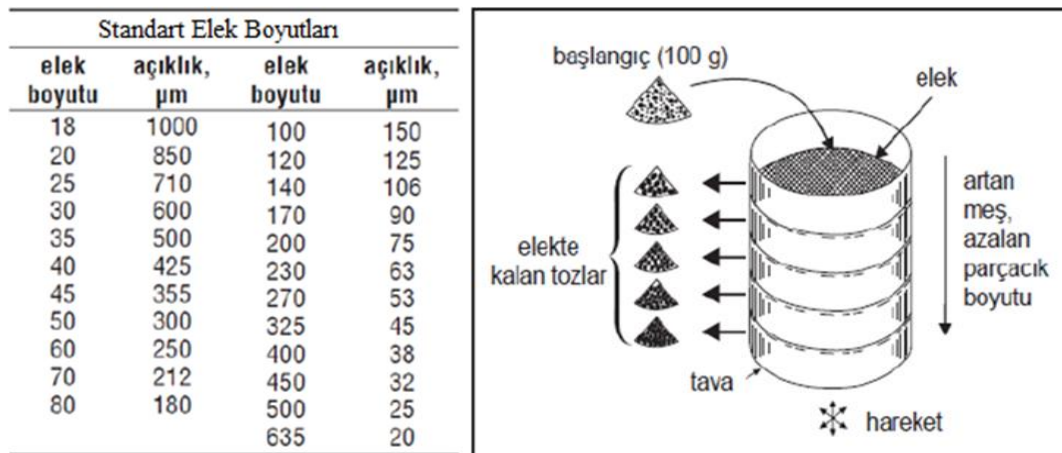
Parçacık boyutu ve boyut dağılımı, işlem sırasında metal tozlarının davranışı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Aynı zamanda, tozdan imal edilen nihai ürünün özelliklerini de etkiler. Bu nedenle aşağıdaki tane boyutu ölçüm teknikleri kullanılmaktadır:

1. Elek analizi
2. Sedimentasyon,
3. Elektriksel alan algılaması
4. Mikroskop
5. X-Işını teknikleri
6. Işık Saçılımı ve Kırınımı

Elek analizi

TM endüstrisinde, geleneksel olarak en yaygın şekilde kullanılan parçacık boyutu ölçüm yöntemi eleme işlemidir. Elekler yalnızca parçacık boyutu ölçümü için değil, aynı zamanda tozların farklı elek bölmelerine ayrılması içinde kullanılır. Bu yöntem, tane boyutu 38 μm 'den büyük olan parçacıkların boyut ölçümünde kullanılır [4,12].

Bir eleme sistemi, farklı elek aralıklarına sahip eleklerden oluşur. Bu eleklerde, tel kalınlığı ve elek aralıkları belli bir standarda göre belirlenmiştir. Şekil 2.10'da standart elek boyutları ve elek sisteminin şematik görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.10. (a) Standart elek boyutları, (b) Elek sistemi [1]

Elek analizi, birçok avantajının yanı sıra bazı problemlere de yol açabilmektedir. Eleme süresi kısa tutulduğunda küçük parçacıklar elek serisinin tamamından geçemez. Süre uzun tutulduğundaysa büyük parçacıklar aşınır ve daha küçük parçacıklar oluşur. Bir diğer problem ise, eleğe aşırı yükleme yapıldığında, küçük parçacıkların elek açıklarından geçmesi zorlaştığı için tozun sınırlayıcı elek boyutuna ulaşması engellenir. Bunun gibi nedenler, yanlış boyut analizine neden olarak yanıltıcı sonuçlar elde edilmesine sebep olur [1].

Sedimentasyon

Sedimentasyon, metal tozlarının bir sıvıdaki çökme hızına göre sınıflandırılmasına yönelik bir mekanizmadır. Bu yöntem, boyutları 0,02-100 μm arasında değişen küçük parçacıkların boyut analizinde kullanılır. İşlem, boyutu ölçülecek olan tozların su içerisinde dikkatli bir şekilde dağıtılarak homojen bir süspansiyon oluşturulmasıyla başlar. Süspansiyon içindeki tozun çökme zamanına karşı dibe çöken tozun hacim veya ağırlık ölçümleri yapılır. Bu ölçümler ışığında parçacığın boyut dağılımı hesabı yapılır.

Sedimentasyon belli sektörlerde yaygın bir şekilde kullanılan, kolay bir işlem olmasına rağmen bazı dezavantajlara da sahiptir. Dar bir boyut aralığına sahiptir. İşlem yavaştır. Isıl değişimler, Brown hareketinden kaynaklanan türbülans yanlış boyut analizine sebep olabilir [12,3].

Elektriksel alan algılaması

Bu yöntem, öncelikli olarak kan hücresi (insan alyuvarları 7,5 μm 'dir.) analizi için geliştirilmiş olsa da daha sonra tane boyutu ölçümü için de kullanılmaya başlanmıştır. İşlem, boyutu ölçülecek olan parçacıkların tuzlu su içerisinde dağıtılmasıyla başlar. Elektrolitik özellikteki bu sıvı içerisine iki elektrot daldırılır. Elektrotlardan bir tanesi cam kap içerisindedir. Sisteme akım verildiğinde, cam kap içerisindeki açıklıktan pompalanırken tuzlu suyun elektrik iletkenliği ölçülür. Tuzlu su içerisindeki dağıtılmış haldeki tozlar bu açıklıktan geçerken elektrik iletiminde bir takım değişiklikler olur. Elektrik iletkenliğinde yaşanan bu değişimler, akışkan içerisinde asılı haldeki tozları saymak ve boyut analizi yapmak için kullanılır. Bu yöntemle ölçülen en küçük parçacık boyutu 0,5-15 μm 'dir [13,1].

Mikroskop

Parçacık boyutunu belirlemenin evrensel bir yolu da, sayısallaştırmaya ve dijital ortama aktarılabilen bir görüntü elde etmeyi sağlayan mikroskobik ölçüm yöntemleridir. Bu yöntemde yaklaşım, parçacık görüntülerinin üzeri farklı boyutlardaki dairelerle örtülerek her bir boyuttaki parçacık miktarını saymaktır. Bu analiz için optik yansıtımlı ışık, geçirilen ışık, taramalı elektron veya geçirmeli elektron mikroskopları kullanılır [1].

X-Işını teknikleri

X-Işını teknikleri, parçacık boyutu çok küçük olan tozların, ortalama boyut dağılımının belirlenmesinde kullanılır. Tozların boyutları kırınım açısı ve X-Işınları şiddetine göre oluşan kırınım eğrisinin dikleşmesi ya da genişlemesine göre parçacık boyutu belirlenir. Tepenin genişlemesi küçük kristal boyutunu işaret eder. Bu yöntemde, tane boyutu genişleme miktarı B değeriyle ters orantılıdır. B genişliği arttıkça toz tane çapı küçülür. Bu teknik Brag kanununa dayanır [1,13].

$$D = 0,9\lambda/B \quad (2.1)$$

B: genişleme mesafesi

λ : dalga boyu

d: hklm düzlemindeki dikey mesafe

Θ : kırılma açısı

$$\lambda = 2.d.\text{Sin}\Theta \quad (2.2)$$

Işık saçılımı

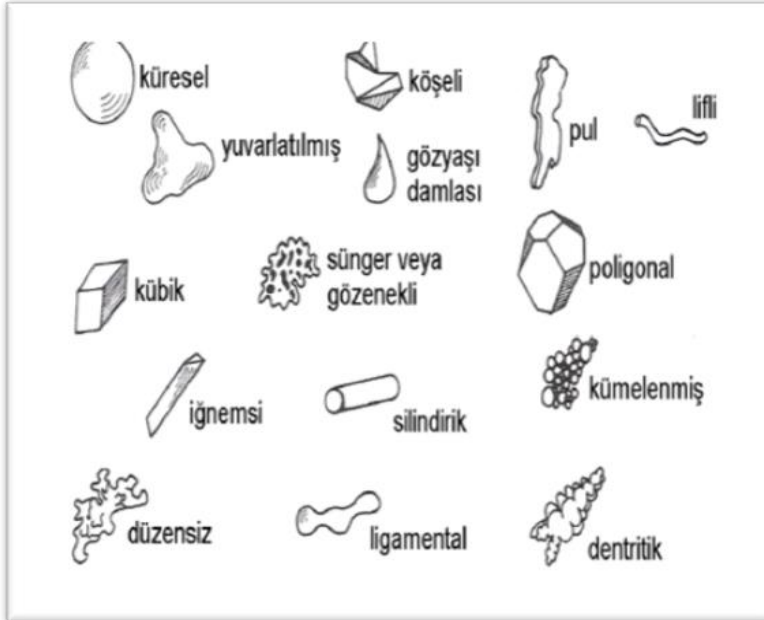
Bu yöntemde, parçacık boyutu ölçülmek istenen tozlar, su ya da uygun bir organik sıvıda dağıtılır ve bir ışık demeti yolu boyunca hareket ettirilir. Parçacıklar, ışık demetinin önünden geçerken parçacık boyutuna bağlı olarak saçılma meydana getirir. Protodektör dizileri, elektrik sinyaline dönüştürülür. Saçılma bilgileri, parçacık şeklinin küresel olduğu varsayılarak analiz edilir. Küçük açılı ileri ışık saçılımı kullanan Fraunhofer difraksiyonu 2

ile 2000 μm arasında deęişen paracık boyutlarını ölçmek için kullanılır. 0,1 μm 'ye kadar paracık boyutu daęılımını belirlemek için dięer ışık saçılımı teknikleri kullanılabilir [3].

2.2.2. Toz şekli

Bir tozun paracık şekli, dolaylı olarak üretim yöntemine baęlıdır. Doğadaki birçok toz paracıęı üç boyutludur ve bir dereceye kadar eş eksenli oldukları düşünülebilir. Küresel paracıklar, bu şeklin en basit ve en ideal örneğini temsil etmektedir. Paracıklarda çok miktarda gözeneğin varlığı, boyut ve şekil bakımından düzensizlik yaratarak herhangi bir şekil tanımlamayı zorlaştırır.

Paracık şekli; akıcılık, görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik, ham mukavemet, sinterlenebilirlik gibi özelliklere etki eder. Tozun üretilmesinde kullanılan şartların belirlenmesine yardımcı olur. Paracık şekillerinin sayısal olarak ifade edilmesi zor olduğundan; şeklin bir anlam ifade etmesi için, nitelikle ilgili tanımlayıcılar sıkça kullanılır. Şekil 2.11'de muhtemel paracık şekilleri ve uygun niteliksel tanımlamalar verilmiştir [13,1].



Şekil 2.11. Muhtemel paracık şekilleri ve önerilen niteliksel tanımlayıcılar [1]

2.2.3. Spesifik yüzey alanı

Tozun birim kütlesi başına gerçek yüzey alanı miktarı büyük önem taşır. Parçacıklar arasındaki veya toz ile çevre arasındaki herhangi bir reaksiyon bu yüzeylerden başlar. Bu, sinterlenebilmeyi etkiler. Yüksek derecede yüzey pürüzlülüğüne sahip çok düzensiz şekilli bir parçacık için, spesifik yüzey alanı çok yüksek olabilir ve bu sinterlenebilme özelliğini artıracaktır [16]. Tozların yüzey alanının artması tozların akışına ve sıkıştırılabilirliğe etki eder [13].

Bir toz parçacığının pürüzlülüğü ve dolayısıyla görünen yüzeyi, yüzey ayrıntılarının bir ölçüm yöntemi ile belirlenebilmesine bağlıdır. Yüzey alanının belirlenmesinde gaz adsorpsiyonu ve gaz geçirgenliği en çok kullanılan yöntemlerdir. Mikroskop ve diğer yöntemlerde yüzey alanının belirlenmesinde kullanılır [15,1].

2.2.4. Görünür yoğunluk ve vurgu yoğunluğu

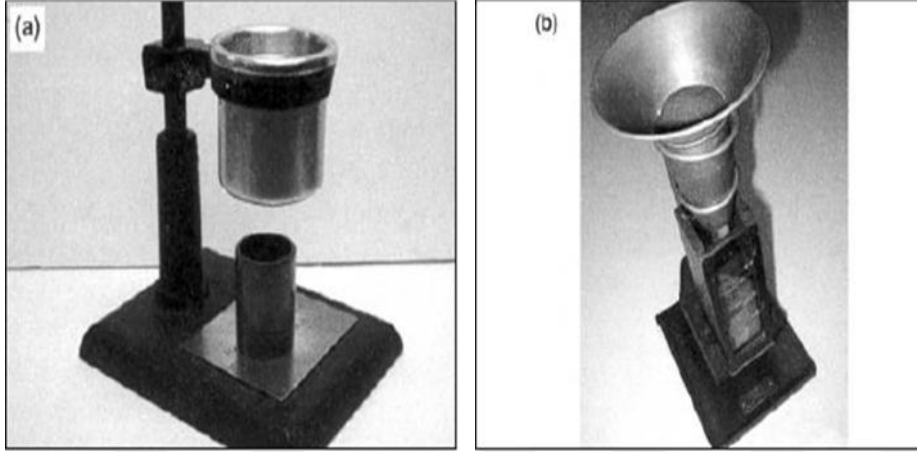
Bir tozun görünür yoğunluğu, genellikle g/cm^3 cinsinden ifade edilen sarsılmamış, diğer bir ifadeyle gevşek durumdaki yoğunluğudur. Aşağıdaki nedenlerden dolayı bir tozun en kritik özelliklerinden biridir:

1. Presleme ekipmanlarının boyutunu ve gevşek tozu preslemek ve yoğunlaştırmak için gerekli olan pres hareketlerinin büyüklüğünü belirler.
2. Başlangıçtaki tozun taşınması ve işlenmesi için kullanılan ekipman seçimini belirler.
3. Sinterleme sırasında tozun davranışını belirler.

Görünür yoğunluğu doğrudan etkileyen diğer özellikler; katı maddenin yoğunluğu, parçacık boyutu ve şekli, yüzey alanı, topoğrafya ve dağılımıdır [16].

Görünür yoğunluğu belirlemek için farklı cihazlar kullanılabilir. Standart test işlemlerinde, Hall akış ölçer (huni yöntemi) ve Scott hacim ölçer cihazları temel alınır. Her iki yöntemde de, sabit hacimdeki ($25 cm^3$) silindirik kap tamamen toz ile doldurulur. Sonra ölçülen toz kütlesi, kap hacmine bölünerek görünür yoğunluk belirlenir. Huni yöntemi, 2,5 ya da 5,0 mm çaplı deliğe sahip bir Hall hunisinden serbestçe akan tozlar için uygulanır. Kohesif tozlar, tercihen, 7,5 mm delikli, yatay salımlı bir huni ile test edilir. Scott cihazının

nispeten geniş, dört taraflı 12 mm'lik bir deliği vardır ve titreşim altında özelliklerini değiştiren kohesif tozlar için önerilir [15].



Şekil 2.12. (a) Hall akış ölçeri, (b) Scott hacim ölçer [1]

Kalıba doldurulurken tozların dağılımı homojen olmadığı için ve ölçümlerde yanılığa sebep olabilecek parçacıklar arasındaki boşlukların varlığı göz önüne alındığında vurgu yoğunluğunu belirlemek önemlidir. Vurgu yoğunluğu belirlenirken, toz silindirik bir ölçme kabına konularak sabit bir hacme gelene kadar cihazda ya da manuel olarak titreştirilir. Titreşim sonrası ölçülen hacim ağırlığa bölünerek vurgu yoğunluğu bulunur. Vurgu yoğunluğu, görünür yoğunluktan daha yüksektir [1, 10, 13].

2.2.5. Akış hızı

Toz metal parça üretim hızı, depolama konteynerlerinden kalıplara nispeten hızlı bir toz akışı gerektirir. Akış hızının belirlenmesi için standart olarak Hall akış ölçer kullanılır. Akış hızı, 50 g ağırlığındaki bir tozun Hall akış ölçerden aktığı saniye cinsinden süre olarak ifade edilir. Bu test, çalışma koşullarının çoğunda tozun küçük bir delikten akması gerekmediği için yalnızca bir karşılaştırma ve değerlendirme fırsatı verir. Kısa akış zamanı tozların serbest akışını, uzun akış zamanı ise tozlar arasında yüksek sürtünme olduğunu gösterir [1,16]. Sürtünme şartları, parçacığın spesifik yüzeyine bağlıdır. Büyük spesifik yüzeye sahip parçacıklar için sürtünme daha fazladır ve akıcılık kabiliyeti, daha küçük spesifik yüzeye sahip olan parçacıklardan daha kötüdür. Parçacık yüzeylerindeki yüksek gözeneklilik ve pürüzlülük akıcılığı daha da kötüleştirir. Parçacık şekli de bu özelliği önemli derecede etkileyen bir diğer faktördür. Açısal ya da dendritik parçacıklar, mekanik

olarak birbirlerine bağlandıklarından dolayı ki bu da tozların çıkış deliğinden akmasını engeller, kötü akıcılık gösterirler. Parçacık boyut aralığı genişletilerek ve oransal içerik değiştirilerek en uygun toz akıcılığına ulaşılabilir [10].

2.2.6. Sıkıştırılabilirlik

Sıkıştırma, toz şekillendirme de yaygın olarak uygulanır. Bu nedenle, basınca verilen tepki önemli bir toz özelliğidir [1]. Sıkıştırılabilirlik, belli miktardaki bir metal tozu kütesinin basınç altındaki yoğunlaşma kabiliyetinin bir ölçüsüdür. Bu özellik, tozun şekillendirme esnasındaki davranışını belirlediğinden oldukça önemlidir [19]. Tipik olarak, bir silindir veya dikdörtgen test parçası, aynı anda yukarıdan ve aşağıdan basınç uygulanan bir kalıpta tozun preslenmesiyle yapılır [3]. Preslenmeden sonraki ölçülen yoğunluk, numunenin ham yoğunluğudur ve sıkıştırılabilirliğin ifade edilmesinde bir temel oluşturur [1].

Tozun sıkıştırılabilirliği, metalin ya da alaşımın kendine özgü sertliği, parçacık şekli, iç gözeneklilik, parçacık boyut dağılımı, metalik olmayanların varlığı, elementlerin ya da katı yağlayıcıların eklenmesi gibi faktörlerden etkilenir [3]. Alternatif olarak, sıkıştırılabilirlik yoğunlaşma parametresi ile tanımlanır [3].

$$\text{Yoğunlaşma parametresi} = \frac{\text{Ham yoğunluk} - \text{Görünür yoğunluk}}{\text{Teorik yoğunluk} - \text{Görünür yoğunluk}} \quad (2.3)$$

2.2.7. Ham mukavemet

Ham mukavemet, parçanın sinterlenmemiş yani ham haldeki mukavemetidir. Bu özellik, ham kompaktın sinterleme öncesinde boyutunu ve şeklini muhafaza edebilme yeteneğini gösterdiği için oldukça önemlidir. Ham mukavemet, aşağıdaki faktörler tarafından desteklenmektedir:

- Mekanik kenetlenme için daha fazla alan olduğundan parçacık yüzey pürüzlülüğünün artırılması,
- Toz yüzey alanının artırılması. Bu düzensizliği artırarak ve parçacık boyutunu azaltarak elde edilir.
- Tozun görünür yoğunluğunu azaltmak. Bu ilk iki faktörün bir sonucudur.
- Parçacık yüzeyinde oksitlenmeyi ve kirliliği azaltmak,

- Mekanik kenetlenmeyi engelleyen bazı katkı maddelerinin miktarını azaltmak [16].

Standart ham mukavemet testi, 12,7 mm'ye 31,7 mm boyutlarında, 6,35 mm kalınlığındaki numunenin çapraz eğme testidir. Ham mukavemet Eş. 2.4'e göre hesaplanır [16].

$$\text{Ham Mukavemet} = \frac{3PL}{2wt^2} \quad (2.4)$$

P: kopma yükü, N

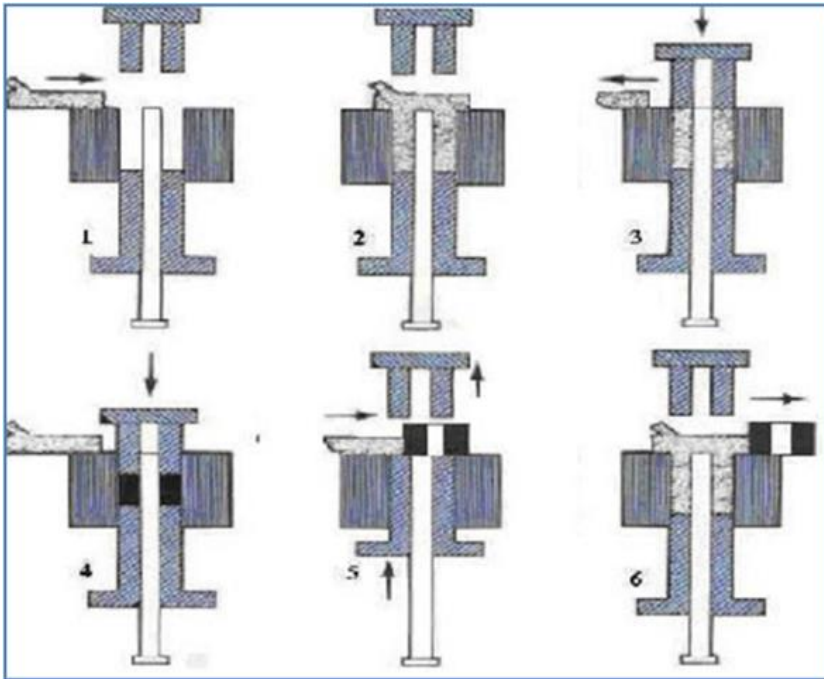
L: destek çubukları arasındaki mesafe, mm

t: numune kalınlığı, mm

w: numunenin genişliği, mm

2.3. Presleme

Toz Metalurjisi işleminde, en önemli aşamalardan bir tanesi de tozların şekillendirilmesidir. Tozlar, farklı yöntemlerle yüksek basınç altında sıkıştırılır. Pek çok sıkıştırma yöntemi kullanılır. Ancak, toz metal parça üretimi için en yaygın kullanılan yöntem, rijid bir kalıpta tek eksenli sıkıştırma yöntemidir [4].



Şekil 2.13. Tek yönlü presleme işlemi [8]

Metal tozlarının sıkıştırılmasında temel amaçlar aşağıdaki gibidir:

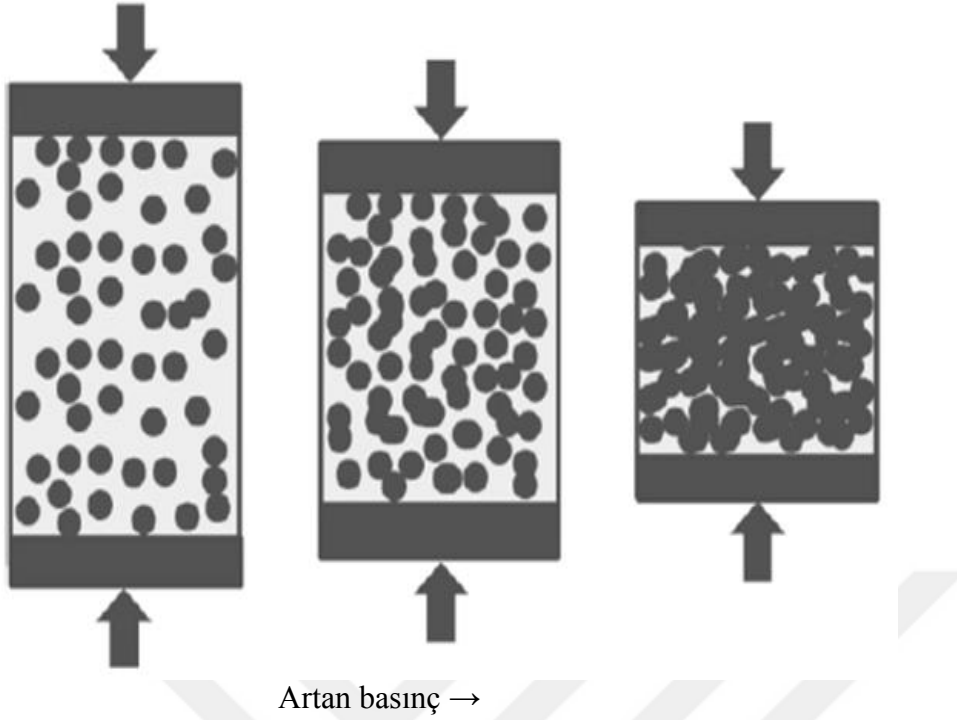
- Tozu istenilen şekle getirmek,
- Sinterlenmeden kaynaklanan boyutsal değişiklikleri de göz önünde bulundurarak mümkün olduğunca arzu edilen boyutlarda parça üretmek,
- Arzu edilen tipte ve seviyede gözenek elde etmek,
- Parçaya bir sonraki adım için yeterli mukavemet kazandırmak [16].

Sıkıştırma işlemi izostatik, hacim deformasyonu ve eksenel olmak üzere üç farklı uygulamayla gerçekleştirilmektedir. Eksenel sıkıştırma, tek ve çift yönlü olabileceği gibi soğuk, ılık ve sıcak sıkıştırma şeklinde de uygulanabilir. İzostatik sıkıştırma da soğuk ve sıcak olarak gerçekleştirilebilir. Hacimsel deformasyon işlemleri de toz dövme, toz ekstrüzyon ve toz haddeleme işlemlerini kapsar [5].

Tozların rijid bir kalıpta basınç uygulanarak sıkıştırılması klasik bir şekillendirme işlemidir. Kalıpta sıkıştırma işleminde, tam yoğunluğun % 90'ına ulaşmak mümkündür. Çok küçük parçacıklar için bu işlem, birkaç saniyelik zaman döngüsünde gerçekleştirilebilir.

Tozlar sıkıştırılırken sıvılar gibi tepki vermezler. Sıkıştırılan kompakt parçanın her noktası aynı yoğunluğa sahip değildir. Bunun nedeni ise, toz ve kalıp duvarları arasında ve parçacıklar arasında oluşan sürtünme nedeniyle uygulanan basıncın, her noktaya aynı şekilde iletilmemesidir. Uygulanan presleme tekniğinin türü, preslenecek malzeme ve yağlayıcının türü ve kullanılacak malzemenin türü, elde edilecek ham parçanın yoğunluğunda önemli bir rol oynamaktadır.

Presleme işlemi sırasında kalıp duvarlarındaki sürtünmeden kaynaklanan stres ve yoğunluk gradyanı dikkate alınmazsa, elde edilen kompakt yoğunluk yalnızca presleme basıncının bir fonksiyonudur [10]. Şekil 2.14'de presleme sırasında basınç artışıyla gerçekleşen süreçler gösterilmiştir.



Şekil 2.14. Basınç artışıyla birlikte gerçekleşen süreçler [10]

Presleme sırasındaki süreç aşağıdaki gibidir;

1. Öncelikle basınç artışıyla birlikte parçacıkların yeniden düzenlenmesi meydana gelir. Oluşan köprüler kalkar ve boşluklar doldurulur.
2. Plastik deformasyon nedeniyle parçacıklar arasındaki bağlantı artar. Oksit tabakası dağılır ve parçacıkların mekanik kilitlenmesiyle aglomera oluşumu meydana gelir.
3. Daha sonra, basınç artışı devam ettikçe parçacıklar arasında, temas yüzeyinde artış meydana gelir. Parçacıklar arasındaki adhezyon artar ve plastisite özelliklerini kaybeden tozlar parçalanır [10]. Basıncın artışıyla ham yoğunluk ve ham mukavemet artar.

2.4. Sinterleme

Kalıpta sıkıştırılarak şekillendirilen toz metal parçalar, basıncın etkisiyle mekanik olarak kenetlenir ve kısmen soğuk kaynaklanma meydana gelir. Bu mekanizmalar sonucunda elde edilen ham mukavemet, ancak parçanın taşınması ve stoklanması için yeterlidir. Bu nedenle, şekillendirilen toz metal parçalar, kullanımdan önce uygun bir sıcaklıkta sinterlenir.

Sinterleme, şekil kazandırılmış gözenekli yapıdaki tozların spesifik yüzey alanının küçülmesi, parçacıkların temas noktalarının büyümesi ve bunun sonucunda da gözenek şeklinin değişmesi ve gözenek hacminin küçülmesiyle sonuçlanan bir ısı işlemidir.

Sinterleme birbirleriyle temas halindeki parçacıkların yüksek sıcaklıkta birbirine bağlanmasını sağlar [1]. Bu bağlanma ile birlikte parçanın sertlik, mukavemet, manyetik ve elektriksel özellikler, ısı genleşme ve korozyon direnci gibi özelliklerinde iyileşme olur. Tek bileşenli sistemlerde sinterleme, ergime sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda katı hal difüzyonu ile gerçekleşir. Çok bileşenli sistemlerde ise, ergime sıcaklığı en küçük olan bileşenin ergime sıcaklığını üzerindeki sıcaklıklarda sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir.

2.4.1. Katı-hal sinterleme

Katı hal sinterlemede şekillendirilmiş ham parça, tipik olarak erime noktasının 0,5-0,9'u kadar olan bir sıcaklığa ısıtılır. Bu sinterleme de hiç sıvı faz bulunmaz ve katı halde atomik difüzyon, parçacıkların birleşmesini ve gözenekliliğin azalmasını sağlar [20].

Herhangi bir katı hal sinterleme sürecinin itici gücü yüzey enerjisinin azalmasıdır. Bu;
-parçacık temas alanlarının büyümesinden dolayı spesifik yüzey alanının azalmasına,
-gözenek hacminde azalmaya ve/veya gözeneklerin küreselleşmesine,
-toz parçacıkların içerisinde üretim aşamaları sırasında oluşabilecek dislokasyon, atom boşlukları gibi kafes kusurlarının elimine edilmesine neden olur [15].

Tek bileşenli malzemelerin katı hal sinterlenmesi, sinterlemenin en iyi anlaşılan şeklidir. Sinterlemenin teorik analizinde kullanılan farklı yaklaşımlar mevcuttur. Ancak bu yaklaşımların sınırlamaları vardır. Çünkü farklı şekillerde ve büyüklükte parçacıkların olduğu gerçek toz sistemlerini tam olarak açıklayamazlar. Çoğu teori, tozların yüksek saflıkta ve küresel olduğunu varsayar. Ancak tozlar düz değildir; kavisleri vardır. Kavisli yüzeylerde daima gerilme vardır. Aşağıdaki Eş. 2.5 (Laplace eşitliği), kavisli yüzey ile ilgili gerilmeyi gösterir:

$$\sigma = \gamma \left[\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right] \quad (2.5)$$

Bu eşitlikte, γ yüzey enerjisini, r_1 ve r_2 ise temel eğrilik yarıçaplarını gösterir. Yarıçap buhar fazında olduğunda, diğer bir deyişle, yüzey iç bükey olduğunda, negatif işaretli olduğu kabul edilir ve yüzey basınç altındadır. Düz bir yüzeyde hiçbir zaman gerilme olmaz. Sinterleme sırasında dış bükey bölgeden gelen atomların iç bükey bölgelere geçmesi beklenir [4].

Kavisli bir yüzeydeki atomlar ve boşlukların kimyasal potansiyelleri, yüzeyin eğriliğine bağlı olarak değişir. Yüzeydeki bir bölgeden diğerine değişen potansiyel farkı, atomların serbest enerjisini düşürmek için difüzyonel bir atom akışına yol açar [4]. Şekil 2.15’de kavisli bir yüzeydeki boşlukların akış yönlerinin şematik gösterimi bulunmaktadır. Buna göre, basma gerilmeleri altındaki dış bükey yüzeylerin altında boşluk konsantrasyonu normale göre düşüktür (düz yüzeylere göre). Çekme gerilmeleri altındaki iç bükey yüzeylerde ise boşluk konsantrasyonu normale göre yüksektir. Boşluk konsantrasyonlarında oluşan bu fark iç bükey bölgelerden dış bükey bölgelere difüzyonel boşluk akışı, aynı şekilde dış bükeyden iç bükey bölgelere de difüzyonel atom akışına yol açar.



Şekil 2.15. Kavisli bir yüzeydeki boşlukların akış yönlerinin şematik gösterimi [4]

Atom ve boşluğun kimyasal potansiyellerindeki gradyanlar tarafından belirlenen difüzyonel atom akışı Eş. 2.6’deki gibi ifade edilebilir:

$$J = - \frac{DC_a(\Delta\mu_a - \Delta\mu_v)}{\Omega kT} \quad (2.6)$$

Bu eşitlikte D atomlar için öz yayılım katsayısı, k Boltzman sabiti, Ω atom hacmidir. Basınç ve yüzey eğriliği etkisini içeren boşluğun kimyasal potansiyeli μ_v aşağıdaki Eş. 2.7'deki verilmiştir.

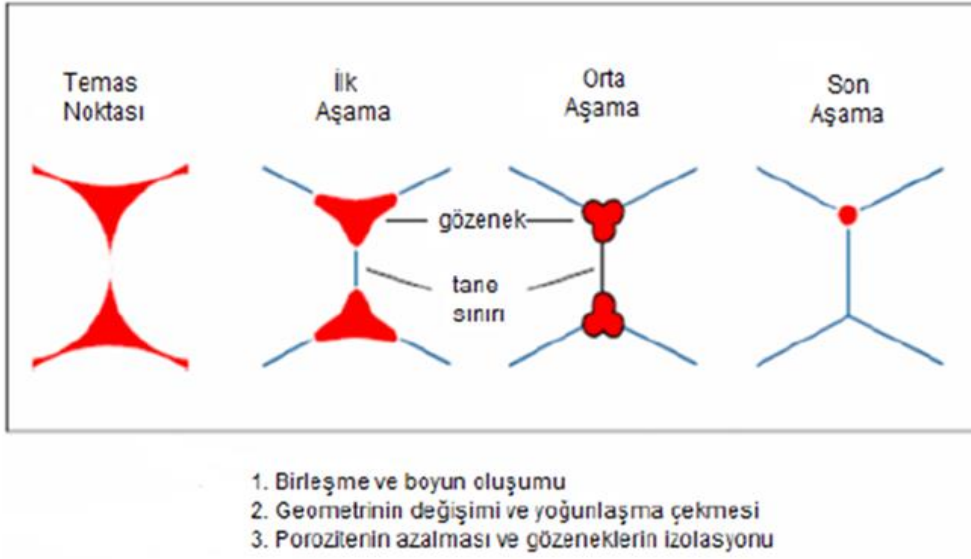
$$\mu_v = \mu_{v0} + (p + \gamma_{sv}K)\Omega + kT \ln C_x \quad (2.7)$$

Burada K eğrilik, Ω boşluk hacmi, C_v boşluk konsantrasyonudur. Benzer şekilde, atomların kimyasal potansiyelleri Eş. 2.8'deki gibi gösterilir [4].

$$\mu_a = \mu_{a0} + (p + \gamma_{sv}K)\Omega + RT \ln C_a \quad (2.8)$$

2.4.2. Sinterleme aşamaları

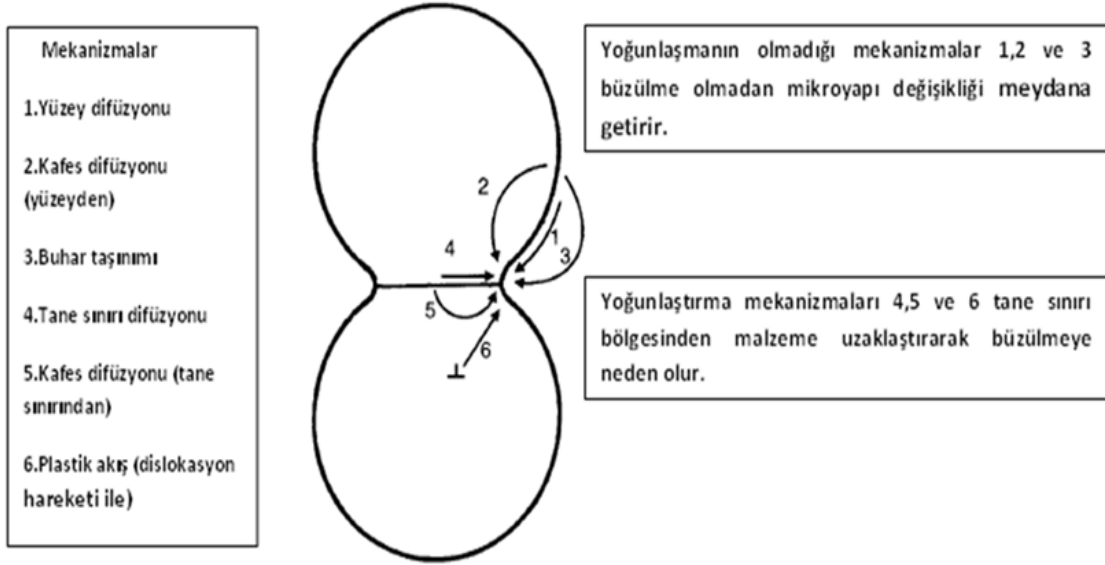
Başlangıçta ayrı parçacıklardan oluşan bir toz kompaktının mikroyapısı, sinterleme esnasında sürekli olarak değişir. Bu nedenle, sinterleme sürecinin mikroyapı açısından tanımlanan üç aşamaya ayrılması inceleme kolaylığı açısından uygundur. İlk aşama, yeterli derecede atom hareketliliği sağlandığında başlar. Bu aşamada, bireysel parçacıklar arasında keskin bir şekilde iç bükey boyunlar oluşur. Yoğunlaşma miktarı düşüktür. Tipik olarak, doğrusal çekmenin %5'i kadardır. Eğer irileşme mekanizmaları çok aktifse, yoğunlaşma çok daha düşük olabilir. Ara aşamada, yüksek kavisler ılımlı hale getirilmiştir. Mikroyapı, katı parçacıklar ve sürekli kanal benzeri gözeneklerin üç boyutlu iç içe geçmiş bir ağından oluşmaktadır. Bu aşamada, %5-10 arasında gözeneklilik olduğu kabul edilir ve bu nedenle yoğunlaşmanın büyük bir bölümünü kapsar. Tane irileşmesi önemli hale gelir. Sinterleme ilerledikçe, kanal benzeri gözenekler izole, kapalı gözeneklere dönüşür ve bu da son aşamanın başlangıcını işaret eder. Tane irileşmesi, son aşamada daha fazla olabilir ve gözenekliliğin son birkaç yüzdesinin giderilmesinde, genellikle zorluklar yaşanmaktadır [20]. Şekil 2.16'de sinterleme aşamalarının şematik görünümü verilmiştir.



Şekil 2.16. Sinterleme aşamaları [5]

2.4.3. Sinterleme mekanizmaları

Kristal malzemelerin sinterlenmesi, buhar taşınımı (buharlaştırma/yoğunlaşma), yüzey difüzyonu, kafes (hacim) difüzyonu, tane sınırı difüzyonu ve dislokasyon hareketi olmak üzere birkaç mekanizma ile meydana gelebilir. Şekil 2.17 sinterlenen iki parçacık arasındaki madde taşınım yollarını şematik olarak göstermektedir. Yoğunlaşmanın olduğu ve olmadığı mekanizmalar arasında bir ayırım yapılır. Buhar taşınımı, yüzey difüzyonu ve parçacık yüzeylerinden boyuna kafes difüzyonu, boyun büyümesine ve yoğunlaşma olmaksızın parçacıkların irileşmesine neden olur. Tane sınırı difüzyonu ve tane sınırından boyuna kafes difüzyonu, polikristal seramiklerde en önemli yoğunlaşma mekanizmalarıdır. Tane sınırlarından gözeneklere olan difüzyon, boyun büyümesine ve büzülmeye (yoğunlaşmaya) izin verir. Dislokasyon hareketi ile plastik akış, sinterleme gerilimine tepki olarak parçacıkların deformasyonu (sürünme) yoluyla boyun büyümesine ve yoğunlaşmaya neden olabilir. Plastik akışı, metal tozlarının sinterlenmesinde daha yaygın olarak görülür. Tane sınırının oluşmadığı cam tozlar için, yoğunlaşma ve boyun büyümesi parçacıkların deformasyonunu içeren viskoz akışla oluşur [20].



Şekil 2.17. İki parçacık için sinterleme mekanizmalarının şematik gösterimi [20]

2.4.4. Yoğunlaşma ve tane irileşmesi

Çeşitli sinterleme mekanizmaları, bağımsız bir şekilde çalışmaz. Buhar taşınımı ve yüzey difüzyonu yoğunlaşma mekanizmasıyla rekabet halindedir. Mikroyapının irileşmesine ve sinterleme için itici gücün azalmasına neden olurlar ve yoğunlaşma hızında belirgin bir azalma meydana gelebilir. Bu nedenle, sinterlemenin yoğunlaşma ve irileşme arasında bir rekabet içerdiği söylenebilir. İrileşme mekanizmaları etkin olduğunda oldukça gözenekli parçalar üretilir [20].

2.4.5. Sıvı-faz sinterleme

Sıvı faz sinterleme yöntemi yaygınlaşmakta ve malzemenin sinterleme döngüsünün tamamı veya bir kısmı boyunca sıvı fazın mevcudiyeti, yoğunlaştırma için kullanılmaktadır [16].

Sıvı faz sinterleme üç aşamada gerçekleşmektedir:

- Yeniden düzenlenme,
- Çözelti ve tekrar çökeltme,
- Katı faz bağlanma.

Yeniden düzenlenme

Bu aşamada, eriyik katıyı ıslatmalıdır; buna, katı yüzeyi ıslatan sıvı tarafından uygulanan kılcal kuvvete bağlı olarak hızlı başlangıç yoğunlaşması eşlik eder. Sistem yüzey enerjisini en aza indirdiği için gözeneklilik büyük ölçüde azalır. Müteakip yeniden parçacık düzenlenmesi sırasında, kılcal etkiye viskoz bir katı olarak tepki verirler. İşlem, sıvı miktarına, parçacık boyutuna ve eriyik içindeki katının çözünürlüğüne bağlıdır. Genellikle, daha ince boyutlu parçacıklar daha iyi yeniden düzenlenme sağlar [3].

Çözelti ve tekrar çökme

Bu aşama da, çözünürlük ve difüzyon etkileri baskın hale gelir: bir mikroyapısal değişim yani irileşme meydana gelir: Bu, aynı zamanda Ostwal olgunlaşması olarak da bilinir; burada, küçük taneler daha hızlı çözünür ve daha iri taneler üzerine çöker. Sonuç olarak, irileşme meydana gelir. Bu aşamadaki yoğunlaşma, ilk aşamadaki büyüklükte değildir [3].

Katı faz bağlanma

Bu aşama da, katı iskeletin varlığı nedeniyle yoğunlaşma yavaştır. Bu, aşağıdaki iki durumda belirgindir.

- Eriyiğin hacim boyutu çok düşük olduğunda ve eriyik katı partikülü ideal bir şekilde ıslatmazsa.
- Sıvı faz sinterlemenin başlangıcında, düşük ergime noktalı bileşenin katı parçacıkta tamamen çözüldüğü yerlerde [3].

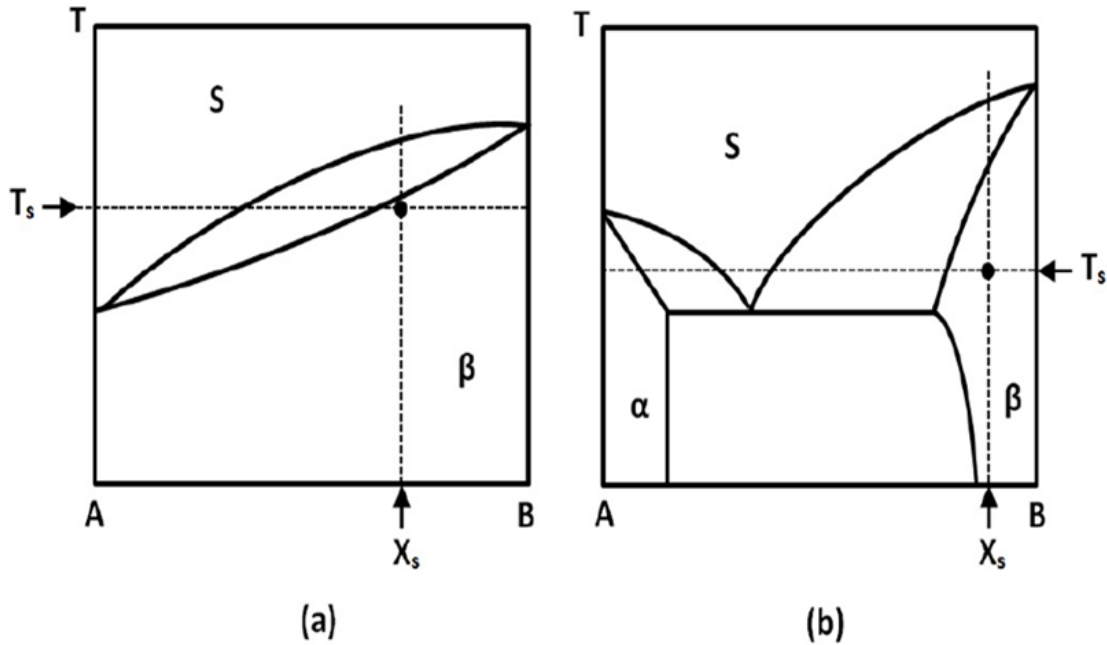
2.4.6. Geçici sıvı faz sinterleme

Geçici sıvı faz sinterleme, sıvı faz sinterlemenin alternatif bir şeklidir. Sıvı fazın esas malzemede yüksek bir çözünürlüğe sahip olduğu karışım toz sistemlerinde görülür. Örnek olarak Cu-Sn, Cu-Al, Ni-Cu, Fe-Mo-C, Fe-P ve Fe-Ti alaşımları verilebilir [4].

Kalıcı bir sıvı fazın var olduğu klasik sıvı faz sinterlemeden farklı olarak, geçici sıvı faz sinterlemede ki sıvı, katı içerisinde yüksek bir çözünürlüğe sahiptir. Sonuç olarak, ısıtma sırasında oluşan sıvı daha sonra alaşım oluşumu ile birlikte kaybolur.

Geçici sıvı faz sinterleme de, sıvı fazın kısa süreli varlığı nedeniyle tane irileşmesi elimine edilir ve homojen boyut değişikliği meydana gelir. Ancak, sıvı faz birkaç işlem parametresine bağlı olduğu için, geçici sıvı faz sinterleme parçacık boyutu, katkı maddesi miktarı, ısıtma hızı ve maksimum sıcaklık gibi işlem koşullarına karşı oldukça duyarlıdır [4].

Şekil 2.18'de geçici sıvı faz sinterlemenin olası koşullarını gösteren ikili faz diyagramları bulunmaktadır. Karışım tozlarda, düşük sıcaklıktaki bileşen ergitilerek ya da ötektik oluşumuyla geçici bir sıvı faz oluşturulur. Son kompozisyon, tek fazlı bir bölgededir.



Şekil 2.18. Geçici faz sinterlemenin olası koşullarını gösteren ikili faz diyagramları [4]

2.4.7. Süper katıgen sıvı faz sinterleme

Süper katıgen sıvı faz sinterleme de karışım tozlar yerine ön-alaşımli tozları kullanılır. Ön-alaşımli tozlar, sıvı fazın oluşabilmesi için sıvılaştırma ve katılaştırma sıcaklıkları arasında bir sıcaklığa ısıtılır. Sıvı faz en çok bir parçacık içindeki tane sınırlarında, parçacıklar arasındaki boyun bölgelerinde ve tanelerin iç kısımlarında oluşur. Sonuçta, yarı-katı parçacıklar yumuşar ve kılcal etkiden dolayı yeniden düzenlenme ile hızla yoğunluk artışı olur. Sıvı fazın oluştuğu bölgeler, tozun mikroyapısı, alaşım kimyası, parçacık boyutu ve ısıtma oranı gibi çeşitli faktörlere bağlıdır. Bu işlem, ergime aralığı geniş olan sistemlere

uygulanır ve büyük parçacıklar ile yüksek oranda yoğunlaşma sağlandığı için avantajlıdır. Bu yöntem, takım çelikleri ve paslanmaz çeliklerin üretiminde uygulanır [1,4].

2.5. Sinterleme Yöntemleri

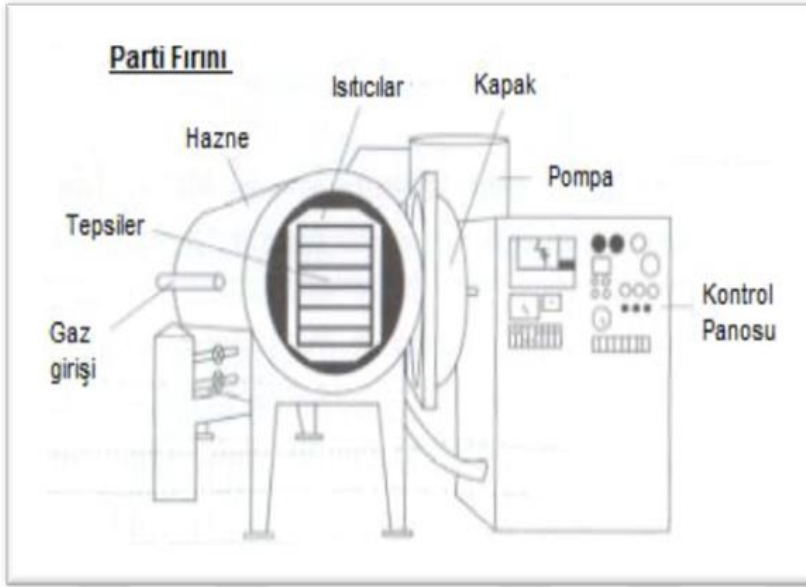
2.5.1. Geleneksel sinterleme

Sinterleme fırınları, sinterleme işlemi sırasında sıcaklığı ve zamanı kontrol eder. Ayrıca, indirgeyici atmosferi muhafaza eder. Yağlayıcı ve bağlayıcıların yok edilmesini sağlayarak sinterleme sonrası ısıtım işlemi imkânı sağlar. Sinterleme fırınları, parti tipi ve sürekli fırınlar olarak sınıflandırılır. Bu fırınlar, daima gaz geçirmez fırın kabuğuna ya da indirgeyici atmosferi korumak için gaz geçirmez potalara sahiptir [1,3].

Parti tipi fırınlar

Parti tipi fırınlar, üretilecek parça miktarının sürekli fırınların kullanılmasını gerektirmediği durumlarda, koruyucu atmosferde sinterleme için kullanılır. Parti tipi fırınlar, kutu tipi ve çan tipi fırınlar olmak üzere iki çeşittir. Çan tipi fırınlar, özellikle çok iyi bir atmosfer kontrolü gereken durumlarda, metal toz kompaktların sinterlenmesinde kullanılır [3].

Parti tipi fırınlarda sinterlenecek malzemeler soğuk fırına yüklenir. Fırın kapağı kapatıldıktan ve işlem atmosferi oluşturulduktan sonra fırın belirlenen sinterleme sıcaklığına ısıtılır [1]. Şekil 2.19’de parti tipi fırının şematik görüntüsü bulunmaktadır.

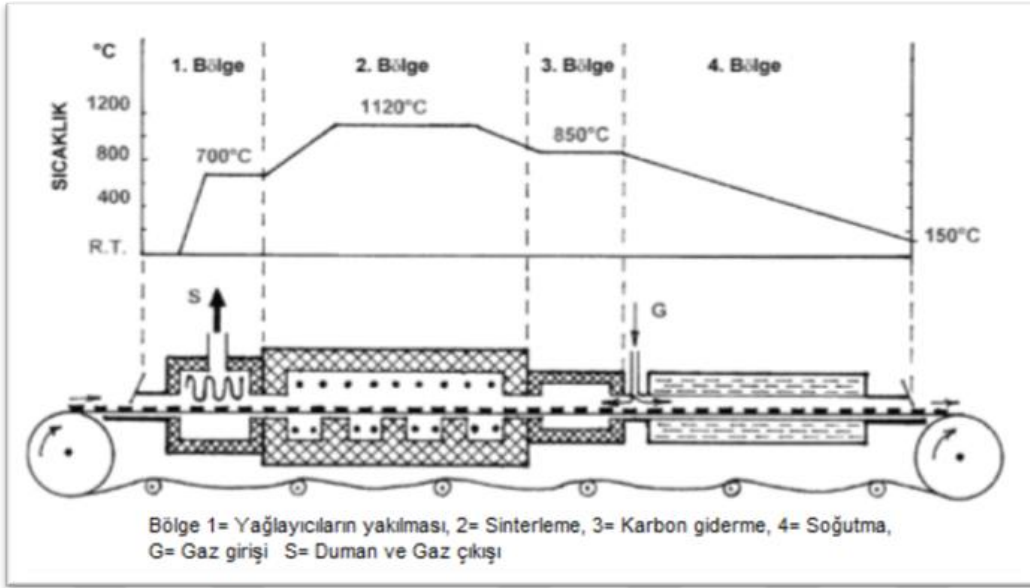


Şekil 2.19. Parti tipi fırının şematik görüntüsü [1]

Sürekli fırınlar

Sürekli fırınlar, büyük hacimli üretim çalışmaları için kullanılır. Fırının üç bölgesi (yağlayıcı giderme, sinterleme, soğutma) boyunca toz kompaktlarının hareketi sürekli olarak gerçekleşir. Sürekli fırınlar, örgü bantlı konveyör fırını, seramik bantlı konveyör fırını, silindir ocaklı fırın, itici fırın, yürüme-ışını fırını, sürekli vakum fırını da dâhil olmak üzere farklı tasarımları mevcuttur [3,4].

Tipik bir sürekli sinterleme fırınında, dört ayrı bölge bulunur. Bunlar; ön ısıtma bölgesi, yüksek ısı (sinterleme) bölgesi, geçiş (yavaş soğutma) bölgesi ve soğutma bölgesidir. Ön ısıtma bölgesinin işlevi, presleme sırasında kullanılan yağlayıcıları ham toz metal parçasından uzaklaştırmaktır. Yüksek ısı bölgesinde, ayrı haldeki toz parçacıkları sinterlenirken aynı zamanda, parçanın büzülmesine bağlı olarak yoğunlukta artış olmaktadır. Yavaş soğutma bölgesi, fırının sıcak ve soğuk bölgeleri arasında termal stresin azalmasını sağlar. Geçiş bölgesi olarak mikroyapı gelişimine yardımcı olabilir. Nihai soğutma bölgesinde ise, TM parçalar fırından çıkmadan önce atmosfer altında oksitlenme oluşmadan soğutulur [4].

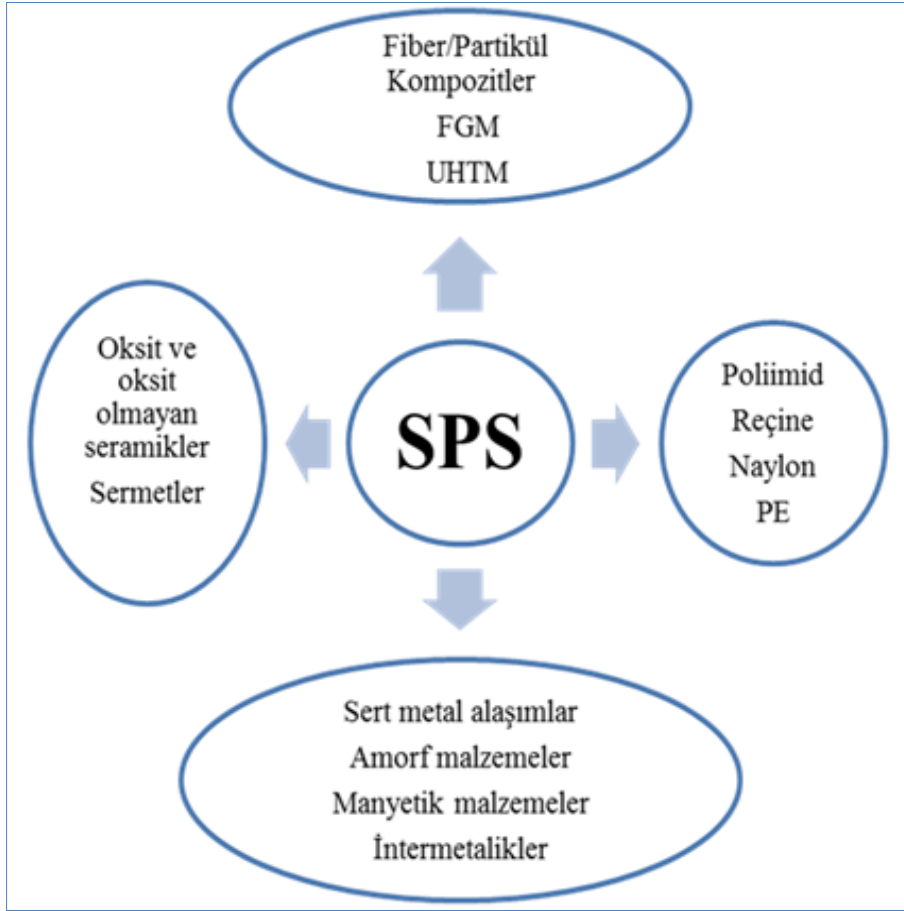


Şekil 2.20. Sürekli fırının şematik görüntüsü [5]

2.5.2. Hızlı sinterleme yöntemleri

Spark plazma sinterleme

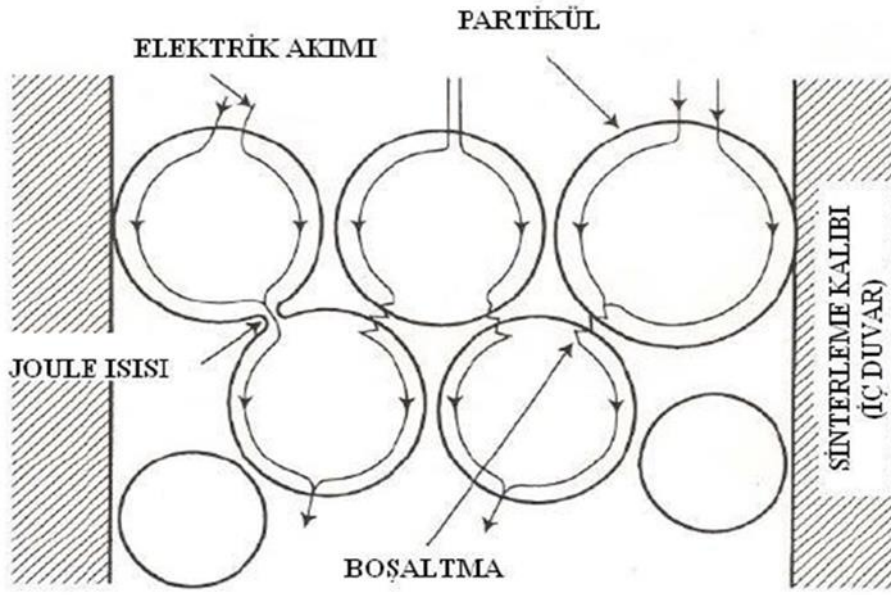
Spark Plazma Sinterleme (SPS), kısa sürelerde ve düşük sıcaklıklarda sinterlenmeyi ve sinter-bağlanmayı mümkün kılan, yeni geliştirilen bir sentez ve proses tekniğidir. Hızlı bir sinterleme tekniği olarak kabul edilir. Mikrodalga sinterleme ve kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezine (SHS) benzer şekilde kendi kendine ısıtma eylemini kullanmaktadır. SPS sistemleri sıcak pres (HP), sıcak izostatik presleme (HIP) veya atmosferik fırınların kullanıldığı geleneksel sistemlere kıyasla işlem kolaylığı, sinterleme enerjisinin doğru kontrolü, yüksek sinterleme hızı, yüksek yoğunluk eldesi, yüksek üretilebilirlik, emniyet ve güvenilirlik gibi birçok üstünlüğe sahiptir. SPS prosesi, geleneksel sinterleme işleminin zor olduğu intermetalik bileşikler, fiber takviyeli seramikler, metal matrisli kompozitler ve nanokristal malzemelerin sinterlenmesinde kullanılır. Şekil 2.21 SPS prosesinin kullanıldığı malzemeleri göstermektedir [21].



Şekil 2.21. Üretiminde spark plazma sinterlemenin kullanıldığı malzeme örnekleri [21]

SPS teknolojisinin tarihi, 1930’larda ABD’de sinterleme işleminde elektrik enerjisinin kullanılmasına dayanır. Japonya’da 1960’larda geliştirilmiş ve patentlendirilmiştir. 1980 ve 1990’lara dek gelişimi devam etmiştir [21].

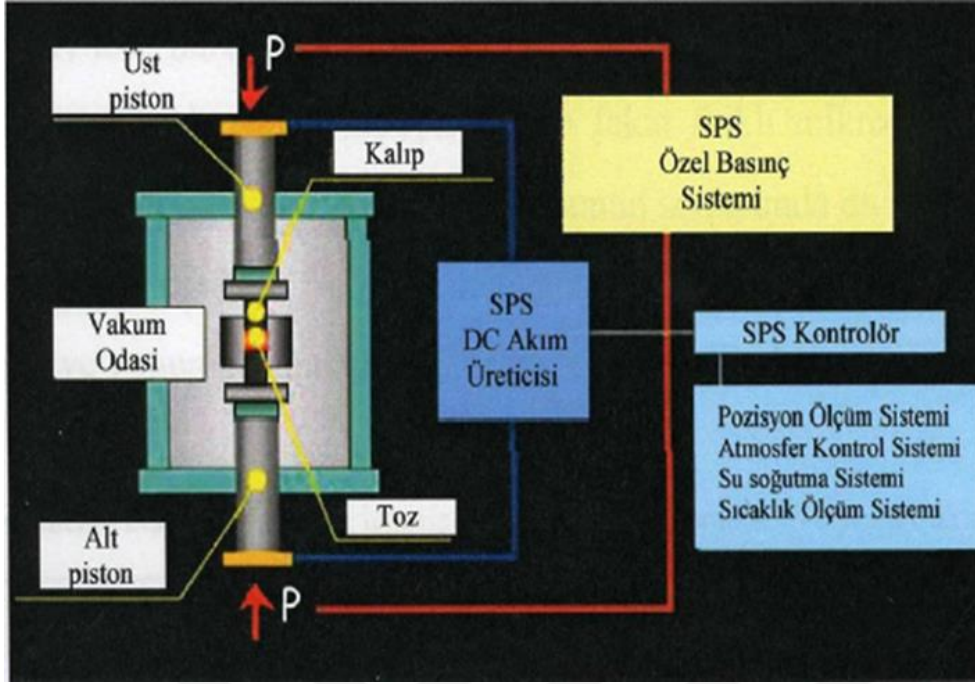
Spark Plazma Sinterleme (SPS), açık-kapalı darbeli doğru akımın uygulanmasıyla, toz malzemeler arasındaki boşluklarda elektrik deşarjıyla anlık olarak üretilen, yüksek sıcaklık plazmasına dayanan, basınçlı bir sinterleme yöntemidir. Açık- kapalı darbeli doğru akımın uygulanmasıyla spark plazma, spark etki basıncı, joule ısınması ve elektrik alan difüzyon etkisi meydana gelir. SPS işleminde, toz parçacık yüzeyleri klasik elektrikli sinterleme işlemlerinden daha kolay arındırılır ve etkinleştirilir ve hem mikro hem de makro seviyelerde malzeme transferleri teşvik edilir. Bu nedenle, geleneksel sinterlemeyle karşılaştırıldığında, yüksek kalitede sinterlenmiş bir parça daha düşük sıcaklıkta ve daha kısa sürede elde edilir [21].



Şekil 2.22. Toz parçacıkları arasında akım akışının gösterildiği şematik görüntü [22]

Klasik elektrikli sıcak pres işlemlerinde, doğru akım (DC) ya da ticari alternatif akım (AC) kullanılır. Bu işlemlerde sinterlenmeyi teşvik eden ana faktörler, uygulanan basınçtan kaynaklanan malzemelerin plastik deformasyonu ve güç kaynağı tarafından üretilen Joule ısınmasıdır. SPS işleminde, toz parçacıklarına özel bir akım üreticinden açık-kapalı darbeli doğru akım ve voltaj uygulanır. Ayrıca, sinterlemenin başlangıcında, toz parçacıkları arasında etkili bir deşarj meydana gelir. Spark plazma ile yüksek sıcaklıkta püskürtme olayı gerçekleşir ve spark etki basıncı, toz parçacıkları üzerinde absorbe olan gazları ve impürileri elimine eder. Elektrik alanının etkisi, yüksek hızdaki iyonların göç etmesinden dolayı yüksek hızlı difüzyona neden olur. Bir malzemenin parçacıkları arasındaki temas noktalarında ya da boşluklarda spark deşarjı olduğunda, yüksek sıcaklık bölgeleri anlık olarak üretilir. SPS prosesinde bu olay, toz parçacıklarının yüzeyinde buharlaşmaya ve erimeye neden olur [21].

Aşağıdaki Şekil 2.23'te SPS ünitesi ve grafit kalıp sistemi görülmektedir. Grafitten üretilen kalıplar ve zımbalar, toz malzemenin ilerlemesine göre Joule ısıtmasına tabi tutulur ve yoğunlaştırma için sinterleme sıcaklığını ve homojenliğini muhafaza etmede önemli bir rol oynar [21].



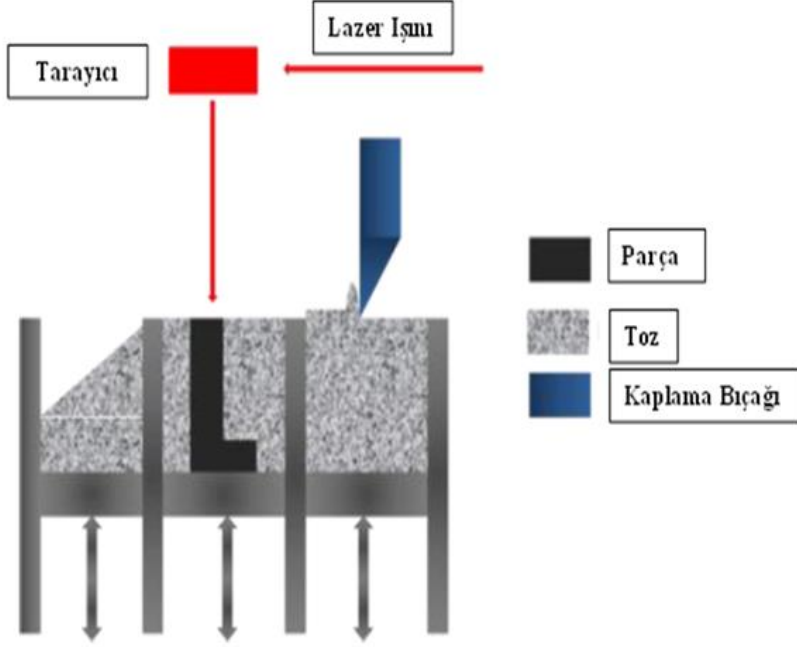
Şekil 2.23. Spark Plazma Sinterleme (SPS) ünitesi ve grafit kalıp sistemi [22]

Lazer sinterleme

Eklemeli imalat yöntemlerinden biri olan lazer sinterleme, umut vadeden teknolojilerden bir tanesidir. Lazer sinterleme, başlangıçta hızlı prototipleme olarak görülse de, teknolojinin hızlı gelişimiyle birlikte günümüzde endüstriyel imalat yöntemi olarak kabul edilmektedir. Lazer sinterleme, tek bir işlemle 3D net şekilli parçalar hazırlama avantajına sahiptir. Lazer sinterlenmiş parçalar, plastikler ve metaller gibi çeşitli katı malzemelerden yapılabilir. Ayrıca lazer sinterleme, geleneksel yöntemlerle üretilmesi zor hatta imkânsız olan parçaların üretimine imkân sağlar [23].

Genel olarak, bir lazer sinterleme sistemi Şekil 2.24'de görüldüğü gibi lazer kaynağı, lazer tarayıcı, toz yükleme ünitesi, inşa plakası ve gaz çıkış denetleyicisinden oluşur. Lazer tarayıcı, tarama izini kontrol eden bir bilgisayar tarafından izlenir. Art arda bir lazer ışını, paketlenmiş toz granüllerinin yeni bir tabakası üzerine taranmakta ve bunları birbirine ve bir önceki birleştirilmiş katmana birleştirilmektedir. Lazer ışını hızlı bir şekilde hareket ederken, işlem hem çok hızlı bir yerel ısıtma hem de daha sonra hızlı soğutmayı içerir. Lazer gücü, tarama hızı ve lazer ışını çapı lazer güç yoğunluğunu belirler. Lazer sinterleme de yaygın olarak kullanılan iki tür lazer kaynağı vardır. Bunlar; CO₂ lazeri ve itterbiyum

fiber lazerdir. Lazer sinterleme işlemi, vakumda veya argon, hava, oksijen, azot veya bunların karışımları gibi atmosferlerde gerçekleştirilebilir [23].



Şekil 2.24. Lazer sinterleme sisteminin şematik görüntüsü (Lazer ışını oluşturulan parçanın (siyah) yüzeyini tarar) [23]

Lazer sinterleme, toz malzemelerin bir lazer kaynağı kullanılarak katman katman katılaştırılmasıyla üç boyutlu parça üretimine imkân sağlayan hızlı bir prototipleme işlemidir. Lazer sinterleme işlemi, toz parçacıklarının bölgesel ertitilmesi (Seçici Lazer Sinterleme, SLS) veya tamamen ertitilmesi (Seçici Lazer Ergitme, SLE) şeklinde gerçekleştirilmektedir.

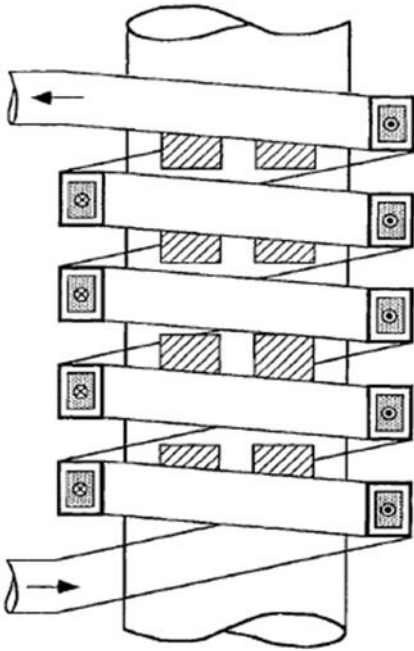
İndüksiyon sinterleme

İndüksiyon sinterleme, elektriksel olarak iletken malzemelerde cilt etkisiyle oluşan girdap akımlarının ürettiği ısıyla gerçekleştirilir. Bu yöntem düşük yatırım maliyetleri, yüksek ısıtma oranına bağlı düşük enerji tüketimi, kısa sinterleme süreleri (3-10 dakika), yüksek üretim oranları gibi geleneksel yöntemlere kıyasla birçok avantaja sahiptir [15,24].

İndüksiyon sinterleme işlemi, alternatif akım uygulanan bir bobin ile sağlanır. Bobine uygulanan akım sayesinde, sinterlenecek toz malzemede girdap akım oluşturacak manyetik

alan meydana gelir. Sonuç olarak, malzeme ve bobin arasında herhangi bir fiziksel temas olmaksızın oluşan ısıyla sinterleme işlemi gerçekleşir. Malzemede akımın indüklenmesi Faraday prensibine dayanır. Elektromanyetik indüksiyon prensibi, Michael Faraday'ın 1800'lü yıllardaki keşfine dayanmaktadır [25,26].

İndüksiyon sisteminin en önemli özelliği, ısınma direkt olarak malzemede gerçekleştiği için hızlı ısınmayı sağlayabilmesidir. Genel olarak, indüksiyon sinterleme malzemelerin yüzeylerinin ısıtılması işleminde kullanılır. Isı transferi, diğer ısıtma sistemlerine kıyasla 3000 kat daha iyidir. Bu, ısıtma işleminin çok daha hızlı tamamlanmasına imkân verir ve bunun için harcanan zamanı kısaltması dolayısıyla sinterleme süresini azaltır[26]. Şekil 2.25 silindirik tüp ve bobinden oluşan indüksiyon sinterleme ekipmanı şeması gösterilmektedir.



Şekil 2.25. İndüksiyon sinterleme ekipman şeması (→su akışı) [15]

İndüksiyon sinterleme ile ilgili temel matematiksel ifadeler aşağıdaki gibidir:

$$i_x = i_0 \exp(-x/\sigma) \quad (2.9)$$

Burada; i_x x derinliğindeki akım yoğunluğu, i_0 yüzeydeki akım yoğunluğu ($x=0$), σ penetrasyon derinliğidir ve $1/e=0,368.i_0$ olarak tanımlanır. δ , malzemenin frekansı (f),

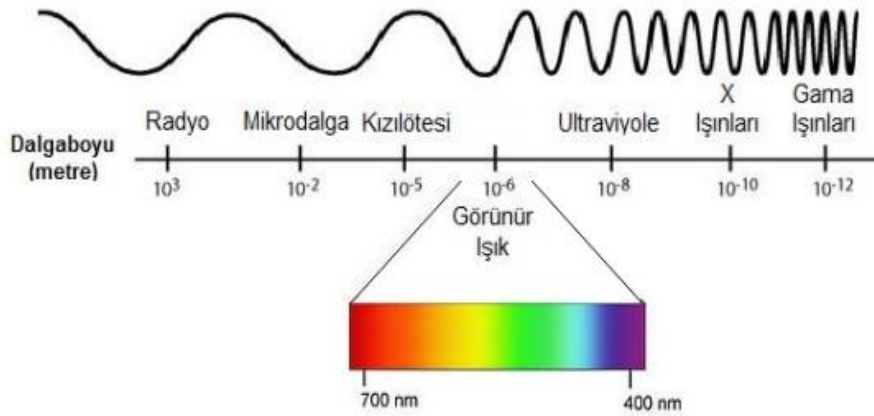
elektriksel özdirenç (ρ) ve manyetik geçirgenliğine (μ_r) bağlı cilt etkisini karakterize eder [15].

$$\delta = 503 \sqrt{\frac{\rho}{\mu_r}} \quad (2.10)$$

Bu, bir dezavantaja yol açar. Özellikle ısıtma sırasında parçalarda güçlü sıcaklık gradyanları meydana gelir. Partikül kontaklarının (oksit filmleri) yüksek özdirençten dolayı, bu noktalarda başlangıçta çok yüksek yerel sıcaklıklar ortaya çıkabilir. Kritik ısıtma hızı aşılmamalıdır, aksi takdirde yerel erime veya çatlama meydana gelebilir [15].

Mikrodalga sinterleme

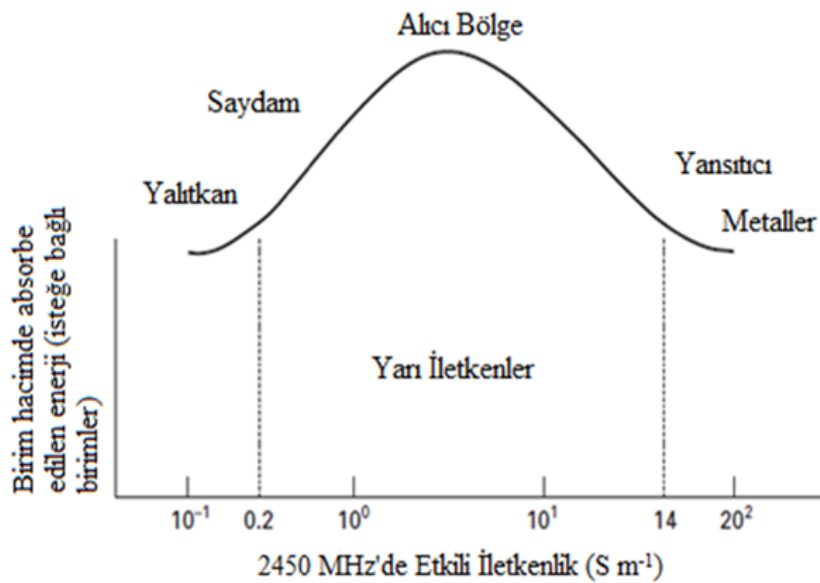
Mikrodalga enerji, 1 mm ile 1 m arasında değişen dalga boylarına ve 300 GHz ile 300 MHz aralığındaki frekanslara sahip elektromanyetik radyasyondur (Şekil 2.26). Ancak bu aralıktaki çok az frekans bandı araştırma ve endüstriyel uygulamalar için kullanılır. Araştırma ve endüstriyel uygulamalar için kullanılan en yaygın mikrodalga frekansları 2.45 GHz, 28-30 GHz ve 915 MHz'dir. Bunun iki nedeni vardır. Birincisi, mikrodalga enerjinin dünya çapındaki en yaygın uygulaması olan iletişim ile etkileşimden kaçınmaktır. İkincisi ise, bu düşük frekanslar için mikrodalgaların penetrasyon derinliğinin daha fazla olmasıdır. Mutfak mikrodalga fırınlarının çalıştığı 2.45 GHz frekansı, aynı zamanda araştırma ve endüstriyel uygulamalar içinde en uygun frekanstır [27,28].



Şekil 2.26. Elektromanyetik spektrum [29]

Mikrodalga enerjisinin ilk olarak 2. Dünya Savaşı'nda radar için kullanılmasından bu yana sağladığı birçok avantaj nedeniyle iletişim, gıda prosesleri, kauçuk vulkanizasyonu, tekstil ve ahşap ürünler, tıp, kimyasal reaksiyonlar, seramik tozlarının kurutulması ve sinterlenmesi gibi çok çeşitli alanlarla kullanılmaktadır. Bunun nedeni, öncelikle malzeme proseslerinde mikrodalga kullanımının geleneksel ısıtma yöntemlerine göre birçok avantaj sağlamasıdır. Bu avantajlar şunlardır; reaksiyon ve difüzyon kinetiğinde önemli gelişmeler, nispeten daha kısa işlem süreleri, daha kaliteli ürünlerle sonuçlanan daha ince mikroyapı, enerji tasarrufu sağlaması ve çevre dostu olmasıdır [27].

Mikrodalga enerjinin malzeme işlemlerinde kullanılması yeni bir gelişme değildir. Proses kontrolü, seramiklerin kurutulması, kalsinasyon, gazlı bileşiklerin mikrodalga plazma ile parçalanması, toz sentezi ve sinterleme gibi birçok işlem için mikrodalga enerji kullanılmaktadır [6]. Malzeme işlemlerinde mikrodalga enerjinin kullanımı 2000'li yıllara kadar seramikler, yarı iletkenler, inorganik, polimerik malzemeler ile sınırlı kalmıştır. Araştırmacılar arasında varılan yanlış bir kanı neticesinde, mikrodalgaların sınırlı penetrasyonu nedeniyle yüzeyde ısınmanın sağlanmasının dışında tüm metallerin mikrodalgaları yansıttığı ve/veya plazma oluşumuna neden olduğu, bu nedenle ısıtılamayacakları görüşü hâkim olmuştur. Elektriksel özellikler, mikrodalga-malzeme etkileşimlerinin doğasını belirler. Katı malzemelerde mikrodalga enerji absorpsiyonu ve elektrik iletkenliği arasındaki ilişki Şekil 2.27'de ki grafikte görülmektedir.

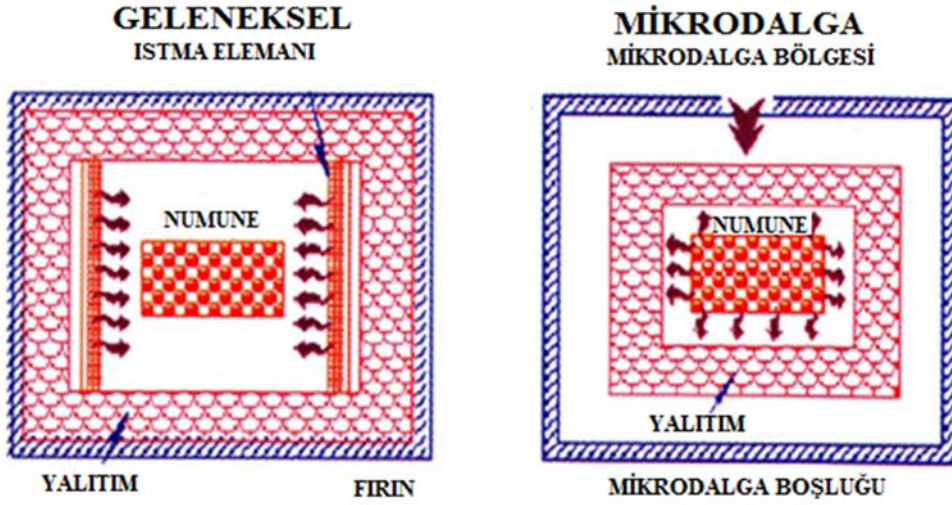


Şekil 2.27. Elektrik iletkenliğinin bir fonksiyonu olarak mikrodalga absorpsiyonu [27]

Buna göre, mikrodalgaların en iyi yarıiletkenler tarafından absorbe edildiği, seramik/izolatörlerin mikrodalgalarda saydam olduğu ve metallerin mikrodalgaları yansıtması gerektiği açıktır. Ancak, araştırmacılar bu ilişkinin yalnızca düşük sıcaklıkta sinterlenmiş ya da tam yoğun malzemeler için geçerli olduğunu, yüksek sıcaklıkta ya da toz haldeki malzemelerin mikrodalga enerji ile ısıtılabilmesini keşfetmişlerdir. Buna göre, toz metallerin ve en az 400°C'ye kadar ön ısıtma uygulandığı takdirde tam yoğun metallerin mikrodalgaları absorbe edebildiği anlaşılmıştır [27]. Günümüzde de mikrodalga sinterleme seramik, kompozit malzemelerde olduğu gibi metal malzemeler içinde etkin ve verimli bir şekilde uygulanmaktadır.

Toz malzemelerin mikrodalga ısıtılma ya da sinterleme mekanizması, geleneksel sinterleme ile karşılaştırıldığında oldukça farklıdır. Geleneksel sinterleme işleminde dış kaynaklardan sağlanan ısı enerjisi, ışınım ve/veya konveksiyon yoluyla malzemenin yüzeyine daha sonra da iletim mekanizması ile malzemenin iç kısımlarına aktarılır. Geleneksel sinterleme yavaş bir işlemdir. Bu nedenle, malzemenin iç kısmı ile dış kısmı arasında termal denge elde etmek zaman alacağından gerilmeler oluşmaktadır. Bu işlem, malzemenin niteliğinden bağımsızdır. Yani, her malzeme geleneksel fırında sinterlenebilir. Bu yöntem enerji açısından çok verimli değildir.

Diğer yandan, mikrodalga sinterlemede malzemenin mikrodalgaları absorbe etmesi, ardından elektromanyetik enerjinin dielektrik (seramiklerde), manyetik geçirgenlik/girdap akımları (metallerde) kayıp mekanizmalarıyla ısı enerjisine dönüşmesi sonucu malzemenin hacimsel ısınması söz konusudur. Bu işlemde, termal iletkenlik mekanizması yoktur. Isınma, anlık ve hızlıdır ve işlem altındaki malzemenin özelliklerinde bağlıdır. Isı, dış kaynaklardan sağlanmak yerine malzemenin içerisinde oluşturulur ve dışa doğru transfer edilir. Malzemenin ısıtılması enerji transferinden ziyade enerji dönüşümü ile sağlandığından, mikrodalga sinterleme genel olarak hızlı bir işlemdir. Hacimsel ve homojen ısınma gerçekleştiğinden birçok avantaj sağlamaktadır. Şekil 2.28'de geleneksel ve mikrodalga fırınlarda ısıtma işleminin şematik görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.28. Geleneksel ve mikrodalga fırınlarda ısıtma [30]

Malzemelerin mikrodalgalar ile etkileşimi, malzemede mikrodalgaların geçirgenlik özelliği bakımından üç ana kategoride sınıflandırılabilir [31]:

- Saydam malzemeler,
- Opak malzemeler,
- Absorblayıcı malzemeler.

Saydam malzemeler:

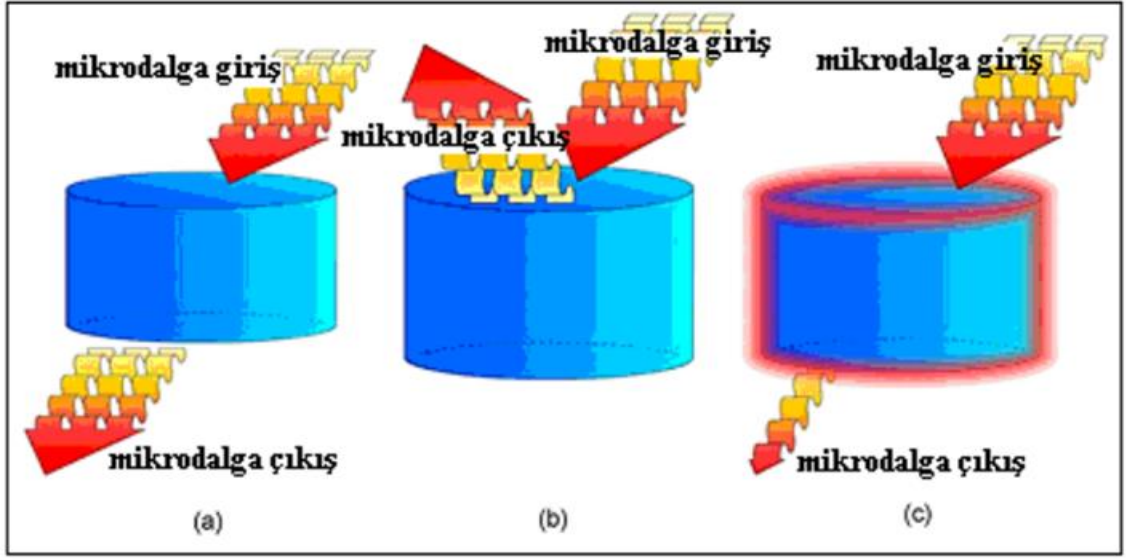
Mikrodalgalar, enerjilerinde çok az bir kayıpla bu malzemelerin içerisinde geçebilirler. Düşük kayıplı dielektrikler ve izolatörler önemli bir zayıflama olmaksızın mikrodalgaları iletirler. Bu nedenle, bu malzemeler fırınlarda yalıtım malzemesi olarak kullanılırlar.

Opak malzemeler:

Opak malzemeler, mikrodalgaları iletmez ve absorbe edemezler. Mikrodalgalar, böyle malzemelerin yüzeyinden yansıtılır. Serbest elektronlara sahip iyi iletkenlik gösteren metalik malzemeler de bu sınıfa girer. Bu nedenle, metaller genel olarak mikrodalga ile etkili bir şekilde ısıtılamazlar.

Absorblayıcı malzemeler:

Bu malzemeler, elektromanyetik dalgalarla verimli bir şekilde bağlanırlar ve mikrodalga enerjisinin çoğunu ısıya dönüştürürler. Yüksek kayıplı dielektriklerden toz halindeki iletkenlere kadar geniş bir malzeme yelpazesinin bu grupta olduğu kabul edilmektedir.



Şekil 2.29. Mikrodalga ile etkileşimine bağlı olarak malzemeler (a) saydam, (b) opak(c) absorblayıcı [6]

Bazı malzemeler ideal iletkenler (örneğin gümüş, bakır, altın) veya ideal izolatörler (kuvars) olarak kabul edilebilirken, birçok dielektrik malzeme polarizasyon ve iletim kayıpları yoluyla ısı üretebilir. Her bir kayıp mekanizmasının ısı üretimine katkısı, büyük oranda çalışma frekansına ve sıcaklığına bağlıdır. İletim kayıpları genellikle daha düşük frekansta önemlidir, zira alan yönünde taşıma için izin verilen süre artan frekansla azalır. Sıcaklık arttıkça hareketli serbest elektronların çarpışma ihtimali arttığından uzun menzilli elektron hareketi ve iletim kayıpları azalır. Polarizasyon kayıpları yüksek frekanslarda etkindir. Birçok polarizasyon mekanizması mevcuttur. Mikrodalga absorpsiyonu malzemeye ve sıcaklığa bağlı olarak değişiklik gösterir [32].

İletken olmayan malzemeler mikrodalga enerjisine karşı saydam iken, iletkenler opaktır ve mikrodalgaların tamamen yansımaya neden olurlar. Bu kategoriler arasında, absorpsiyonu için farklı derecelerde afinite sergileyen çeşitli malzemeler bulunur. Absorpsiyon derecesini belirleyen malzeme özelliğine dielektrik kayıp denir. Kısaca, bir

malzeme alternatif bir alanda polarize edildiğinde, enerjinin bir kısmı ısı olarak kaybolur. Her dönüşüm sırasında kaybedilen enerji miktarı dielektrik kaybıdır [33].

Dielektrik sabiti, malzemenin elektriksel olarak polarize olabilirliliğinin bir ölçüsüdür. Diğer bir deyişle, dipollerin ve malzemedeki değişikliklerin elektromanyetik alana tepki verme kabiliyetidir [33].

Kayıp faktörü ise, malzemenin mikrodalga enerjiiyi ısıya dönüştürebilme kabiliyetinin bir ölçüsüdür[6]. Malzeme içerisinden geçerken, mikrodalga enerjinin ısı enerjisine dönüşmesiyle kaybolma miktarını verir. Yüksek kayıp faktörlü malzemeler, mikrodalga enerjiiyle kolaylıkla ısıtılabilir [5].

Mikrodalga enerji, elektromanyetik alanın etkileşimi ile moleküler düzeyde malzemeye transfer edilir. Dielektrik özellikler, manyetik alanın malzeme üzerindeki etkisini belirler. Mikrodalgaların bir dielektrik malzeme ile etkileşimi, serbest ya da bağlı yüklerin çevrimsel hareketi ve dipollerin rotasyonu ile sonuçlanır. Atalet, elastik ve sürtünme kuvvetlerine bağlı olarak oluşan bu hareketlerin direnci, hacimsel ısıtma ile sonuçlanan kayıplara neden olur [28].

Birim hacim başına absorbe edilen güç P (W/m^3) Eş. 2.11'deki gibi ifade edilir:

$$P = \sigma |E|^2 = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon_r' \tan \delta |E|^2 \quad (2.11)$$

Burada, E (V/m) iç elektriksel alan büyüklüğü, σ (S/m) toplam etkili iletkenlik, f (GHz) frekans, ϵ_0 ($\epsilon_0=8,86 \times 10^{-12}$ F/m) boşluk permitivitesi, ϵ_r' bağıl dielektrik sabiti ve $\tan \delta$ kayıp tanjantıdır.

Kayıp tanjantı, $\tan \delta$, malzemenin mikrodalga etkileşim kabiliyetini gösterir. Kayıp faktörünün permitiviteye oranı olarak ifade edilir:

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} \quad (2.12)$$

Yukarıdaki denklem, absorbe edilen enerjinin frekans, bağıl dielektrik sabiti, kayıp tanjantı ve elektrik alanının karesi ile lineer olarak değiştiğini göstermektedir.

Gücün yarı yarıya azaltıldığında durumda (D) penetrasyon derinliği Eş. 2.13 ile ifade edilir:

$$D = 3\lambda_0/8,686\pi \tan\delta (\epsilon_r/\epsilon_0)^{1/2} \quad (2.13)$$

Burada, λ_0 dalga boyudur. Bağıl dielektrik sabiti ve kayıp tanjantı, mikrodalga alanının etkisi altında bir dielektrik malzemenin davranışını tanımlayan parametrelerdir. Isıtma sırasında, bağıl dielektrik sabiti ve kayıp tanjantı sıcaklık ile birlikte değişir.

İletken özelliğe sahip metalik malzemelerde mikrodalgalar büyük oranda yansıtılır ve geri kalan, metalin yüzeysel katmanından geçemez. Belirli bir frekansta ' f ' mikrodalgaların penetrasyon derinliği, malzemenin elektriksel ve manyetik özelliklerine bağlıdır. Doğrudan mikrodalgalar ile ısıtılabilen malzemenin kalınlığının üst sınırını belirlediğinden oldukça önemli bir parametredir. Cilt derinliği ' d ' (m), iletkenin yüzeyden itibaren akım yoğunluğunun yüzeydeki derinliğinin $1/e$ ' i kadar olduğu yerdeki derinliği olarak tanımlanır [34] ve aşağıdaki Eş. 2.14 ile ifade edilir:

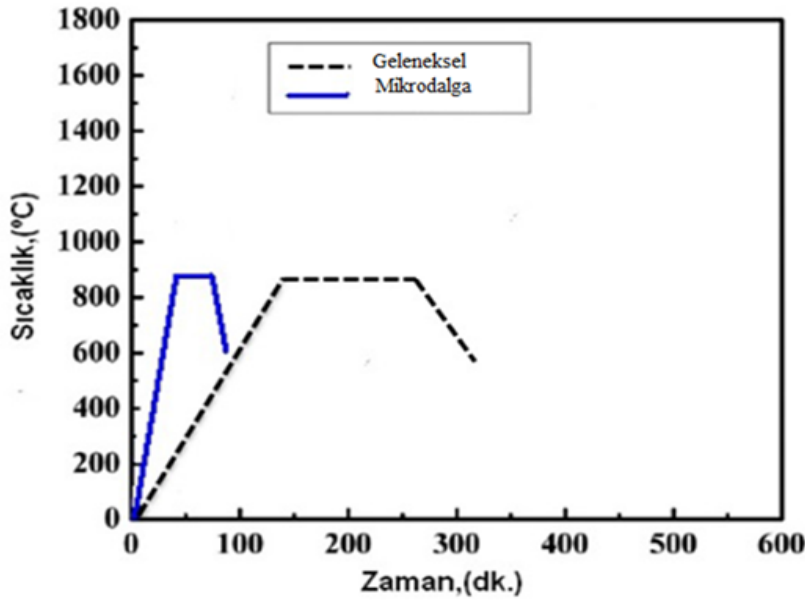
$$d = \sqrt{\frac{1}{\pi f \sigma \mu_a}} \quad (2.14)$$

Burada; μ_a malzemenin manyetik geçirgenliği (N/A^2), f frekans (Hz), σ malzemenin elektriksel iletkenliğidir ($\Omega^{-1} m^{-1}$).

Belli bir frekansta, yüksek iletkenlik ve geçirgenliğe sahip malzemeler daha düşük bir penetrasyon derinliği sergiler. Ancak, bu derinlik σ ve μ_a 'nın değişimlerinden dolayı sıcaklığa bağlı olarak da değişiklik gösterir. Çoğu metalin cilt derinliği genellikle mikrometre seviyesindedir. Dolayısıyla direkt ısıtılmaları yüzeysel kalma eğilimi gösterir. Ancak, cilt derinliği seviyesinde parçacık boyutuna sahip tozların kullanılması durumunda, metallerin direkt olarak ısıtılmaları ve sinterleme proseslerinde mikrodalgaları kullanmak mümkündür [34].

Mikrodalga prosesi, fırın veya reaktörlerin duvarlarını, bunların büyük bileşenlerini ve ısı taşıyıcılarını ısıtmak için enerji harcama gerekliliğini ortadan kaldırır. Dolayısıyla, özellikle yüksek sıcaklık işlemlerinde mikrodalga prosesinin kullanılması enerji tüketimini büyük oranda azaltmaktadır, zira işlem sıcaklıkları arttıkça ısı kayıpları önemli ölçüde artmaktadır. Bununla birlikte, yüksek sıcaklık proseslerinde mikrodalga enerjisinin kullanılmasının avantajları yalnızca enerji tasarrufu ile sınırlı değildir. Çoğu durumda, mikrodalga prosesi ürün kalitesini artırabilir [35].

Mikrodalga sinterleme de ısınma, geleneksel sinterlemenin aksine hacimsel olarak gerçekleştiğinden daha hızlı ısıtma oranı sağlanır. Buna bağlı olarak işlem süresi kısalmır. Aşağıda geleneksel ve mikrodalga ısıtma yönteminin karşılaştırıldığı şekil bulunmaktadır. Yüksek ısıtma oranları, işlem süresini kısaltmakla kalmaz, aynı zamanda enerji tüketimini de azaltır.



Şekil 2.30. Geleneksel ve mikrodalga sinterleme sürelerinin karşılaştırılması [5]

Panda ve arkadaşları, geleneksel ve mikrodalga fırınlarda birleştirilmiş östenitik (316L) ve ferritik (434L) paslanmaz çeliğin sinterleme tepkisi isimli makalelerini yayımlamışlardır. Östenitik ve ferritik paslanmaz çelik tozlarını presledikten sonra, elde ettikleri toz kompaktlarını hem geleneksel fırında hem de 2,45 GHz mikrodalga fırında sinterlemişlerdir. Sonrasında, geleneksel ve mikrodalga sinterlenmiş numunelerin yoğunluk, mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir [36].

Gaz atomizasyonu ile üretilen 316L ve 434L paslanmaz çelik tozları 600 MPa basınçta preslenmiş, silindirik formdaki toz kompaktlar (16 mm ve ortalama 6 mm yükseklik) geleneksel ve mikrodalga fırın kullanılarak sinterlenmiştir. Ham yoğunluk oranları % 80-82 olan kompaktların geleneksel sinterlenmesi, 500°C/dk ısıtma hızıyla MoSi₂ ısıtmalı yatay boru şeklindeki sinterleme fırınında sinterlenmişlerdir. Mikrodalga sinterleme ise Çok modlu 2,45 GHz, 6 kW kapasiteli ticari mikrodalga fırında gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sıcaklığı olarak 1400°C, sinterleme süresi olarak da 1 saat kullanılmıştır. Her iki sinterleme helyum korumalı atmosferde gerçekleştirilmiştir [36].

Sonuç olarak Panda ve arkadaşları 316L ve 434L paslanmaz toz kompaktlarının mikrodalga enerji ile birleştiğini ve hızlı bir şekilde ısınabildiğini görmüşlerdir. Geleneksel fırın (50°C/dk) ile karşılaştırıldığında mikrodalga fırının (450°C/dk) ısıtma oranı yüksek olduğundan proses süresinin mikrodalga sinterleme boyunca % 90 oranında azalacağına dikkat çekmişlerdir [36].

Geleneksel ve mikrodalga fırında sinterlenmiş 316L ve 434L paslanmaz çelik numunelerin yoğunlukları değerlendirildiğinde, 316L paslanmaz çelik için mikrodalga sinterlenmiş numunelerin yoğunluğu (% 84,6) geleneksel sinterlenmiş numunelerin yoğunluğundan (% 87,5) düşük çıkmıştır. Aksine 434L paslanmaz çelikte ise hem mikrodalga sinterlenmiş numunelerin yoğunluğu (% 92,4) hem de geleneksel sinterlenmiş numunelerin yoğunluğu (% 92,1) oldukça yakın çıkmıştır. Ferritik paslanmaz çelikteki östenitik paslanmaz çeliğe göre yoğunluktaki artışın nedenini ferritik paslanmaz çeliğin hacim merkezli kübik yapıya sahip olmasından dolayı nispeten daha yüksek difüzyona bağlamışlardır [36].

Optik ve SEM görüntülerinden her iki yöntem içinde 1400°C sıcaklıkta tane kabalaşması görülmüştür. Her iki paslanmaz çelik içinde mikrodalga sinterlemenin mikroyapı kabalaşmasını kısıtladığı görülmüştür. Hem 316L hem de 434L paslanmaz çelik için gözeneklerin mikrodalga sinterlenen numunelere göre geleneksel sinterlenen numunelerde gözenek yapısının daha yuvarlak olduğu görülmektedir. Mikrodalga sinterlenenlerde ise gözenekler uzamış durumdadır. Her iki paslanmaz çelik için mikrodalga sinterleme, daha küçük ve daha dar bir gözenek boyutu dağılımı ile sonuçlanmıştır. Sinterlenmiş 316L ve 434L paslanmaz çeliklerinin sertliğine, mukavemetine ve sünekliğine bakıldığında her iki paslanmaz çelik için de mikrodalga sinterlenmiş numunelerin mekanik özelliklerinin daha düşük olduğu görülmüştür. Bu durum, mikrodalga sinterlenmiş paslanmaz çelik

kompaktlarda nispeten düzensiz ve uzamış haldeki gözenek yapısı ile ilişkilendirilmiştir [36].

Kennedy ve arkadaşları, 2011 yılında yayımladıkları mikrodalga sinterlenmiş östenitik paslanmaz çeliğin mikro yapı ve mekanik özellikleri isimli makalelerinde 316L ön alaşımlanmış tozlardan hazırlanmış paslanmaz çelik numuneler kullanmışlardır. Bu tozları, 560 MPa basınçta presleyerek mikrodalga fırında 1300°C sıcaklıkta sinterlemişlerdir. Sinterleme süresinin numunenin mekanik davranışı üzerinde etkisini araştırmak için 10 ila 20 dk arasında değişen sinterleme süreleri kullanmışlardır. Sinterleme sonrasında numuneler, optik metalografi, sertlik testi ve kırılma analizine tabi tutmuşlardır [37].

Su atomizasyonu ile üretilen 316L tozları 560 MPa basınçta tek eksenli olarak preslenmiştir. Elde edilen ham kompaktların boyutları 8 mm yükseklik, 30 mm çaptır. Presleme sonrası ham kompaktları 2,45 GHz, 2 kW mikrodalga fırında 600°C/dk ısıtma oranında 1300°C'de sinterlemişlerdir. Sinterleme süresi olarak da 10, 15 ve 20 dk kullanmışlardır. Artan sinterleme süresi ile birlikte yoğunluğun arttığını görmüşlerdir. Numunelerin mikro sertlikleri ise 360 ile 396 VHN arasındadır. Geleneksel yöntemle üretilen numunelerin sertliklerinden (250-300 VHN) daha yüksek çıkmıştır [37].

Artan sinterleme süresi ile birlikte gözenek boyutunun küçüldüğünü ve gözenek miktarının azaldığını görmüşlerdir. Ayrıca mikrodalga sinterlemenin tane kabalaşmasını sınırladığı için daha ince taneli mikro yapının oluştuğunu görmüşlerdir. 316L paslanmaz çeliğin gerilme direnci 255 ile 578 MPa değerleri arasında, yüzde uzama miktarının ise 3 ile 6 arasında değiştiğini görmüşlerdir [37].

Padmavathi ve arkadaşları, mikrodalga sinterlenmiş östenitik paslanmaz çelik kompozitlerinin korozyon davranışı isimli makalelerini 2007 yılında yayımlamışlardır. Geleneksel sinterleme ile karşılaştırıldığında mikrodalga sinterlemenin hem 316L hem de 316L-YAG kompozitleri için daha yüksek yoğunluk, daha ince mikroyapı ve daha iyi korozyon direnci ile sonuçlandığını görmüşlerdir [38].

Ertuğrul ve arkadaşları, 316L paslanmaz çeliğin sinterlenmesinde parçacık boyutu ve ısıtma hızının etkisi isimli makalelerini 2014 yılında yayımlamışlardır. Tek yönlü olarak 700 MPa basınçta preslenen numuneler, hem geleneksel olarak hem de mikrodalga ile

1250°C’de 1 saat süre ile sinterlenmiştir. Mikrodalga sinterleme ve geleneksel sinterleme farklı görünümüne sahip mikroyapılar vermiştir. Mikrodalga sinterleme ile boyutsal olarak daha büyük tane boyutu ile tamamen yeniden kristalleşen mikroyapı ortaya çıkmıştır. 15 °K/dk ısıtma oranıyla diğer ısıtma oranlarına kıyasla daha iyi mekanik özellikler ve daha düşük gözeneklilik elde edilmiştir. İnce taneli paslanmaz çelik tozlarının kullanımı ile hem geleneksel hem de mikrodalga sinterleme de yoğunluk ve mekanik özelliklerde iyileşme olmuştur [39].

Saitou, 2005 yılında demir, kobalt, nikel, bakır ve paslanmaz çelik tozlarının mikrodalga sinterlenmesi isimli makalesini yayımlamıştır. Saitou bu çalışmasında, Fe hariç mikrodalga radyasyonun metal tozlarının sinterlenmesini hızlandığını, ancak sinterleme için aktivasyon enerjisini etkilemediğini belirtmiştir. Ayrıca mikrodalga radyasyonun A₃ sıcaklığı çevresinde Fe’nin sinterleme davranışını etkilediğini, bu sıcaklığın altında sinterlemeyi hızlandığını, ancak bu sıcaklığın üstünde sinterlemeyi geciktirdiğini belirtmiştir [40].

Anklear ve arkadaşları, TM bakır çeliğin mikrodalga sinterlenmesi ve mekanik özellikleri isimli makalelerini 2001 yılında yayımlamışlardır. Bu çalışmalarında numunelerin, mikrodalga enerji ile başarılı bir şekilde sinterlendiğini, geleneksel sinterlemeyle eşdeğer hatta bazen daha üstün mekanik özellikler elde ettiklerini belirtmişlerdir [41].

Mondal ve arkadaşları, bakırın mikrodalga ısınmasında porozite ve parçacık boyutunun etkisi isimli makalelerini 2010 yılında yayımlamışlardır. Bu çalışma da, bakır toz kompaktlarının mikrodalgalarla etkili bir şekilde birleştiğini ve yüksek sıcaklıklara hızla ısıtılabildiklerini, parçacık büyüklüğü ve ham yoğunluk düştükçe kompaktların ısınma hızının artacağını belirtmişlerdir [42].

Demirskyi ve arkadaşları, tek modlu ve çok modlu mikrodalga sinterleme altındaki bakır küresel parçacıklar arasındaki boyun oluşumu adlı makalelerini 2009 yılında yayımlamışlardır. Bu çalışmada, gözenekli bakır numuneler, boyun oluşumu sürecini araştırmak için tek modlu ve çok modlu mikrodalga fırında sinterlenmişlerdir. Numunelerin kırılma yüzeyinde, plazma deşarj izlerine rastlamışlar ve bunun da mikrodalgaların sinterleme sürecine açık bir etkisi olduğunu belirtmişlerdir [43].

Demirskyi ve arkadaşları, tek modlu ve çok modlu sinterleme altında toz haldeki bakırın yoğunlaşma kinetiği isimli diğer makalelerini 2009 yılında yayımlamışlardır. Bu çalışmada, mikrodalga sinterlemenin yoğunlaşma kinetiğine ilişkin deneyler tek modlu ve çok modlu boşluklarda gerçekleştirilmiştir. Çok modlu bir boşluk içerisinde gerçekleştirilen bakır toz deneyleri, yoğunlaşma kinetiğinin geleneksel sinterleme teorisi ile aynı olduğunu göstermiştir. Tek modlu boşlukta yoğunlaşma işleminde, sinterleme sırasında malzemenin kısmen eritilmesiyle önemli ölçüde arttığını gözlemlemişlerdir [44].

Demirskyi ve arkadaşları, bakırın mikrodalga sinterlenmesi sırasında boyun büyüme kinetiği isimli bir diğer makalelerini 2009 yılında yayımlamışlardır. Bu çalışmalarında, serbest haldeki bakır tozunun mikrodalga sinterlenmesinde boyun büyüme kinetiği araştırmasının sonuçlarını sunmuşlardır. Klasik küre-küre yaklaşımı uygulandığında, uzun süre ısıtma süreleri için mikrodalga ile geleneksel sinterleme işlemleri arasında benzerlik olduğunu belirtmişlerdir. Mikrodalga sinterlemenin başlangıç aşamasında anormal boyun büyümesinin de ortaya çıktığını, bunun klasik olmayan bir difüzyon mekanizmasının neden olabileceği bir durum olduğunu belirtmişlerdir [45].



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, ticari saflıktaki ortalama partikül boyutu 78 µm olan paslanmaz çelik tozları ile ortalama boyutu 18 µm olan Cu tozları, 12 mm çapındaki kalıpta 707, 796 ve 884 MPa üç farklı basınçta tek yönlü olarak preslendiler. Preslenen numunelerin ham yoğunlukları ölçülerek hem geleneksel fırında hem de laboratuvar tipi mikrodalga fırında sinterlenerek sinterlenme özellikleri incelendi. Sinterleme işlemi sonrasında, sinterlenmiş yoğunlukları belirlenen numunelerin mikroyapıları incelenerek ara yüzeyin her iki tarafında da mikrosertlik değerleri ölçüldü. SEM görüntüleri alındı ve EDS analizi yapılarak uygulanan yöntemlerin ara yüzeyden itibaren difüzyona etkisi incelendi. Mikrodalga ve geleneksel fırında sinterlenmiş numunelerin elektriksel iletkenlikleri ölçülerek yoğunlaşma oranına bağlı iletkenlik özellikleri belirlenmiştir. Sinter-bağlanma yöntemiyle birleştirilen Cu ve paslanmaz çelik numunelere, arayüzey bağlanma dayanımını belirlemek amacıyla çapraz kesme testi yapılarak ara yüzey dayanımları ölçüldü.

3.1. Malzemeler

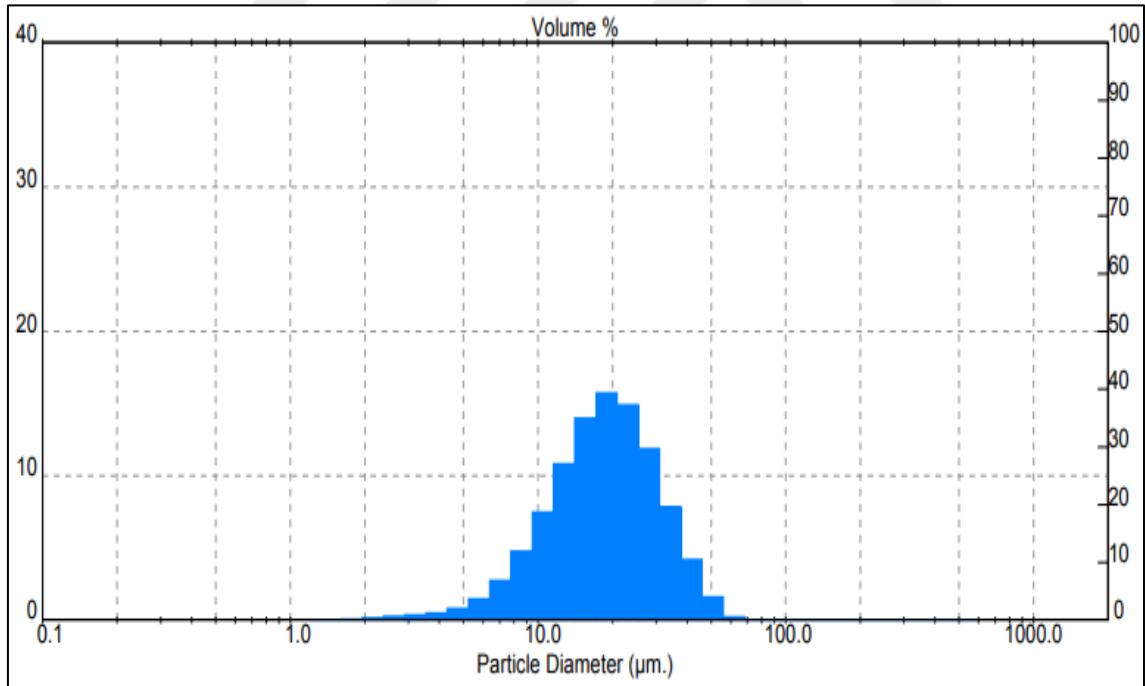
Deneyde kullanılan bakır ve paslanmaz çelik tozlarının parçacık boyutu, Malvern Mastersizer E boyut ölçme cihazıyla ölçülerek belirlendi. Çizelge 3.1 ve Şekil 3.1’de bakır tozları, Çizelge 3.2 ve Şekil 3.2’de paslanmaz çelik tozların boyutu ve dağılımı verilmiştir.

Çizelge 3.1. Bakır toz boyutu

Residual = 0.682 %		Concentration = 0.037 %	
Uniformity = 0.411		Span = 1.328	
Specific S.A.= 0.3954 sq. m. /gm.			
d (v, 0.5) = 18.61 um	Mode = 19.64 um	D [4, 3] = 20.28 um	
d (v, 0.1) = 9.08 um	d (v, 0.9) = 33.79 um	D [3, 2] = 15.17 um.	

Size (Lo) um	Volume In %	Size (Hi) um	Volume Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.01	1.60	0.01
1.60	0.08	1.95	0.10
1.95	0.17	2.38	0.27
2.38	0.27	2.90	0.53
2.90	0.37	3.53	0.90
3.53	0.51	4.30	1.41
4.30	0.81	5.24	2.22
5.24	1.49	6.39	3.71
6.39	2.76	7.78	6.47
7.78	4.77	9.48	11.25
9.48	7.48	11.55	18.73
11.55	10.84	14.08	29.57
14.08	14.00	17.15	43.57
17.15	15.74	20.90	59.31
20.90	14.91	25.46	74.22

Size (Lo) um	Volume In %	Size (Hi) um	Volume Below %
25.46	11.88	31.01	86.10
31.01	7.86	37.79	93.96
37.79	4.20	46.03	98.16
46.03	1.61	56.09	99.77
56.09	0.23	68.33	100.00
68.33	0.00	83.26	100.00
83.26	0.00	101.44	100.00
101.44	0.00	123.59	100.00
123.59	0.00	150.57	100.00
150.57	0.00	183.44	100.00
183.44	0.00	223.51	100.00
223.51	0.00	272.31	100.00
272.31	0.00	331.77	100.00
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00



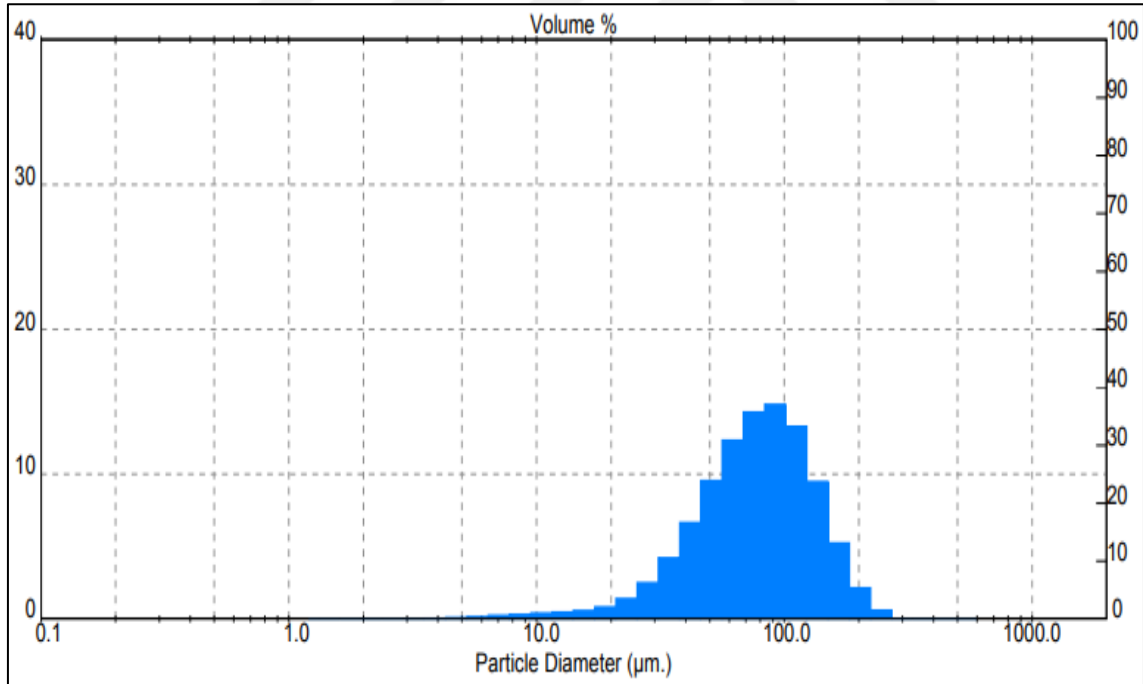
Şekil 3.1. Bakır tozlarının boyut dağılımı

Çizelge 3.2. Paslanmaz çelik toz boyutu

Residual = 4.383 %		Concentration = 0.096 %	
Uniformity = 0.433		Span = 1.367	
Specific S.A.= 0.1033 sq. m. /gm.			
d (v, 0.5) = 78.57 um		Mode = 88.47 um	D [4, 3] = 85.18 um
d (v, 0.1) = 35.65 um		d (v, 0.9) = 143.07 um	D [3, 2] = 58.11 um.

Size (Lo) um	Volume In %	Size (Hi) um	Volume Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.00
2.38	0.00	2.90	0.00
2.90	0.04	3.53	0.04
3.53	0.06	4.30	0.10
4.30	0.11	5.24	0.21
5.24	0.18	6.39	0.38
6.39	0.25	7.78	0.64
7.78	0.33	9.48	0.97
9.48	0.41	11.55	1.38
11.55	0.48	14.08	1.86
14.08	0.59	17.15	2.45
17.15	0.85	20.90	3.29
20.90	1.43	25.46	4.72

Size (Lo) um	Volume In %	Size (Hi) um	Volume Below %
25.46	2.51	31.01	7.23
31.01	4.23	37.79	11.46
37.79	6.66	46.03	18.12
46.03	9.56	56.09	27.68
56.09	12.35	68.33	40.03
68.33	14.29	83.26	54.32
83.26	14.82	101.44	69.14
101.44	13.30	123.59	82.44
123.59	9.49	150.57	91.92
150.57	5.26	183.44	97.18
183.44	2.15	223.51	99.34
223.51	0.62	272.31	99.96
272.31	0.04	331.77	100.00
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00



Şekil 3.2. Paslanmaz çelik tozlarının boyut dağılımı

3.2. Presleme

Deneyleerde kullanılan toz haldeki malzemeler, Resim 3.1’de görüntüsü verilen presleme cihazında 707, 796 ve 884 MPa basınçları kullanılarak tek yönlü olarak preslendi. Preslendikten sonra numunelerin kalıptan kolay çıkmasını sağlamak amacıyla tozlar kalıba doldurulmadan önce kalıbın iç yüzeyi, kalıp üst ve alt zımbası çinko stearat ve etil alkol karışımından oluşan yağlayıcı ile yağlandı.



Resim 3.1. Presleme cihazı

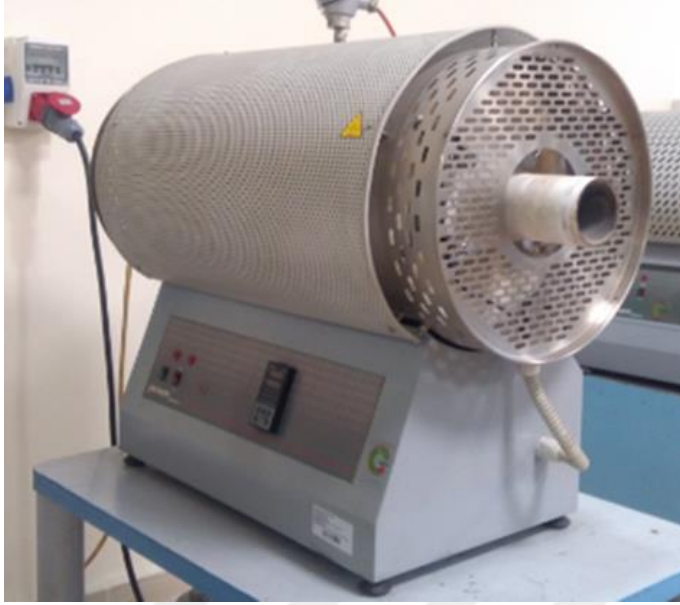
3.3. Sinterleme

Presleme işleminden sonra elde edilen numuneler, hem geleneksel fırında hem de mikrodalga fırında 800°C sıcaklıkta sinterlendi. Geleneksel fırın için 25, 35, 45 dk, mikrodalga fırın için 10, 15, 20 dk sinterleme süreleri kullanıldı. Geleneksel fırında sinterleme işlemi, Ar korumalı atmosferde gerçekleştirildi.

3.3.1. Geleneksel sinterleme

Geleneksel yöntemde, numuneler Resim 3.2’de gösterilen carbolite tüp fırında, Argon korumalı atmosfer ortamında sinterlendi. Öncelikle numuneler, grafit bir kayık içerisine

konulduktan sonra oda sıcaklığındaki fırının merkezine yerleştirilmiştir. Fırının, 15°C/dk ısıtma hızıyla 800°C'ye ısıtılması beklenmiştir. Sinterleme sırasında 25, 35, 45 dk sinterleme süreleri kullanılmıştır. Sinterleme süresi tamamlandıktan sonra numunelerin fırın içerisinde 15°C/dk soğutma hızında ve Argon korumalı atmosfer ortamında kontrollü olarak soğumaları sağlanmıştır.



Resim 3.2. Geleneksel sinterleme fırını

3.3.2. Mikrodalga sinterleme

Mikrodalga sinterleme işlemi, Resim 3.3'de gösterilen 2,45 GHz, 1600°C, 1100 W kapasitedeki laboratuvar tipi mikrodalga fırında gerçekleştirilmiştir. Numuneler, öncelikle kapaklı seramik kap içine konulmuş, sonrasında seramik kap fırın içindeki haznesine yerleştirilmiştir. Mikrodalga fırın, sıcaklığı 18°C/dk ısıtma hızıyla 800°C'ye gelecek şekilde ayarlanmıştır. Sinterleme işlemi için 10, 15, 20 dk sinterleme süreleri kullanılmıştır. Sinterleme sonrasında numuneler, mikrodalga fırın ile birlikte oda sıcaklığına kadar soğutulmuşlardır.



Resim 3.3. Mikrodalga sinterleme fırını

3.4. Yoğunluk

Sinterleme öncesinde ve sonrasında numunelerin boyutlarındaki değişime göre yoğunlukları belirlendi. Yoğunluklar belirlenirken aşağıdaki Eş. 3.1 ve Eş. 3.2 kullanılmıştır.

$$V = \frac{\pi D^2}{4} x h \quad (3.1)$$

V: hacim (mm³)

D: çap (mm)

h: yükseklik (mm)

$$d = \frac{m}{V} \quad (3.2)$$

d: yoğunluk (g/cm³)

m: kütle (g)

V: hacim (mm³)

3.5. Mikroyapı

Sinterleme işleme sonrasında, bakır ve paslanmaz çelik ara yüzeyinde sinter-bağlanmanın gerçekleşip gerçekleşmediğini görebilmek için numuneler ilk olarak 800, 1200 mesh'lik

dairesel zımpara kâğıtları kullanılarak zımparalama işlemine tabi tutulmuşlardır. Ardından numunelere, 6 ve 1 μm elmas pasta kullanılarak parlatma işlemi uygulanmıştır. Bu işlemlerin sonrasında numunelerin Leica DM 4000M marka optik mikroskop ile mikroyapıları incelenmiştir. Ayrıca JEOL marka JEM-6060LV Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) ile mikroyapıları incelenerek EDS analizi yapılmıştır.



Resim 3.4. Optik mikroskop



Resim 3.5. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)

3.6. Mikrosertlik

Numunelerin sertlikleri, Resim 3.6'da gösterilen mikrosertlik ölçme cihazında 10X büyütmede Vickers (HV-0.05) uygulanarak ölçülmüştür. Numuneden 1 mm aralıklarla

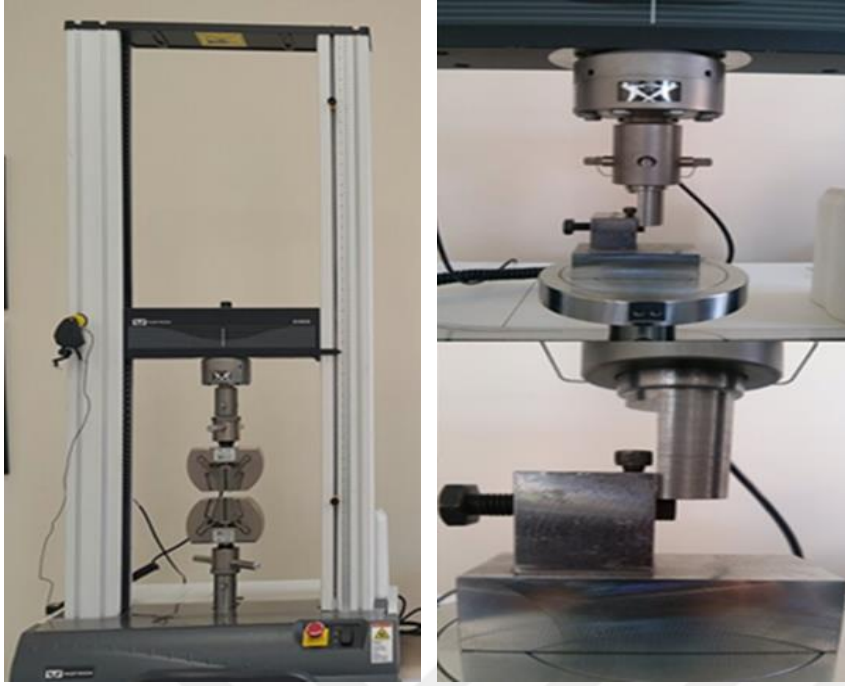
hem paslanmaz çelik ve bakır hem de her ikisinin birleştiği ara yüzeyden mikrosertlik değerleri alınmıştır. Arayüzey için iki farklı noktadan sertlik alınarak ortalaması alınmıştır.



Resim 3.6. Mikrosertlik ölçme cihazı

3.7. Çapraz Kesme Testi

Arayüzey dayanımlarını ölçmek amacıyla numunelere 5 kN (500 kgf) kapasiteli, çekme basma işlemi yapılabilen Instron 4411 model cihaz ile 0,5 mm/dk ilerleme hızında çapraz kesme testi uygulanmıştır. Cihaz basınç uygularken, numunelerin sabit kalabilmesi için hazırlanan düzeneğe Resim 3.7' de görüldüğü gibi yerleştirilmiştir.



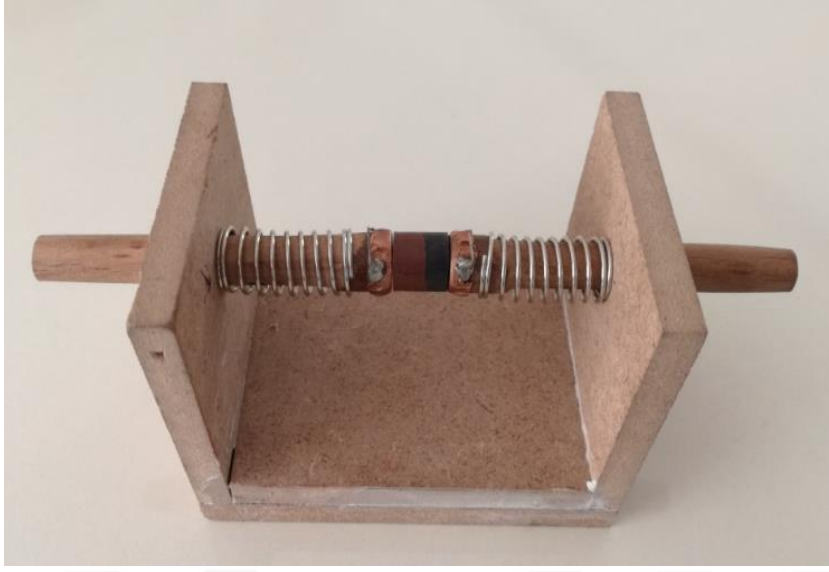
(a)

(b)

Resim 3.7. (a) Çapraz kesme testi yapılan cihaz (b) Çapraz kesme testinde numunenin konumu

3.8. Elektrik İletkenliği

Sinterleme yönteminin elektrik iletkenliğine olan etkisini belirlemek amacıyla, mikrodalga ve geleneksel sinterlenmiş numunelere elektrik iletkenliği testi uygulandı. Numuneler, elektrik ölçümü için tasarlanan düzeneğe Resim 3.8’de gösterildiği gibi yerleştirildikten sonra iletkenlikleri ölçülmüştür.



Resim 3.8. Elektrik iletkenliđi testi yapılırken kullanılan düzenek

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1. Yoğunluk değişimi

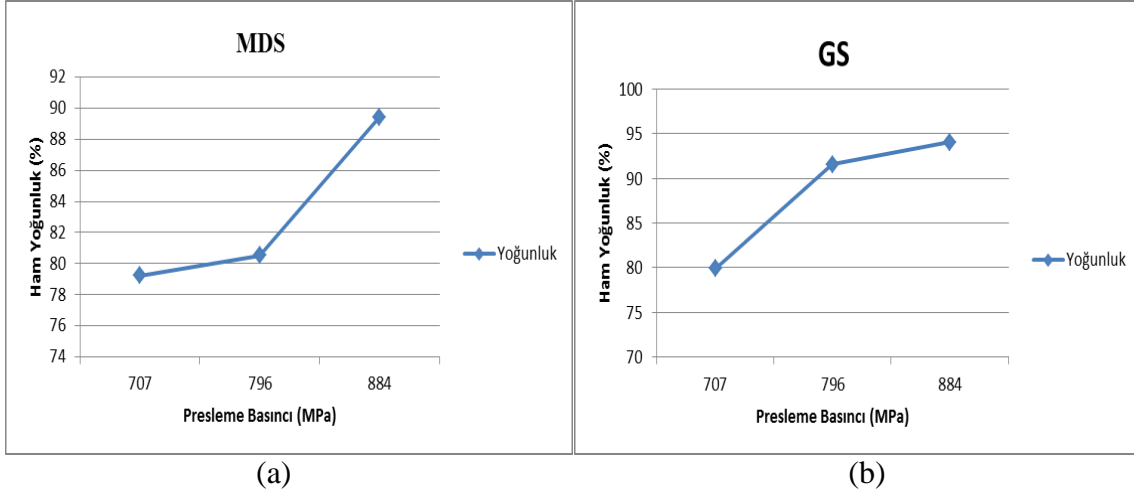
Farklı basınçlarda (707, 796, 884 MPa) preslenen numunelerin, ham ve sinterlenmiş yoğunlukları hesaplanarak Çizelge 4.1 ve Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de sonuçlar verilmiştir. Bu çalışmada, kullanılan en düşük basınç 707 MPa’da 10 dk mikrodalga sinterleme sonucu % 82,19 yoğunluk elde edilirken sinterleme süresinin 5 dk artması sonucu 15 dk sinterleme süresinde % 82,3, 20 dk sinterleme süresinde ise % 83,02 sinterlenmiş yoğunluk elde edilmiştir. Sinterleme süresinin 5’er dk aralıklarla artışının sinterlenmiş yoğunlukta artışa yol açtığı görülmüştür. Aynı basınçta geleneksel sinterlenmiş numunelerde 25 dk sinterleme süresinde % 87,29, 35 dk sinterleme süresinde % 89,07, 45 dk sinterleme süresinde % 90,62 yoğunluklara ulaşılmıştır. Geleneksel sinterleme de yoğunluk artışının mikrodalga sinterlenmiş numunelere göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Ancak burada yoğunluk artışına sinterleme süresinin mikrodalgadan daha uzun olmasının sebep olduğu düşünülmektedir. Artan presleme basıncı ile ham yoğunluklarda artış olduğu (707 MPa’da % 79,22, 796 MPa’da % 80,52, 884 MPa’da % 89,43) 10 dk sinterleme süresinde 707 MPa’da % 82,19 olan sinterlenmiş yoğunluk 796 MPa’da % 91,33’e çıkmış, 884 MPa basınçta % 89,19’a düşmüştür. Yüksek presleme basıncında daha yüksek yoğunlukların elde edilmesi beklenirken azalmış olmasının sebebinin, presleme sırasında gözeneklerde sıkışan gazların sinterleme sıcaklığında, hacimsel genleşme sonucu boyut artışına yol açarak yoğunluğun düşmesine sebep olduğu düşünülmektedir. Artan sinterleme süresi, tüm presleme basınçları için yoğunluk artışına sebep olduğu Tablo 4.1’deki sonuçlardan görülmektedir. Geleneksel sinterlenmiş numunelerde artan sinterleme süresinin yoğunluk artışına yol açtığı görülmektedir. Burada, yüksek presleme basıncı olan 884 MPa’da mikrodalgadaki yoğunlaşmanın aksine, yoğunluk azalması yerine yoğunluk artışı görülmektedir. Bunun nedeni, sinterleme süresinin uzun olması sonucu gözeneklerde genleşen gazların numuneyi terk ederek atmosfere çıkması ve yoğunlaşmanın böylece önündeki engellerin ortadan kalkmış olması olarak açıklanabilir.

Panda ve arkadaşları, 316L ve 434L paslanmaz çelikleri için 600 MPa presleme basıncı, 1400°C sinterleme sıcaklığı ve 1 saat sinterleme süresini kullandıkları çalışmalarında, 434L çeliğinin yoğunluğunda mikrodalga sinterlenen numunelerde geleneksel sinterlenen

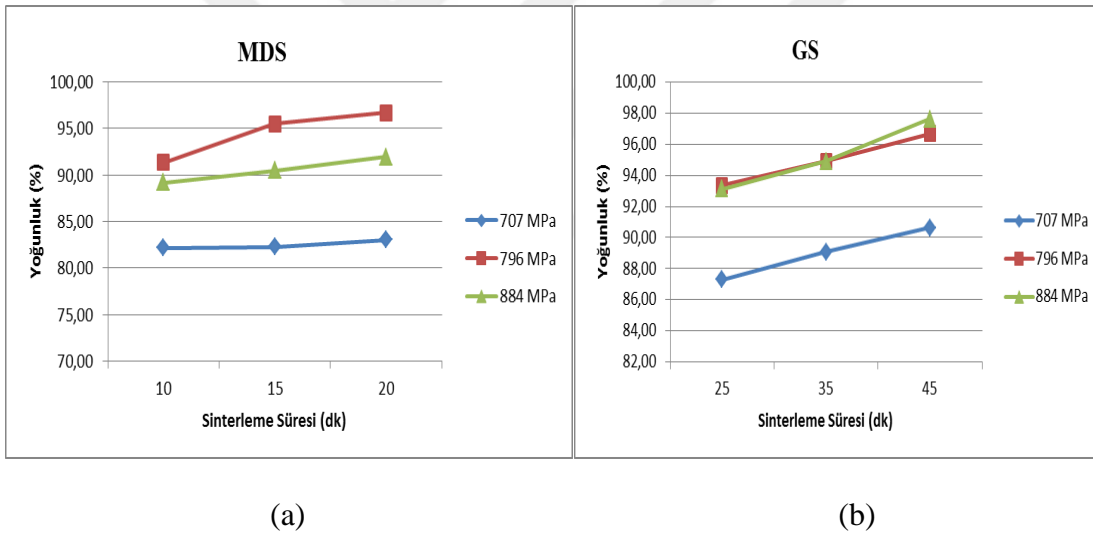
numunelerden daha fazla artış görülmüş, 316L çeliğinde ise mikrodalga sinterleme daha düşük yoğunlukla sonuçlanmıştır [36]. Padmavathi ve arkadaşları, 1400°C sinterleme sıcaklığında, 316L paslanmaz çeliği ve 316L-YAG kompozitleri için mikrodalga sinterlemenin geleneksel sinterlemeye göre daha iyi yoğunluk verdiğini bulmuşlardır[38]. Demirskyi ve arkadaşları toz metal bakır numunelerin yoğunlaşma kinetiğini inceledikleri çalışmalarında çok modlu boşlukta mikrodalga fırında sinterlenen numunelerin yoğunlaşma kinetiğinin geleneksel sinterleme teorisi ile aynı olduğunu, tek modlu boşlukta yoğunlaşma işleminde sinterleme sırasında malzemenin kısmen erimesiyle önemli ölçüde arttığını gözlemlemişlerdir [44]. Saitou farklı metallerin mikrodalga sinterlenme özelliklerini incelediği çalışmasında mikrodalga sinterlemenin daha fazla büzülmeyi teşvik ettiğini belirtmiştir [49].

Çizelge 4.1. Farklı basınçlarda (707, 796, 884 MPa) preslenen numunelerin ham ve sinterlenmiş yoğunlukları

PRESLEME BASINCI (MPa)	SİNERLEME YÖNTEMİ											
	MİKRODALGA SİNERLEME						GELENEKSEL SİNERLEME					
	Süre (dk)	Ortalama Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Ham Yoğunluk (g/cm ³)	% Yoğunluk	Sinterlen miş Yoğunluk (g/cm ³)	% Yoğunluk	Süre (dk)	Ortalama Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Ham Yoğunluk (g/cm ³)	% Yoğunluk	Sinterlen miş Yoğunluk (g/cm ³)	% Yoğunluk
707	10	8,42	6,67	79,22	6,92	82,19	25	8,42	6,73	79,93	7,35	87,29
	15				6,93	82,30	35				7,50	89,07
	20				6,99	83,02	45				7,63	90,62
796	10	8,42	6,78	80,52	7,69	91,33	25	8,42	7,71	91,57	7,84	93,35
	15				8,05	95,49	35				7,99	94,89
	20				8,14	96,67	45				8,14	96,67
884	10	8,42	7,53	89,43	7,51	89,19	25	8,42	7,92	94,06	7,86	93,11
	15				7,62	90,50	35				7,99	94,89
	20				7,74	91,92	45				8,22	97,62



Şekil 4.1. (a) Mikrodalga sinterleme için ve (b) geleneksel sinterleme için farklı basınçlarda preslenen numunelerin ham yoğunlukları

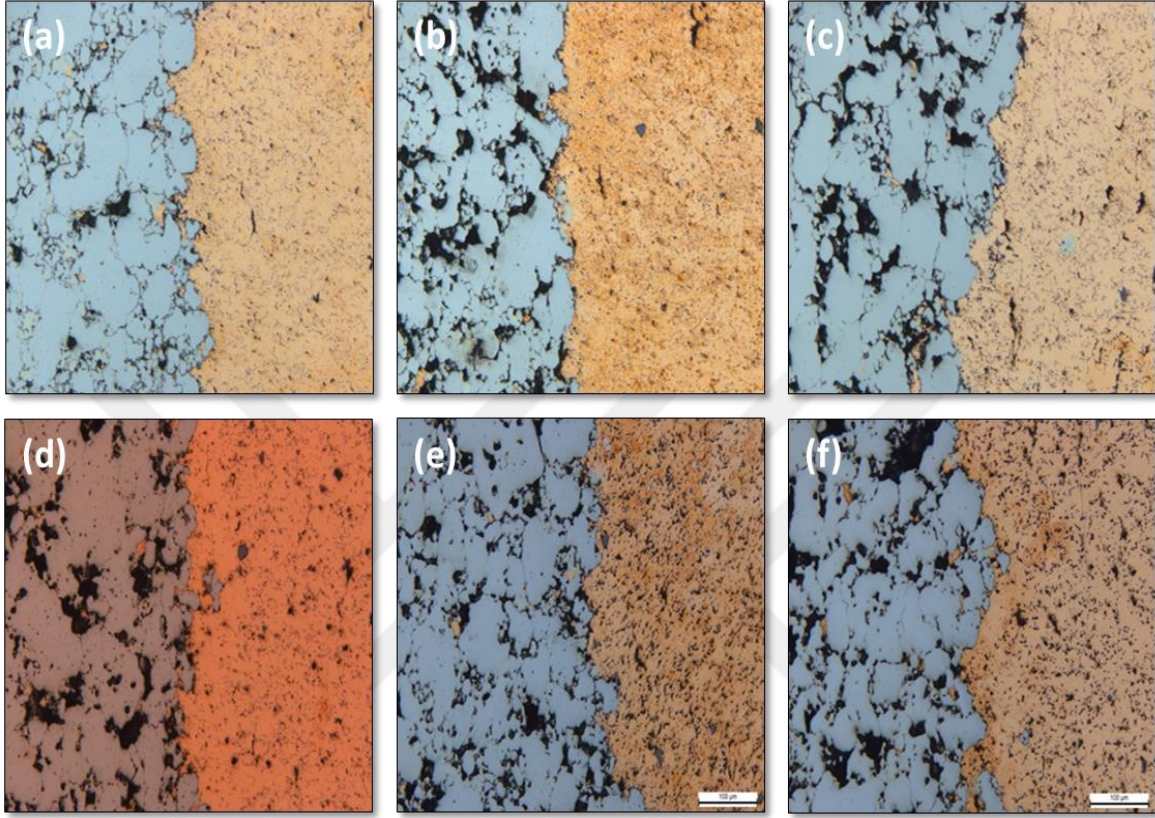


Şekil 4.2. (a) 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenen, (b) 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenen numunelerin sinterlenmiş yoğunlukları

4.2. Mikroyapı incelemesi

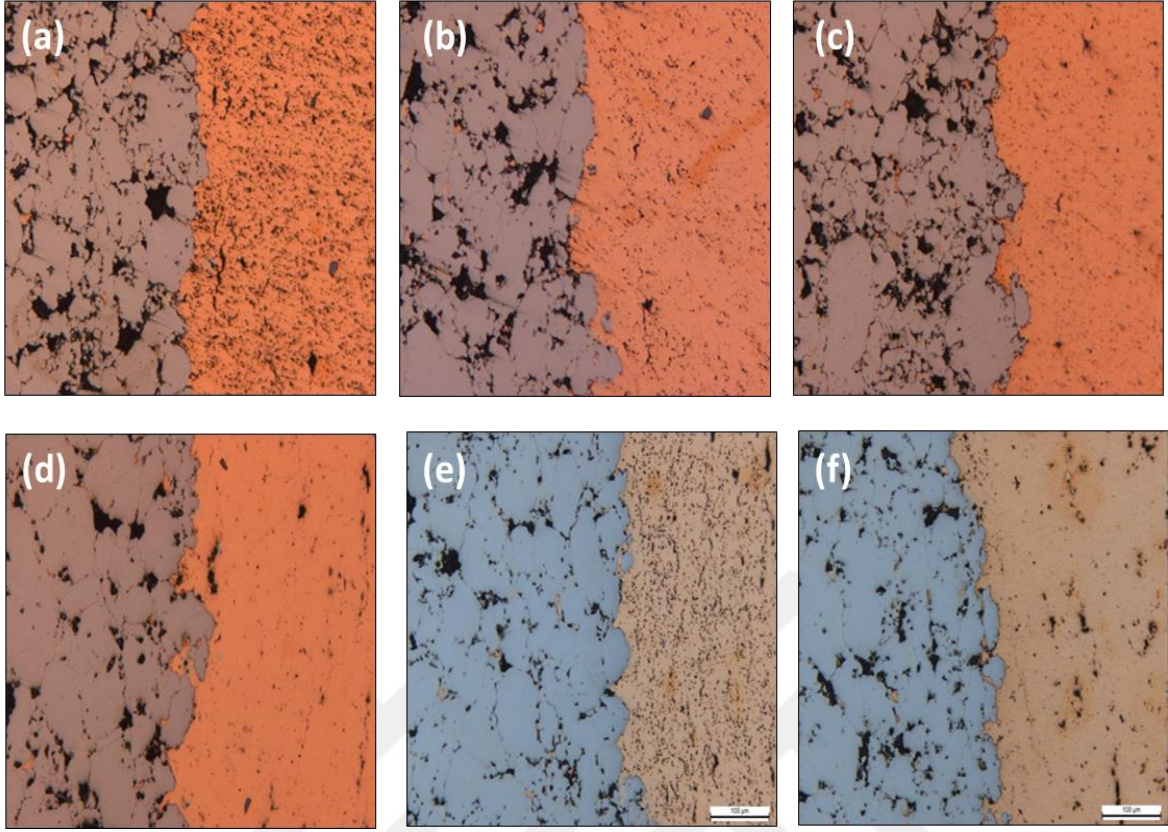
Farklı basınçlarda preslenerek mikrodalga ve geleneksel sinterleme fırınlarında sinterlenen numunelerin mikroyapıları optik mikroskopta incelenerek sinterleme süreleri ile mikroyapıda meydana gelen değişiklikler Resim 4.1, Resim 4.2 ve Resim 4.3'te verilmiştir. Tüm numunelerde gözeneklerin presleme yönüne dik doğrultuda yassılaştıkları görülmüştür. Paslanmaz çelik ve bakır taraflarında gözenekliliğin boyut ve miktar olarak farklı olduğu en önemli göze çarpan özelliği oluşturmaktadır. Bakır tarafında gözenek

miktarının azlığının yanı sıra gözenek boyutları çok küçük ve küresel şekilli oluşurken paslanmaz çelik tarafında gözeneklerin daha iri, presleme yönüne dik doğrultuda, birleşme ara yüzeyine paralel olarak dağıldığı görülmektedir.



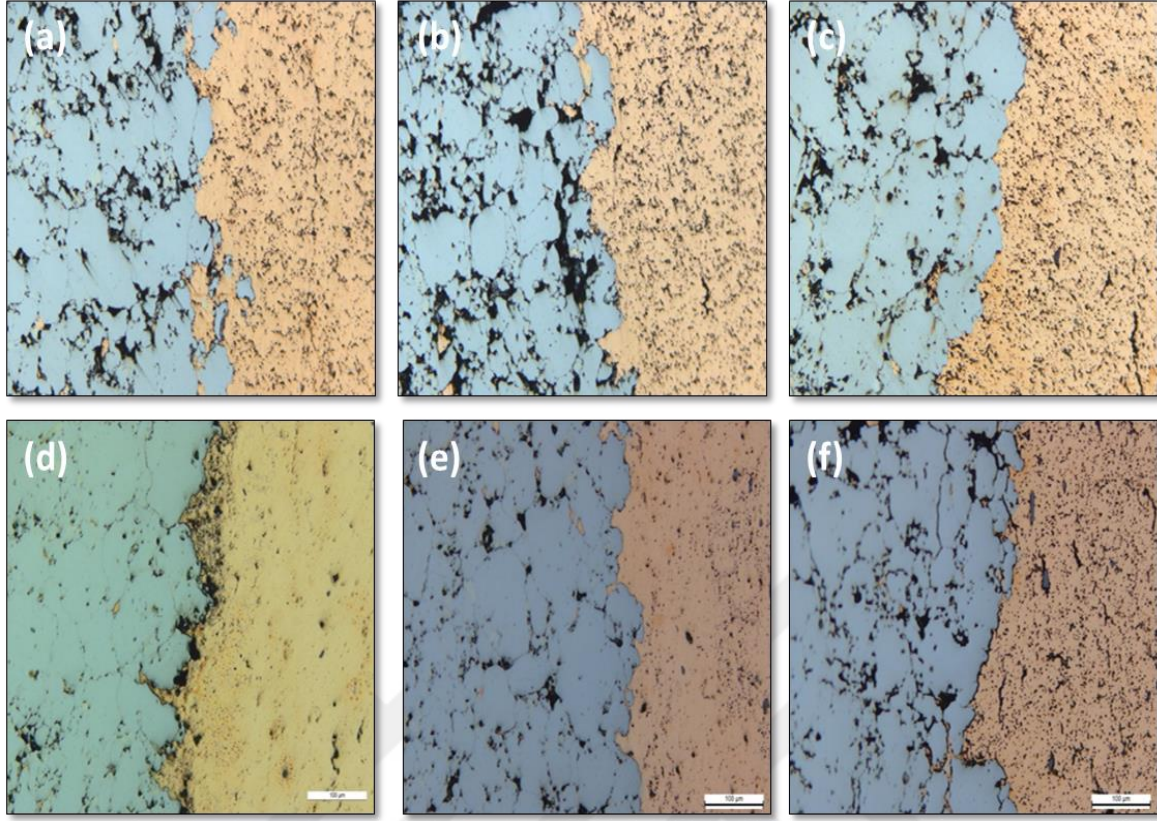
Resim 4.1. 707 MPa basınçta preslenmiş (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş, (d) 25 dk, (e) 35 dk, (f) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (50X büyütme)

En düşük presleme basıncı olan 707 MPa'da, 10 dk sinterleme süresinde mikrodalga sinterlenmiş numune (Resim 4.1.a) ile aynı basınçta preslenip geleneksel fırında 25 dk sinterleme süresinde sinterlenmiş numunenin (Resim 4.1.d) gözenek dağılımları karşılaştırıldığında, mikrodalga sinterlenmiş olan numunenin geleneksel sinterlenmiş numuneye göre gözenek miktarının çok az ve gözenek boyutlarının daha küçük olduğu görülmektedir. Sinterleme süresinin artması, hem mikrodalga sinterlenmiş hem de geleneksel sinterlenmiş numunelerde gözenekliliğin azalmasına gözenek boyutlarının küçülmesine sebep olmuştur.



Resim 4.2. 796 MPa basınçta preslenmiş (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş, (d) 25 dk, (e) 35 dk, (f) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (50X büyütme)

Presleme basıncı 796 MPa' a çıkarıldığında gözenek miktarının ve boyutlarının 707 MPa' a göre çok daha azaldığı ve küçüldüğü görülmektedir. Artan sinterleme sürelerinin, gözenek yok olması ve küçülmesinde etkili olduğu açık bir şekilde Resim 4.2 (d, e, f)'de görülmektedir. Mikrodalga sinterlemede, Resim 4.2 (a, b, c)'de görüldüğü gibi 796 MPa'da preslenmiş ve mikrodalgada sinterlenmiş numunelerin gözenek boyut ve miktarındaki azalma geleneksel sinterlemeye göre daha azdır. Bunun sebebinin, mikrodalga sinterleme sürelerinin kısa olmasında bağlı olduğu düşünülmektedir.



Resim 4.3. 884 MPa basınçta preslenmiş (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş, (d) 25 dk, (e) 35 dk, (f) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri (50X büyütme)

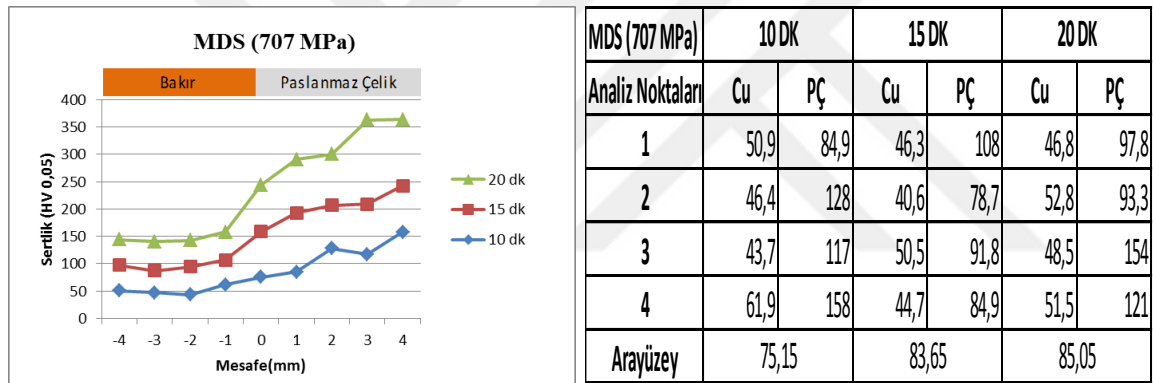
Bu çalışmada kullanılan en yüksek basınç, 884 MPa olup bu basınçta preslenen numunelerde gözenekliliğin miktarında azalma ve şekillerinde presleme yönüne dik çizgisel uzamalar şeklinde gözeneklerin şekillendiği görülmektedir. Bu basınçta da mikrodalga sinterlenmiş numunelerde gözenek boyutlarının daha büyük olduğu görülmektedir.

Ertuğrul ve arkadaşları, 700 MPa basınçta tek yönlü presledikleri 1250°C'ta 1 saat sinterledikleri 316L paslanmaz çeliği incelediklerinde, mikrodalga sinterlemenin geleneksel sinterlemeden farklı olarak tamamen yeniden kristalize edilmiş mikroyapı sağladığını, ancak gözeneklerin dağılımı ve şekli bakımından bir fark olmadığını gözlemlemişlerdir. İnce taneli paslanmaz çelik tozlarının kullanılmasının numunelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirdiğini belirtmişlerdir [39]. Panda ve arkadaşları çalışmalarında, hem 316L hem de 434L paslanmaz çelik için geleneksel sinterlenmiş numunelerde mikrodalga sinterlenmiş numunelere göre gözenek yapısının daha yuvarlak olduğunu, mikrodalga sinterlenmiş numunelerde ise gözeneklerin uzamış halde olduğunu

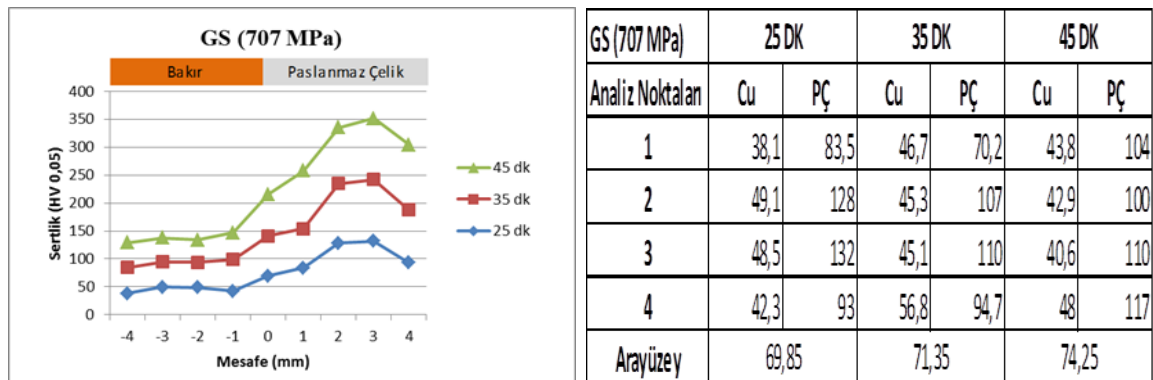
belirtmişlerdir. Her iki paslanmaz çelik içinde mikrodalga sinterleme, daha küçük ve dar bir gözenek yapısı ile sonuçlanmıştır [39].

4.3. Mikrosertlik

Üç farklı basınç, iki farklı sinterleme yöntemi ve altı farklı sinterleme süresinde sinterlenerek sinterleme yöntemi ile birleşmelerinin sağlandığı paslanmaz çelik ve bakır numunelerde, birleşme arayüzeyinden itibaren paslanmaz çelik ve bakır tarafında mikrosertlik incelemesi yapılarak sertlik değerlerinin presleme basıncı, sinterleme yöntemi, sinterleme sürelerine bağlı olarak değişimleri Şekil 4.3, Şekil 4.4 ve Şekil 4.5'te verilmiştir. Yatay eksen, 0 değeri arayüzey sertliğini, 1, 2, 3, 4 rakamları ise arayüzeyden 1 mm aralıklarla alınan sertlik değerlerini vermektedir.

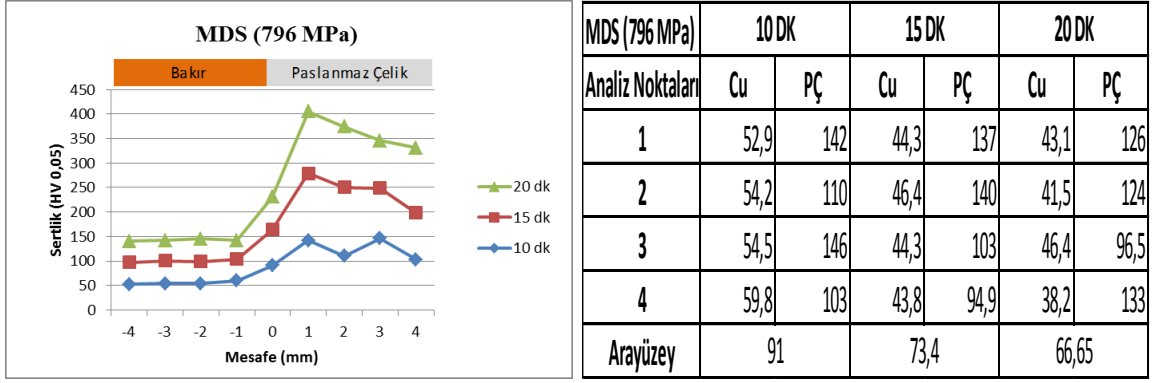


(a)

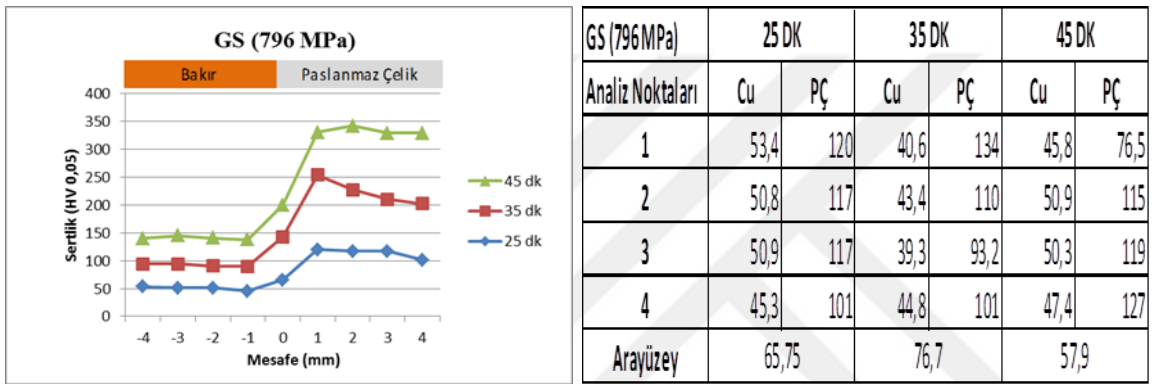


(b)

Şekil 4.3. 707 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga sinterlenmiş, (b) geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri

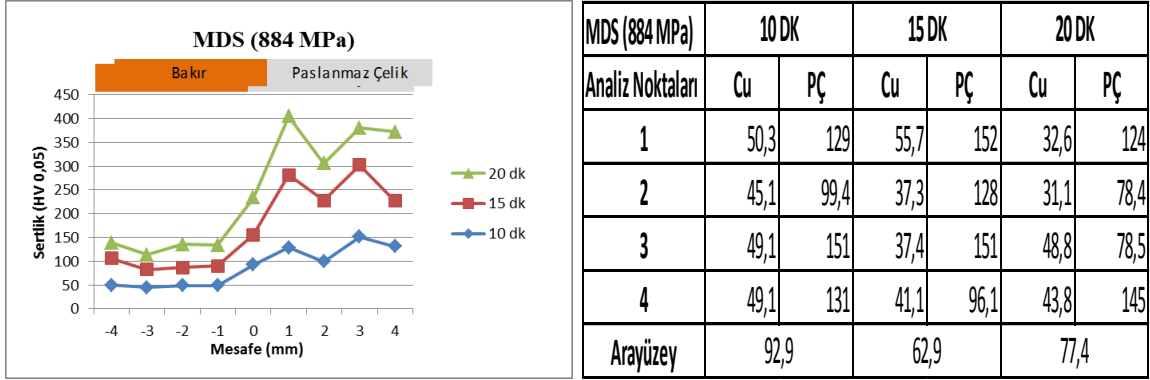


(a)

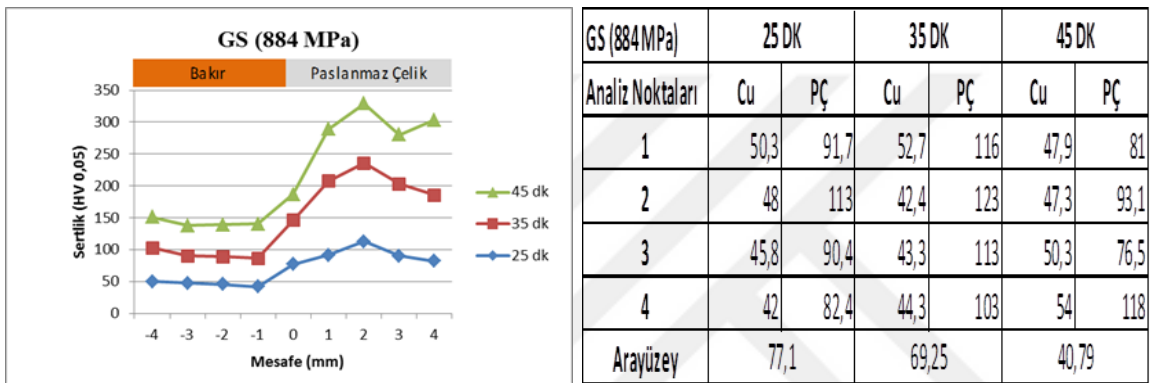


(b)

Şekil 4.4. 796 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga sinterlenmiş, (b) geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri



(a)



(b)

Şekil 4.5. 884 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga sinterlenmiş, (b) geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik değerleri

707 MPa'da, 10 dk mikrodalga sinterlenmiş numunede arayüzeyden 1 mm bakır tarafında 50,9 HV sertlik ölçülürken, geleneksel sinterlenmiş numunede 38,1 HV sertlik ölçülmüştür. Geleneksel sinterlemedeki sertlik düşmesinin sebebinin sinterleme süresine bağlı olduğu düşünülmektedir. Sinterleme süresince arayüzeyden bakır tarafına demir difüzyonu, paslanmaz çelik tarafına bakır difüzyonu gerçekleştiği, sertlikteki değişimlerin özellikle paslanmaz çelik tarafında daha belirgin olup, bakır tarafından paslanmaz çelik tarafına bakır difüzyonuna bağlı olarak arayüzeye yakın bölgelerde paslanmaz çelik sertliğinde azalmanın olduğu gözlenmiştir. Aynı şekilde arayüzeyden bakır tarafına demir difüzyonu sonucu bakır tarafının arayüzeye yakın bölgelerde sertlik değerlerinin bakır numuneye göre daha yüksek olduğu ölçülmüştür. Arayüzey sertlikleri 707 MPa'da 10 dk mikrodalga sinterlemede 75,15, 15 dk mikrodalga sinterleme de 83,65, 20 dk mikrodalga sinterleme 85,05 olarak ölçülmüştür. Artan sinterleme süresinin arayüzey sertliğinde artışa yol açtığı, bununda arayüzeye demir difüzyonu sonucu olduğu düşünülmektedir. Aynı

basınçta (707 MPa) geleneksel sinterlemede arayüzey sertlik değerleri sinterleme süresine bağlı olarak sırasıyla 25 dk da 69,85, 35 dk da 71,35, 45 dk da 74,25 Vickers olarak ölçülmüştür. Görüldüğü gibi geleneksel sinterlemede arayüzey sertliğinin mikrodalga sinterlemede daha düşük olduğu ölçülmüştür. Bunun artan sinterleme süresine bağlı olarak arayüzeye bakır difüzyonunun daha fazla olmasının neden olduğu düşünülmektedir. Artan presleme basıncına bağlı olarak arayüzey sertliğinde artış olduğu bununda plastik deformasyon sonucu oluştuğu düşünülmektedir. Genele olarak bakıldığında arayüzey sertliklerinde mikrodalga sinterlenmiş numunelerin değerlerinin daha yüksek çıktığı, klasik sinterlenmiş numunelerin daha düşük çıktığı görülmüştür. Geleneksel sinterlemenin sinterleme sürelerinin uzun olması sertlik azalmasına sebep olmuştur.

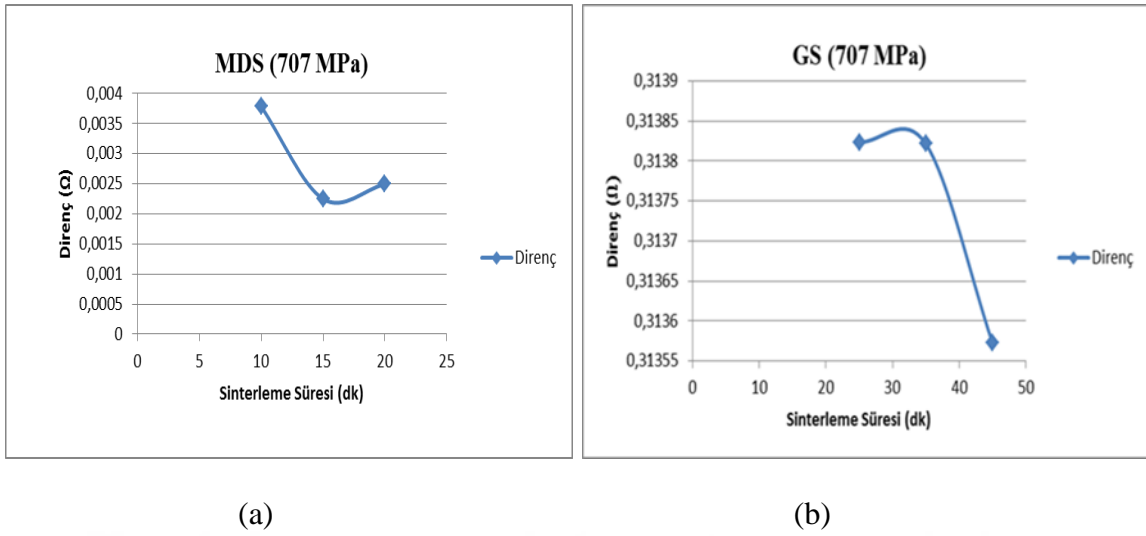
Kennedy ve arkadaşları çalışmalarında 560 MPa basınçta tek eksenli olarak presledikleri ve 1300°C sıcaklıkta sinterledikleri numunelerin mikrosertliklerini incelediklerinde mikrodalga sinterlenen numunelerin mikro sertliklerini 360 ila 396 VHN aralığında olduğunu tespit etmişlerdir. Bu değerler geleneksel sinterleme ile karşılaştırıldığında (250-300VHN) yüksektir [37]. Panda ve arkadaşları, 316L çeliğin GS sonrası sertliğini 136 HV₂, MDS sonrası sertliğini 114 HV₂ bulurken, 434L çeliği için GS sonrası sertliğini 132 HV₂ MDS sonrası sertliğini 109 HV₂ bulmuşlardır [37].

4.4. Elektrik İletkenliği

Farklı presleme basınçlarında sıkıştırılıp, farklı sinterleme sürelerinde sinterlenen numunelerin elektrik iletkenlikleri ölçülerek sinterleme yöntemi ve sinterleme süresinin elektrik iletkenliğine etkisi test edilmiştir.

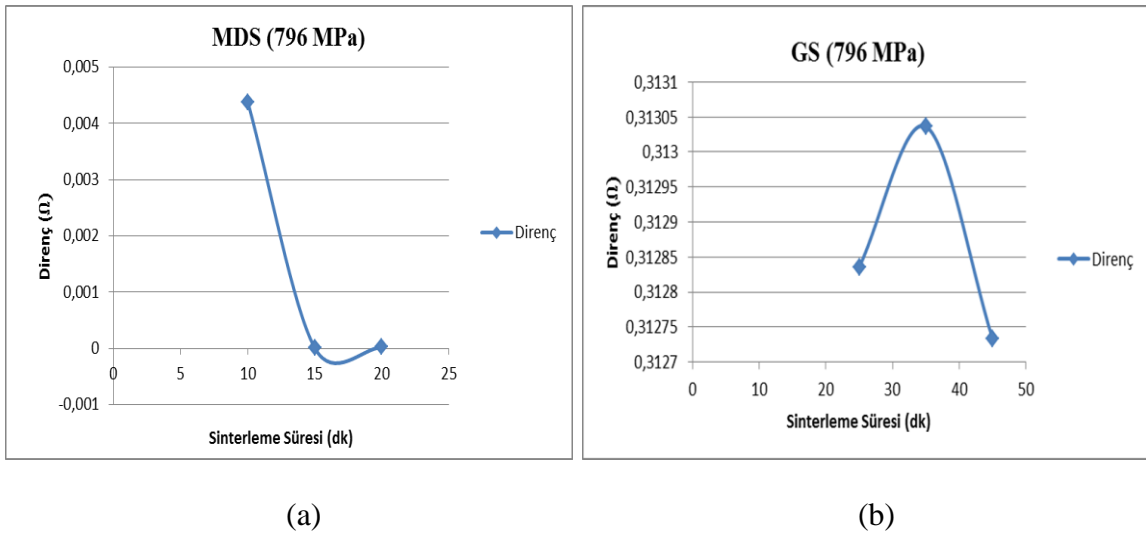
Çizelge 4.2. Mikrodalga ve geleneksel fırınlarda sinterlenen numunelerin farklı presleme basıncı ve sinterleme süresine göre değişen direnç değerleri

Presleme Basıncı (MPa)	Mikrodalga Sinterleme		Geleneksel Sinterleme	
	Sinterleme Süresi (dk)	Direnç (ohm)	Sinterleme Süresi (dk)	Direnç (ohm)
707 MPa	10	0,0038	25	0,31383
	15	0,0025	35	0,31382
	20	0,0023	45	0,31357
796 MPa	10	0,0045	25	0,31284
	15	0	35	0,31304
	20	0,0001	45	0,31273
884 MPa	10	0,0036	25	0,3134
	15	0,0047	35	0,31279
	20	0,0047	45	0,31285



Şekil 4.6. 707 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga, (b) geleneksel sinterlenen numunelerin sinterleme sürelerine göre değişen direnç (Ω) değerleri

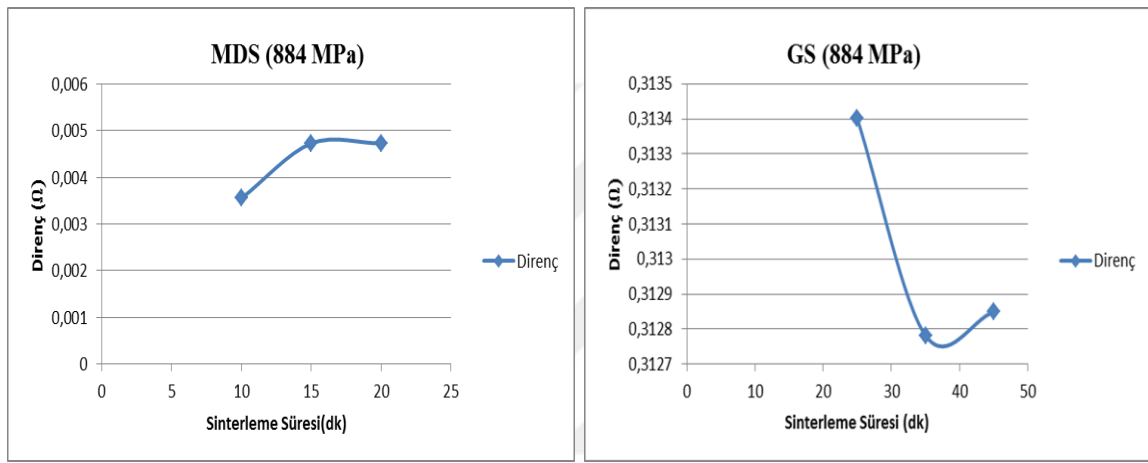
707 MPa presleme basıncında, 10 dk mikrodalga sinterleme süresinde direnç 0,0038 Ω ölçülürken, artan sinterleme süresi ile direncin azaldığı, elektrik iletkenliğinin arttığı gözlenmiştir. 15 dk mikrodalga sinterleme süresinde 0,0025 Ω , 20 dk mikrodalga sinterleme süresinde 0,0023 Ω direnç ölçülmüştür. Artan sinterleme süresi toz metal numunelerde yoğunlaşmaya neden olduğundan gözeneklilik azalmakta buna bağlı olarak iletkenlikte artış olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.7. 796 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga, (b) geleneksel sinterlenen numunelerin sinterleme sürelerine göre değişen direnç (Ω) değerleri

Artan presleme basınçlarında ve sinterleme sürelerinde de benzer etkilerin oluşması beklenmekle birlikte sonuçlar yorumlanamayacak şekilde farklı çıktığından, burada diğer

iki basınçta (796, 884 MPa) değerlendirilmemiştir. Ancak, 884 MPa basınçta preslenen, 10 dk mikrodalga sinterlenen numune ile 707 MPa preslenen, 10 dk mikrodalga sinterlenen numunelerin direnç değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmüştür. Bununla birlikte, 884 MPa'da 15 dk ve 20 dk sinterleme sürelerinde 0,0047 Ω direnç ölçülmüştür. Burada direncin daha yüksek olduğu, iletkenliğin düşük olduğu görülmektedir. Bunun da nedeni, yüksek basınçlarda presleme de toz metal numuneler de katmanlaşma ve geri yaylanma sonucu tabaka ve boşluklu yapı oluşmakta ayrıca artan süre ile oksit oluşma ihtimali de artacağından bu da iletkenliğe direnç oluşturarak iletkenliği düşürmektedir.



(a)

(b)

Şekil 4.8. 884 MPa basınçta preslenen (a) mikrodalga, (b) geleneksel sinterlenen numunelerin sinterleme sürelerine göre değişen direnç (Ω) değerleri

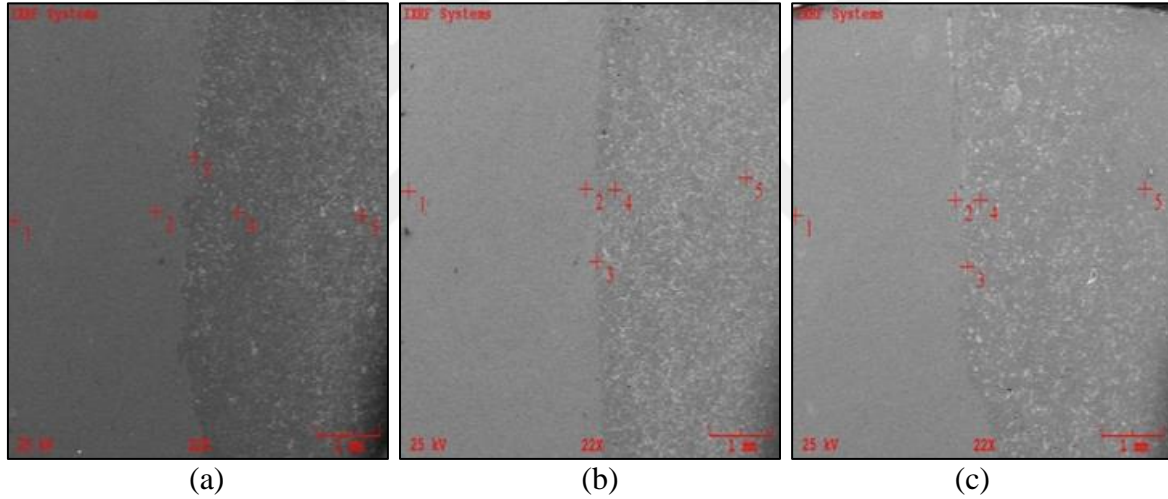
Tüm numunelerin elektriksel iletkenlik değerleri (Çizelge 4.2) incelendiğinde, MDS ve GS numunelerin direnç değerlerinde önemli bir fark olduğu görülmektedir. MDS numunelerin direnç değerleri GS numunelerden yaklaşık 100 kat düşük çıkmıştır. Buna göre düşük elektriksel iletkenlik istenilen durumlarda MDS yöntemi kullanılabilir.

4.5. Element Difüzyonu

TM yöntemiyle üretilen Cu ve paslanmaz çelik numunelerin, sinterleme sırasında oluşturacağı sinter-bağlanmanın element difüzyonuna bağlı geliştiği düşünülmüştür. Bu nedenle, sinterleme sırasında bakır ve paslanmaz çelik çiftinde, sinterleme yöntemi ve süresine bağlı olarak meydana gelen karşılıklı element difüzyonu (Fe ve Cu) değerleri elektron mikroskopunda inceleme sırasında EDS analizi ile tespit edilmiştir. Sinterleme

yöntemi, sinterleme süresi ve presleme basıncına bağlı element difüzyonu sonuçları Şekil 4.9, Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12, Şekil 4.13, Şekil 4.14'te ve Çizelge 4.3, Çizelge 4.4, Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6, Çizelge 4.7, Çizelge 4.8'de verilmiştir.

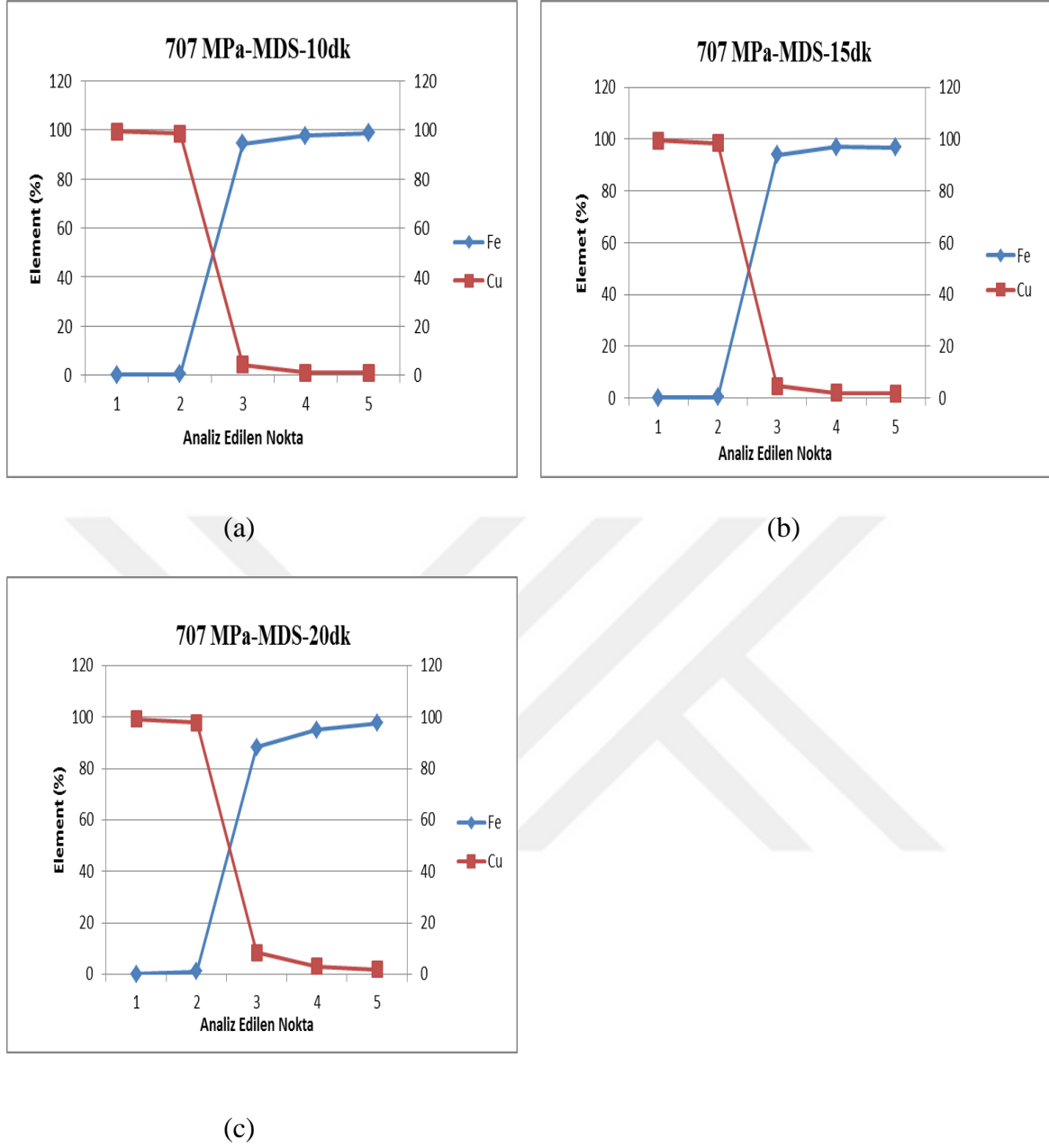
707 MPa preslenmiş 10 dk mikrodalga sinterlenmiş numunenin 1 noktasında % 0,25 Fe bulunurken, 2 noktasında % 0,411 Fe ve arayüzey olan 3 noktasında % 94,3 Fe, 4 noktasında % 97,64, 5 noktasında % 98,64 Fe bulunurken, 5 noktasında % 0,926 Cu, arayüzey de % 4,267 Cu, 2 noktasında % 98,565 ve 1 noktasında % 99,306 oranında Cu olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan, sinterleme sırasında sinter-bağlanan Cu ve paslanmaz çelik arasında karşılıklı element difüzyonun meydana geldiği açık olarak görülmektedir.



Resim 4.4. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

Çizelge 4.3. 707 MPa basınçta preslenmiş, 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

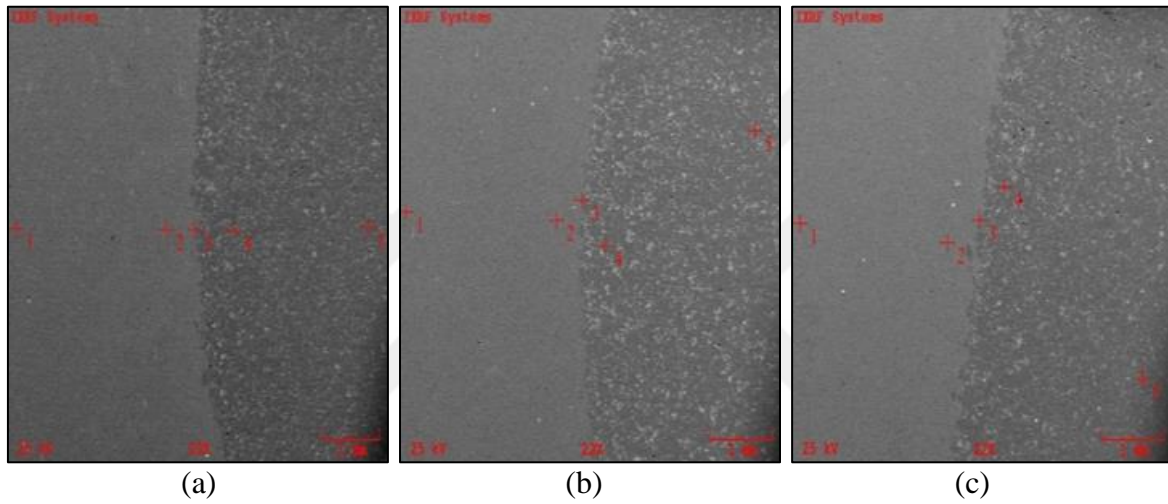
MİKRODALGA SİNERLEME (707 MPa)															
Element	10 dk					15 dk					20 dk				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Fe	0,25	0,411	94,342	97,64	98,64	0,118	0,325	93,806	96,95	96,75	0,161	1,04	88,365	95,003	97,63
Cu	99,306	98,565	4,267	0,926	0,926	99,43	98,337	4,567	2,055	1,8	99,288	97,845	8,557	3,063	2,004



Şekil 4.9. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk ve (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

Geleneksel sinterleme de ise, 707 MPa basınçta preslenen ve en düşük sinterleme süresi olan 25 dk sinterleme süresinde sinterlenen numunedeki bakırın arayüzeye en uzak noktası olan 1 noktasında % 0,152 Fe bulunurken, 2 noktasında % 0,560, arayüzey olan 3 noktasında % 94,074 ve 5 noktasında yani paslanmaz çeliğin arayüzeye en uzak noktasında % 96,77 oranında Fe tespit edilmiştir. Buna karşılık, 5 noktasında % 1,269 Cu, 4 noktasında % 1,465, 3 noktasında yani arayüzeyde % 4,416, 1 noktasında ise % 99,461 Cu bulunmuştur. Burada, paslanmaz çelik tarafına difüze olan Cu oranının mikrodalga sinterlemeye göre daha fazla olduğu görülmektedir. Bunun nedeni, geleneksel sinterleme

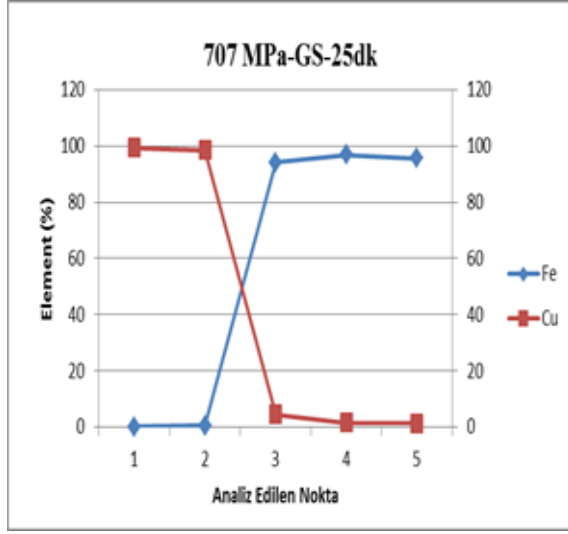
de, sinterleme süresinin mikrodalga sinterlemeye göre daha uzun olmasında kaynaklandığı düşünülmektedir. Element difüzyonu, numunelerin gözenekliliği, sinterleme süresi gibi faktörlerden etkilenmektedir. Bazı noktalarda ölçülen element miktarının beklenen değerlerden daha fazla veya daha az olması ölçüm noktalarının elementlerin difüzyon yollarına denk gelip gelmemesi ile ilgilidir. Arayüzeyden aynı mesafe uzaklıkta tane içerisindeki element difüzyonu ise tane sınırlarında alınan değerler, tane içinden daha yüksek oranlarda element olduğunu göstermiştir. Bu da, tane sınırlarının düşük aktivasyon enerjisi ile difüzyona imkân sağlayan difüzyon yollarının olmasından kaynaklanmaktadır.



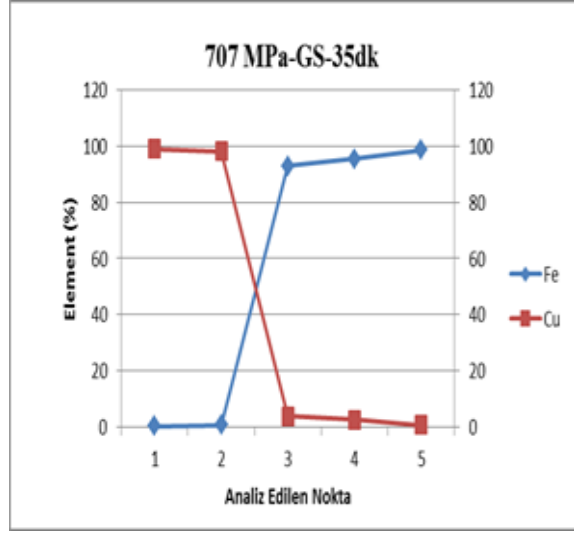
Resim 4.5. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 dk, (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

Çizelge 4.4. 707 MPa basınçta preslenmiş, 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

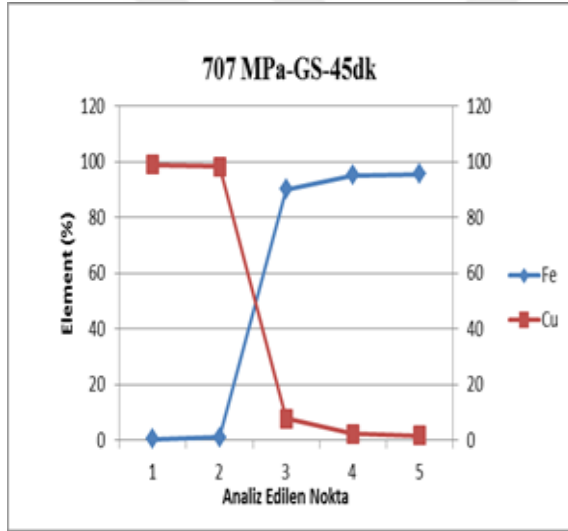
GELENEKSEL SİNERLEME (707 MPa)															
Element	25 dk					35 dk					45 dk				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Fe	0,152	0,56	94,074	96,77	95,68	0,221	0,642	92,825	95,47	98,621	0,467	1,042	90,032	95,11	95,5
Cu	99,461	98,631	4,416	1,465	1,269	99,02	98,159	3,855	2,586	0,589	98,917	98,356	7,889	2,431	1,732



(a)



(b)

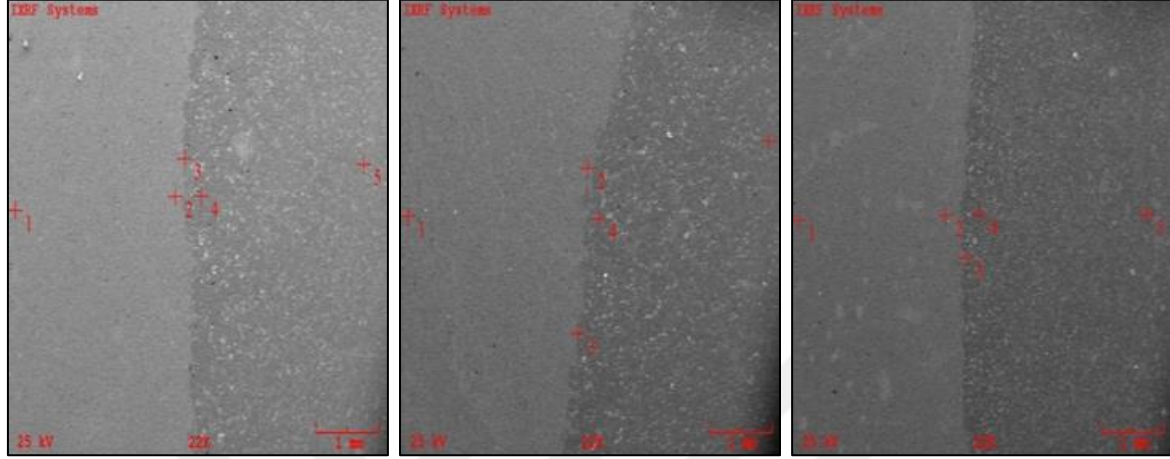


(c)

Şekil 4.10. 707 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 dk ve (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

796 MPa basınçta preslenen, 10 dk sinterleme süresinde mikrodalga fırında sinterlenen numunenin arayüze en uzak noktası olan 1 noktasında % 0,127 Fe, 2 noktasında % 0,316 Fe, arayüze olan 3 noktasında % 96,548 Fe olduğu bulunmuştur. Paslanmaz çeliğin arayüze en yakın noktası olan 4 noktasında % 98,962, en uzak noktası olan 5 noktasında ise % 99,068 olduğu tespit edilmiştir. Buna karşın, 5 noktasında % 0,45 Cu, 4 noktasında % 0,591 Cu, arayüze 3 noktasında % 1,582 Cu, 2 noktasında % 98,771 Cu ve 1 noktasında % 99,282 Cu olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara bakılarak, 10 dk

mikrodalga sinterleme sonrasında sinter-bağlanan numunede, paslanmaz çelik tarafından Cu tarafına Fe, Cu tarafından paslanmaz çelik tarafına Cu difüzyonunun gerçekleştiği açık bir şekilde görülmektedir.



(a)

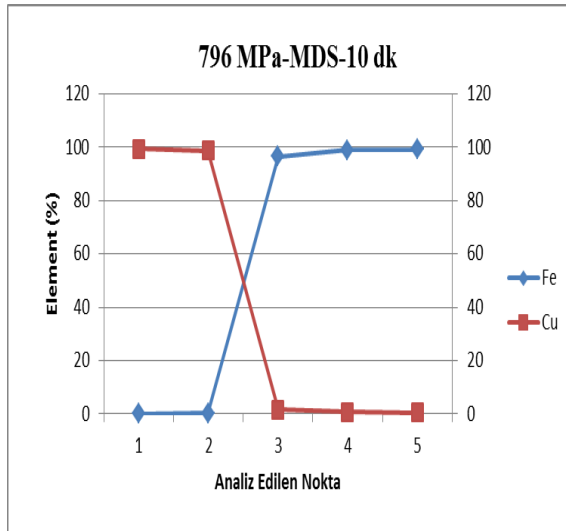
(b)

(c)

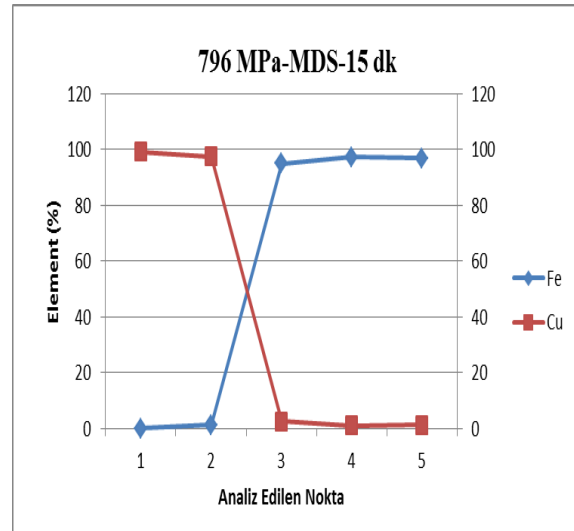
Resim 4.6. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

Çizelge 4.5. 796 MPa basınçta preslenmiş, 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

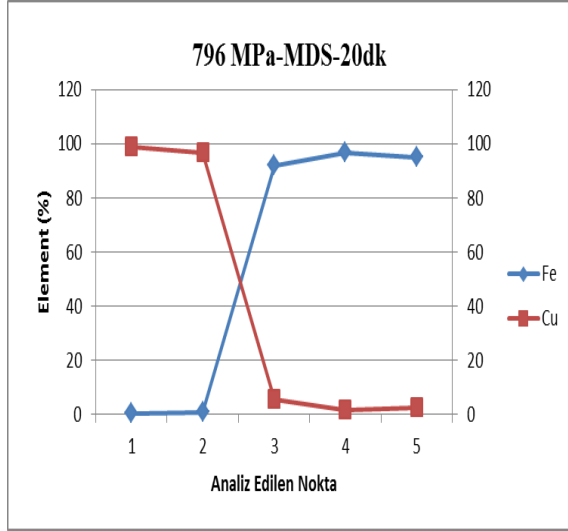
MİKRODALGA SİNERLEME (796 MPa)															
Element	10 dk					15 dk					20 dk				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Fe	0,127	0,316	96,548	98,962	99,068	0,071	1,355	94,936	97,358	97,005	0,453	1,004	92,069	96,864	95,095
Cu	99,282	98,771	1,582	0,591	0,45	99,261	97,535	2,587	1,168	1,226	98,993	96,923	5,084	1,872	2,663



(a)



(b)

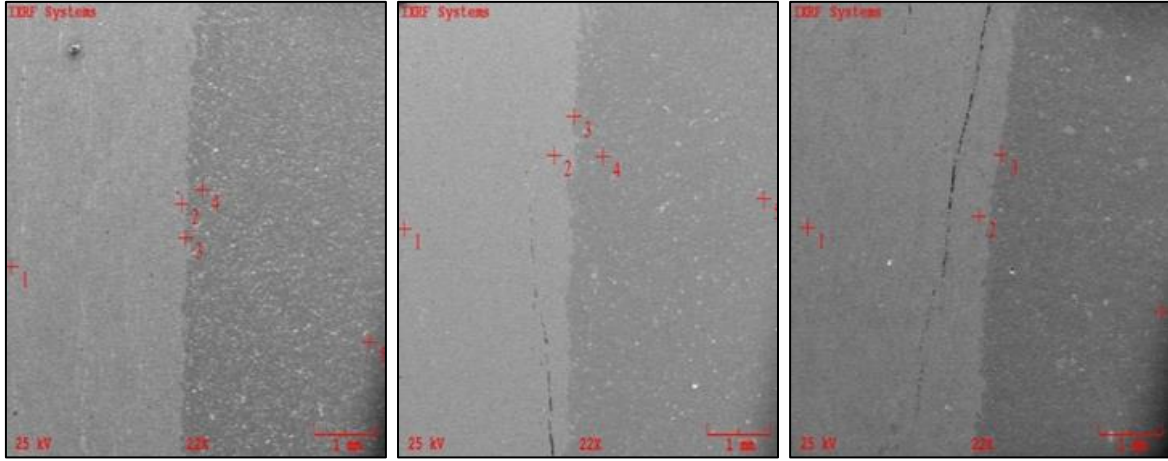


(c)

Şekil 4.11. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk ve (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

796 MPa basınçta preslene, geleneksel fırında sinterlenen numunelere bakıldığında, en düşük sinterleme süresi olan 25 dk sinterleme süresi boyunca sinterlenen numunenin 1 noktasında % 0,21 Fe, 2 noktasında % 0,325 Fe, arayüzey 3 noktasında % 93,944 Fe, 4 noktasında %94,499 Fe, 5 noktasında % 95,499 Fe olduğu tespit edilmiştir. Cu oranlarına bakıldığında, paslanmaz çeliğin arayüzeye en uzak noktası olan 5 noktasında % 2,02 Cu, 4 noktasında % 3,052 Cu, 3 noktasında % 3,789, 2 noktasında % 98, 663 Cu ve 1 noktasında % 98,955 Cu olduğu görülmüştür. Bu sonuçlara bakılarak, paslanmaz çelik ve Cu çifti arasında difüzyonun gerçekleştiği söylenebilir.

Mikrodalga sinterlenen ve geleneksel sinterlenen numunelerin element oranlarının verildiği Çizelge 4.5 ve Çizelge 4.6'daki değerlere bakıldığında, geleneksel sinterlenen numunelerde, mikrodalga sinterlenen numunelere göre, paslanmaz çelik ve Cu çifti arasında daha fazla oranda element difüzyonunun olduğu görülmektedir. Bu da, geleneksel sinterleme de sinterleme süresinin fazla olması nedeniyle difüzyon için daha fazla zaman olmasına bağlanmaktadır.



(a)

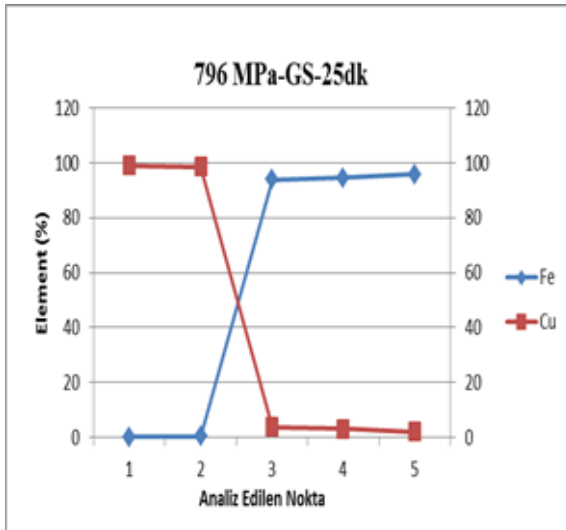
(b)

(c)

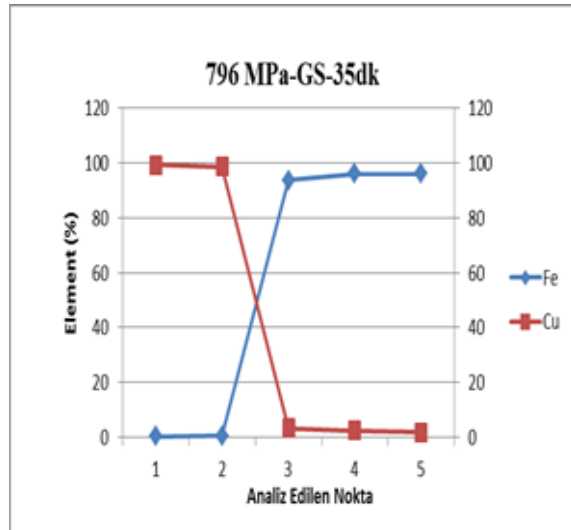
Resim 4.7. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 dk, (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

Çizelge 4.6. 796 MPa basınçta preslenmiş, 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

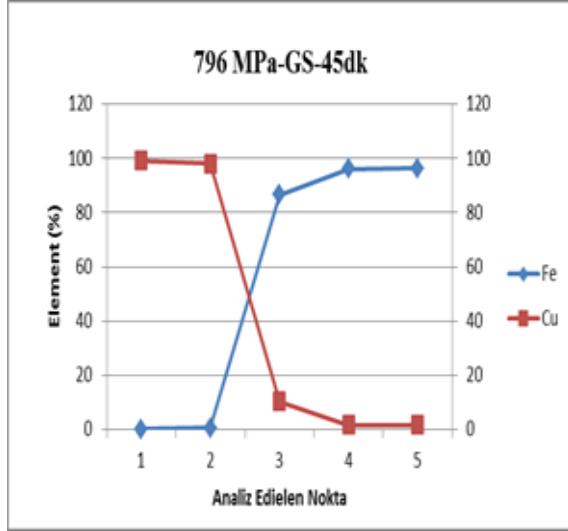
GELENEKSEL SİNERLEME (796 MPa)															
	25 dk					35 dk					45 dk				
Element	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Fe	0,21	0,325	93,944	94,499	95,868	0,303	0,548	93,752	96,03	96,114	0,17	0,475	86,621	96,022	96,422
Cu	98,955	98,663	3,786	3,052	2,02	99,286	98,548	3,46	2,507	1,932	99,162	98,067	10,322	1,723	1,561



(a)

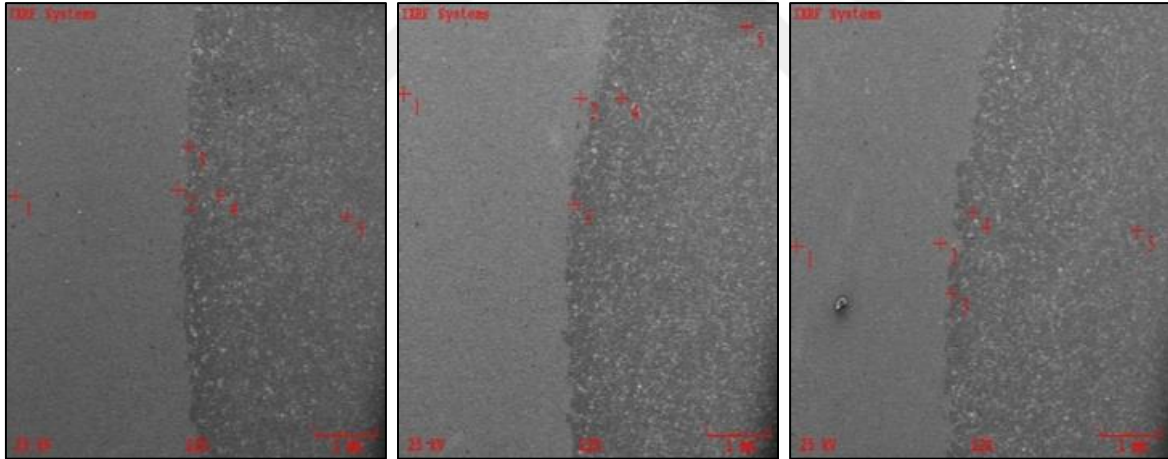


(b)



(c)

Şekil 4.12. 796 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 dk ve (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları



(a)

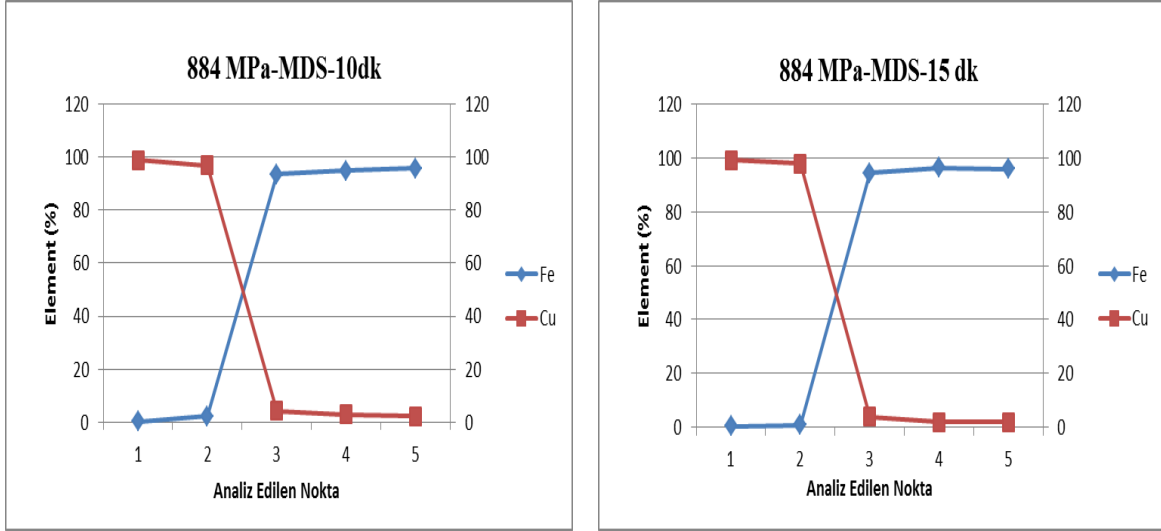
(b)

(c)

Resim 4.8. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk, (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

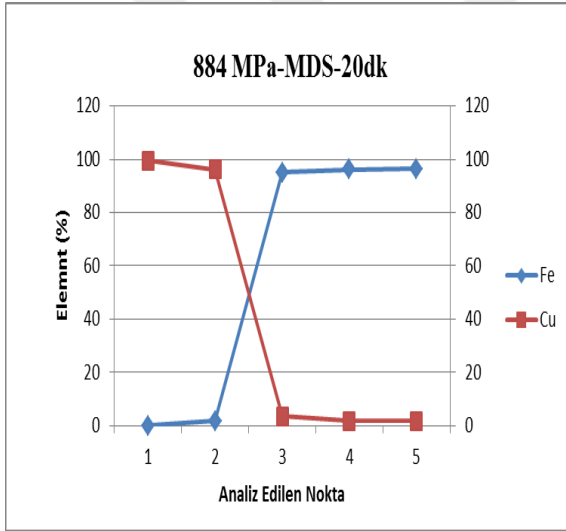
Çizelge 4.7. 884 MPa basınçta preslenmiş, 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

MİKRODALGA SİNERLEME (884 MPa)															
Element	10 dk					15 dk					20 dk				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Fe	0,308	2,146	93,533	94,983	95,83	0,279	0,773	94,437	96,323	95,987	0,074	1,764	95,007	96,228	96,445
Cu	98,847	96,877	4,236	2,771	2,141	99,199	97,829	3,675	1,877	1,866	99,486	96,228	3,49	1,764	1,764



(a)

(b)



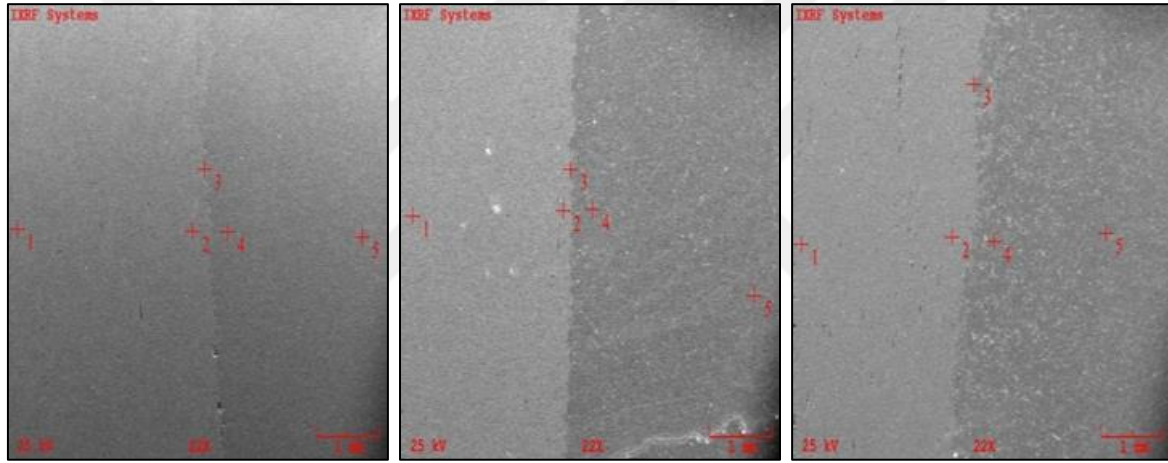
(c)

Şekil 4.13. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 10 dk, (b) 15 dk ve (c) 20 dk mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

884 MPa basınçta preslenen 10, 15 ve 20 dk mikrodalga sinterlenen ve 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenen numunelerin EDS analizi sonuçlarının yer aldığı Çizelge 4.7 ve Çizelge 4.8'de görüldüğü gibi 707 MPa ve 796 MPa basınçta preslenen, farklı sinterleme sürelerinde mikrodalga ve geleneksel sinterlenen numunelerde görüldüğü gibi paslanmaz ve Cu çifti arasında difüzyonun gerçekleştiği açıktır.

EDS analizi yapılırken başlangıçtaki beklenti, presleme basıncı ve sinterleme süresindeki artışa bağlı olarak difüzyon oranında da düzenli bir artışın gerçekleşmesiydi. Ancak,

sonuçlardan da görüleceği gibi böyle bir yorumun yapılabileceği değerler elde edilmemiştir. Bunun nedeni, başta da izah edildiği gibi difüzyon olayının gözenek ve sinterleme süresi gibi faktörlerden etkileniyor olmasıdır. Analiz yapılan noktalarda, elde edilen sonuçların beklentinin aksine daha az ya da daha fazla çıkması, ölçülen noktaların difüzyon yoluna denk gelip gelmemesi ile ilişkilendirilebilir. Arayüzeyden itibaren yaklaşık olarak aynı mesafeden analiz yapılması ve bu noktanın tane sınırı ya da taneye denk gelmesinin elde edilen sonuçlarda etkili olduğu düşünülmektedir. Tane sınırlarında düşük aktivasyon nedeniyle difüzyonu kolaylaştıran difüzyon yollarının olması, dolayısıyla tane sınırlarında elde edilen element oranlarının tane içine rastlayan noktalardan daha yüksek sonuçlar elde edilmesine neden olduğu tahmin edilmektedir.



(a)

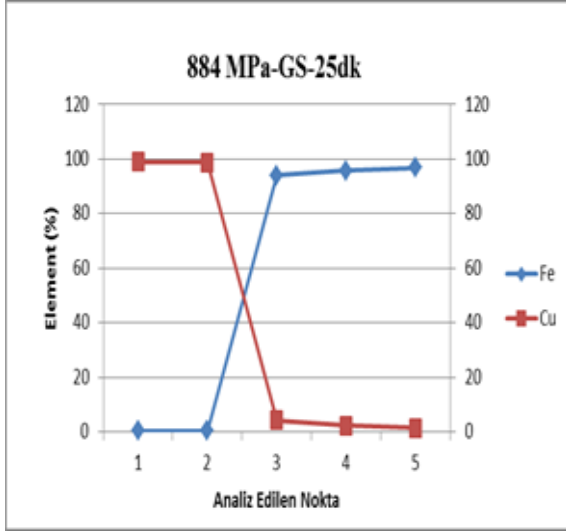
(b)

(c)

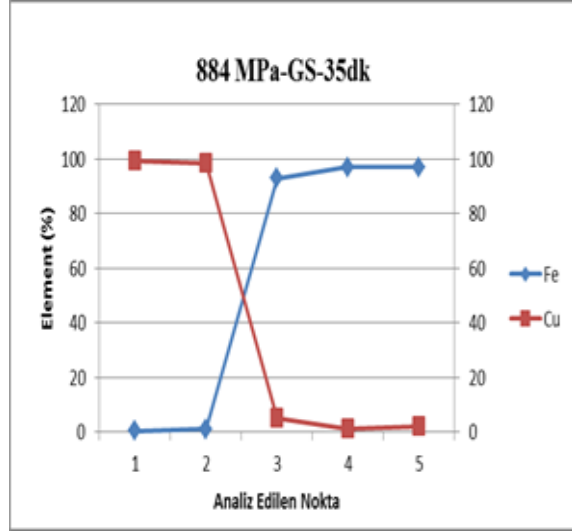
Resim 4.9. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 dk, (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri

Çizelge 4.8. 884 MPa basınçta preslenmiş, 25, 35 ve 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

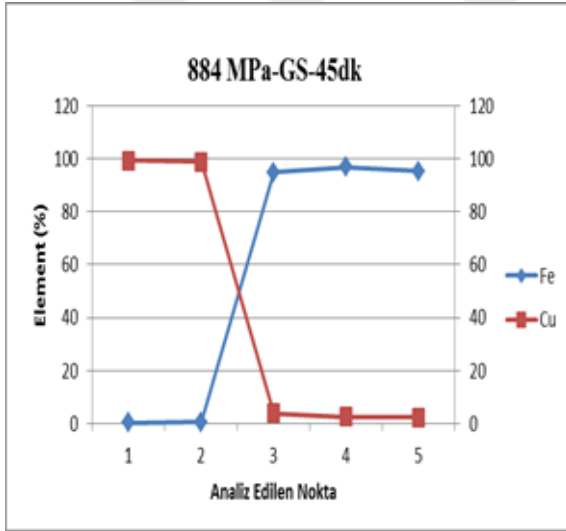
GELENEKSEL SİNERLEME (884 MPa)															
Element	25 dk					35 dk					45 dk				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Fe	0,306	0,327	93,964	95,716	96,714	0,443	0,955	92,821	96,994	96,047	0,167	0,378	94,845	96,966	96,383
Cu	98,885	98,6	4,167	2,382	1,375	99,371	98,471	5,052	1,207	1,973	99,316	98,858	3,762	2,474	2,243



(a)



(b)



(c)

Şekil 4.14. 884 MPa basınçta preslenmiş, (a) 25 dk, (b) 35 dk ve (c) 45 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak değişen element oranları

4.6. Çapraz Kesme

Farklı basınçlarda preslenerek sinter bağlanması sağlanan bakır ve paslanmaz çelik numunelere, bağ mukavemetlerini belirlemek amacıyla çapraz kesme testi uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.9'da verilmiştir.

Çizelge 4.9. Çapraz kesme testi yapılan numunelerin sinterleme yöntemi, presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığına bağlı olarak arayüzey bağ mukavemetlerindeki değişim

Sinterleme Yöntemi	MİKRODALGA SİNERLEME		GELENEKSEL SİNERLEME	
Presleme Basıncı (MPa)	Sinterleme Süresi (dk)	σ (MPa)	Sinterleme Süresi (dk)	σ (MPa)
707	10	26,18791	25	30,09014
	15	54,79243	35	72,95567
	20	55,20267	45	76,80086
796	10	76,28783	25	20,50785
	15	60,30456	35	58,5307
	20	15,74424	45	65,13477
884	10	61,85233	25	38,61635
	15	61,52044	35	2,12566
	20	17,91891	45	26,63656

Kesme mukavemetinin doğru değerlendirilebilmesi amacıyla 796 MPa basınçta bakır ve paslanmaz çelik numuneler, preslenerek mikrodalga sinterleme ile sinterlenmişlerdir. Sonrasında çapraz kesme testi uygulanarak elde edilen değerler referans olarak alınmış ve bağlanma mukavemetleri bunlar dikkate alınarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.10. Ayrı ayrı 796 MPa basınçta preslenen mikrodalga 10, 15 ve 20 dk sinterlenen paslanmaz çelik ve bakır numunelerin bağ mukavemetlerindeki değişim

Malzeme	Paslanmaz Çelik		Bakır	
Presleme Basıncı (MPa)	Sinterleme Süresi (dk)	σ (MPa)	Sinterleme Süresi (dk)	σ (MPa)
796	10	98,69	10	25,22
	15	101,54	15	12,72
	20	113,32	20	31,59

Buna göre, mikrodalga ve geleneksel sinterlenmiş numunelerde Çizelge 4.9'daki sonuçlardan da görüleceği gibi artan sinterleme süresiyle bağ mukavemetlerinde artışlar görüldü ve bu artışın geleneksel sinterlenmiş numunelerde mikrodalga sinterlenmiş numunelere göre daha yüksek olduğu, en düşük basınç olan 707 MPa preslenmiş numunelerde açıkça görülmektedir. 796 ve 884 MPa basınçta sinterlenmiş numunelerin, sinterlenme süresi ve sinterleme yöntemine göre daha yüksek bağ mukavemeti vermesi beklenmesine karşın sonuçlar yoruma gerek duyulmayacak çarpıklıklar gösterdiğinden burada sadece 707 MPa'daki sinterleme süreleri ve sinterleme yöntemleri

değerlendirilmiştir. Beklenti, artan sıkıştırma basıncı ve sinterleme süresi ile bağ mukavemetinin de artmasıdır. Ancak, yukarıda ifade edildiği gibi bazı değerler çok daha düşük bağ mukavemeti vermektedir (2.12 MPa). Bunun yüksek basınçlarda katmanlaşma hatasına bağlı olarak, kesme kuvvetinin uygulandığı noktanın katmanlaşma ara yüzeyine denk gelebilme ihtimaline bağlı olduğu düşünülmektedir. Kırılma ara yüzeylerinin gözle yapılan incelemelerinde paslanmaz çeliğin ara yüzeyden kopmak yerine bakır tarafından koptuğu, bakırın ise plastik şekil değiştirerek sünme gösterip sonra koptuğu gözlenmiştir. Bu da, arayüzey bağ mukavemetinin toz metal bakırın kırılma mukavemetinde yüksek, toz metal paslanmaz çelik numunenin kırılma mukavemetinden düşük olduğu bu sonuçlarla görülmüştür.

Kennedy ve arkadaşları, östenitik paslanmaz çeliğin gerilme mukavemetini 255 MPa ile 580 MPa arasında olduğunu belirlemişlerdir [37].



5. SONUÇLAR

Mikrodalga sinterlemenin, toz metal bakır ve paslanmaz çelik malzemelerin sinter bağlanma özelliklerine etkisini incelemek amacıyla yapılan bu çalışmada 707, 796 ve 884 MPa presleme basınçları, mikrodalga sinterleme için 10, 15 ve 20 dk, geleneksel sinterleme için 25, 35 ve 45 dk sinterleme sürelerinde sinterlenen numunelerin yoğunluk, mikroyapı, sertlik, elemen difüzyonu, kesme dayanımları ve elektriksel iletkenlik özellikleri incelenerek mikrodalga sinterleme ve geleneksel sinterleme yöntemlerinin birbirlerine göre üstünlükleri kıyaslanmıştır. Bu çalışmada aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

1. Geleneksel sinterlenmiş numunelerde yoğunluk artışının, mikrodalga sinterlenmiş numunelere göre daha fazla olduğu görülmüştür. Ancak, artan basınçla birlikte yoğunlukta artış beklenmesine rağmen en yüksek basınç olan 884 MPa basınçta preslenen, 10 dk mikrodalga sinterlenmiş ve 25 dk geleneksel sinterlenmiş numunelerin yoğunluklarında düşüş görülmüştür. Bu sonuca, presleme sırasında sıkışan gazların sinterleme sıcaklığında, hacimsel genişleme sonucu boyut artışına yol açarak yoğunlukta düşüğe neden olduğu düşünülmektedir.
2. Mikrodalga ve geleneksel sinterlenmiş numunelerin mikroyapıları incelendiğinde, gözeneklerin presleme yönüne dik doğrultuda yassılaştıkları görülmüştür. Paslanmaz çelik ve bakır tarafı incelendiğinde gözeneklerin boyut ve miktarında dikkat çeken bir fark olduğu görülmüştür. Bakır tarafında gözenek miktarı azalırken, gözenek boyutları çok küçük ve küresel şekilli oluşurken, paslanmaz çelik tarafında gözenekler daha iri, presleme yönüne dik doğrultuda, birleşme arayüzeyine paralel olarak dağıldığı görülmüştür. Ayrıca, genel olarak presleme basıncı ve sinterleme süresi arttıkça gözenek boyutunda ve miktarında azalma olmuştur.
3. 707 MPa basınçta preslenmiş, mikrodalga sinterlenmiş numunelerde sinterleme süresi arttıkça direncin azaldığı, elektrik iletkenliğinin arttığı görülmüştür. Bu durum, artan sinterleme süresiyle birlikte yoğunlaşmanın artması ve gözenekliliğin azalmasına bağlanmaktadır. Artan sinterleme basınçlarında ve sinterleme sürelerinde benzer sonuçlar beklenmekle birlikte, sonuçlar yorumlanmayacak şekilde farklı çıkmıştır. Bu nedenle, 796 ve 884 MPa presleme basınçları için değerlendirme yapılamamıştır.
4. Mikrosertlik ölçümü yapıldığında, genel olarak arayüzey sertliklerinde mikrodalga sinterlenmiş numunelerin sertlik değerlerinin daha yüksek olduğu, geleneksel sinterlenmiş

numunelerin sertlik deęerlerinin daha dūşük çıktığı görülmüştür. Geleneksel sinterlemede, sürelerin fazla olmasının arayüze bakır difüzyonunu arttırması sonucu sertlikte dūşüğe neden olduęu düşünölmektedir.

5. Elektron mikroskobunda EDS analizi yapıldığında, Cu ve paslanamaz çelik çiftinde sinterleme süresi ve presleme basıncına baęlı olarak arayüzeyden itibaren karşılıklı element difüzyonu olduęu görülmüştür. Genel olarak geleneksel sinterlenmiş numunelerde difüzyon oranının mikrodalga sinterlenmiş numunelerden daha fazla olduęu görülmüştür. Bu, geleneksel sinterleme sürelerinin mikrodalga sinterleme sürelerinde fazla olmasına baęlanmıştır. Bazı noktalarda ölçölen element oranlarının beklenen deęerlerden daha az veya daha fazla çıktığı görülmüştür. Arayüzeyden aynı mesafe uzaklıktaki element difüzyonuna bakıldığında tane sınırlarına rastgelen noktalardan elde edilen deęerler, tane içine rastgelen noktalardan alınan deęerlerden yüksek olduęu görülmüştür. Bu da, tane sınırlarının dūşük aktivasyon enerjisi ile difüzyona imkân saęlayan difüzyon yollarının olmasına baęlanmıştır.

6. Geleneksel ve mikrodalga sinterleme ile sinter-baęlanan bakır ve paslanmaz çelik çiftlerinin arayüzeylerindeki baę mukavemetini ölçmek için yapılan çapraz kesme testi sonuçlarına göre, sinterleme süresi arttıkça baę mukavemetlerinde artışlar olduęu ve bu artışta geleneksel sinterlenmiş numunelerde mikrodalga sinterlenmiş numunelere göre daha fazla olduęu 707 MPa preslenmiş numunelerin sonuçları deęerlendirildiğinde açıkça görülmüştür. Artan presleme basıncı, sinterleme süresi ve uygulanan sinterleme yöntemine baęlı olarak 796 MPa ve 884 MPa basınçta preslenmiş numunelerin daha yüksek baę mukavemeti vermesi beklenmesine karşın sonuçlar yorumlanamayacak farklılıklar göstermiştir. Bu sonuçların, katmanlaşma hatasına baęlı olarak uygulanan katmanlaşma ara yüzeyine denk gelebilme ihtimalinden kaynaklandığı düşünölmektedir. Çapraz kesilen numunelerin kırılma arayüzeylerinin gözle muayenelerinde, kırılmanın bakır tarafında gerçekteştięi gözlenmiştir. Bakırın ise plastik şekil deęiştirerek sünme gösterip sonra gözlenmiştir. Buna göre, arayüzey baę mukavemetinin toz metal bakırın kesme mukavemetinden yüksek, toz metal paslanamaz çeliğin ksme mukavemetinden olduęu sonucu çıkarılmıştır.

6. ÖNERİLER

1. Deneyle, koruyucu gaz sistemi olmayan laboratuvar tipi mikrodalga fırında gerçekleştirildiğinden numunelerde oksitlenme gerçekleşmiştir. Bu nedenle aynı işlemler koruyucu gaz sistemini içeren mikrodalga fırında tekrarlanarak koruyucu gazın sinterleme işlemine etkisi araştırılabilir.
2. Bu çalışmada, 707, 796 ve 884 MPa presleme basınçları kullanılmıştır. Yüksek basınçların kullanılması numunelerde presleme sırasında geri yaylanma ve katmanlaşma hatasına neden olarak sonuçları etkilemiştir. Bu nedenle daha düşük presleme basınçları kullanılarak birleştirilen numunelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenebilir.
3. Bu çalışmada, bakır ve paslanmaz çelik tozlarının sinterleme öncesi preslenmesiyle oluşturulan arayüzeyleri incelenmiştir. Birleştirme işlemi, iki farklı metalin arayüzeyine yerleştirilen düşük ergime sıcaklığına sahip metal tozlarının ergitilmesiyle oluşan arayüzeyin özellikleri incelenebilir.



KAYNAKLAR

1. German, R.M. *Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri* (çev. S. Sarıtaş, M.Türker ve N. Durlu). Türk Metalurjisi Derneği Yayınları: 05 (Eserin orijinali 2007'de yayımlandı), 4-292.
2. Kurt, A. O. (2004-2010). *Toz Üretim Yöntemleri ve Sinterleme*. Ders Notları. Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya, 4-10.
3. Upadhyaya, A., Upadhyaya G.S. (2011). *Powder Metallurgy Science, Technology and Materials* (First edition). India: Universities Press (India) Private Limited, 1-243.
4. ASM International. (1998). *ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications* (Volume 7), USA: ASM International, 10-26, 83-173, 725-737.
5. Ayata, A. (2014). *Toz Metal Alüminyum Malzemelerin Mikrodalga Enerjisi İle Sinterlenebilirliğinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 1-50.
6. Kuşoğlu, İ. M. (2011). *Demir Esaslı Metal Tozlarından Geleneksel ve Mikrodalga Sinterleme Yöntemleri İle Malzeme Üretimi ve Özelliklerinin Karşılaştırılması*, Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 6-24.
7. Çakır, M. (2007). *Toz Metal Alüminyum Malzemelerin Sürtünme Karıştırma Kaynağı İle Kaynaklanabilirliği*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 5-6.
8. Tanış, N. A. (2015). *Bakır ve Titanyum İlaveli NiTi Şekil Bellekli Alaşımların Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretilirliğinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 32-33.
9. Topuz, A. (2012). *Döküm ve Toz Metalurjisi Yöntemleri İle Üretilen AA 2014-Al₄C₃ Metal Matrisli Kompozitlerin Aşınma Davranışlarının İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 10.
10. Skotnicova, K. Kurša, M. and Szurman, I. (2014). *Powder Metallurgy* (university textbook). VSB-Technical University of Ostrava Faculty of Metallurgy and Materials Engineering, Ostrava, 34-48, 63-70.
11. Akpınar, İ. Ş. (2011). *Atomizasyon Yöntemiyle Toz Metal Üretimi ve Tozların Karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 4-18.
12. Gökmeşe, H. (2010) *Gaz Atomizasyon Yöntemiyle AA 2014 Alaşım Tozunun Üretimi*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 27-35.
13. Kurt, A. *Toz Metalurjisi ders notları*, Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Ankara.

14. Yılmaz, N. (2006). *Demir Esaslı Toz Metal Malzemelerin Talaşlı İşlenebilirliği, Doktora Tezi*, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 16-19.
15. Thümmeler, F., Oberacker, R. (1993). *Introduction to Powder Metallurgy* (Eds. I. Jenkins and J.V. Wood). London: The Institute of Materials, 17-234.
16. Upadhyaya, G.S. (2002). *Powder Metallurgy Technology* (First Edition). England: Cambridge International Science Publishing, 1-95.
17. Aras, R. (2013). *Yerli Hammaddelerle Stronsiyum Hekzaferfit ($SrO.6Fe_2O_3$) Miknats Üretiminde Parametrelerin Nihai Ürüne Etkileri*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 28.
18. Motaman, S. (2013). *High-speed Imaging and Computational Modelling of Close-coupled Gas Atomization*, Doctoral Thesis, University of Leeds Institute for Materials Research, England, 4-7.
19. Sarıtaş, S. (1994). *Makina Mühendisliği El Kitabı* (1. Cilt) (İkinci Baskı). Ankara: TMMOB Makina Mühendisleri Odası, 66-71.
20. Somiya, S. (2003). *Handbook of Advanced Ceramics: Applications, Processing and Properties* (Second Edition). USA: Academic Press, 187-195.
21. Tokita, M. Mechanism of spark plazma sintering, Sumitomo Coal Mining Company, Ltd, Kangawa.
22. Taşlıçukur, Z. (2010). *Si_3N_4/SiC Kompozitlerinin Spark Plazma Sinterleme (SPS) Prosesi İle Üretimi ve Karakterizasyonu*, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 56-63.
23. Qian, B. (2014). *Laser Sintered Materials with Non-Equilibrium Structures*, Doctoral Thesis, Stockholm University Department of Materials and Environmental Chemistry, Stockholm, 1-5.
24. Segura, G. M. (2012). *Induction Heating Converter's Design, Control and Modeling Applied to Continuous Wire Heating*, Doctoral Thesis, Polytechnic University of Catalonia Department of Electrical Engineering, Barcelona, 1-2.
25. Çavdar, U. ve Atik, E. (2011). Geleneksel ve hızlı sinterleme yöntemleri. *CBÜ Soma Meslek Yüksekokulu Teknik Bilimler Dergisi*, 1(15), 1-10.
26. Akpınar, G., Çivi, C. ve Atik, E. (2013). Investigation of induction and classical-sintering effects on powder-metal parts with the finite-element method. *MTAEC9*, 48(2), 305(2014).
27. Agrawal, D. (2013). Microwave sintering of metal powders. *Advances in Powder Metallurgy*, Woodhead Publishing Limited, 361-379.

28. Das, S., Mukhopadhyay, A. K., Datta, S. and Basu, D. (2007). Prospects of microwave processing: An overview. *Bulletin of Materials*, 32(1), 1-13.
29. Abaylı, D. (2015). *Gama Işınlarına Maruz Kalmış ZrO₂ İnce Filmlerin Karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Enerji Enstitüsü, İstanbul, 27.
30. Agrawal, D. (2006). Microwave sintering of ceramics, composites and metallic materials, and melting of glasses. *Transactions of The Indian Ceramic Society*, 65(2006), 129-144.
31. Erdem, Derya. (2011). *Yumuşak Manyetik Ni-Fe Toz Metalurjik Alaşımların Mikrodalga ile Sinterlenmesi ve Karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, Ortadoğu Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 7-9.
32. Hartnett, J.P., Irvine, T.F., Cho, Y.I. and Greene, G.A. (1999). *Advances in Heat Transfer* (Volume 33) (First edition), USA: Academic Press, 14-16.
33. Siores, E. and Rego, D.D. (1995). Microwave applications in materials joining. *Journal of Materials Processing Technology*, 48(1995), 619-625.
34. Leonelli, C., Veronesi, P., Denti, L., Gatto, A. and Iuliano, L. (2007). Microwave assisted sintering of green metal parts. *Journal of Materials Processing Technology*, 205(2008), 489-496.
35. Lakshmanan, A. (Editor). (2012). *Sintering of Ceramics- New Emerging Techniques*, Croatia: InTech, 4-12.
36. Panda, S.S., Singh, V., Upadhaya, A. and Agrawal, D. (2006). Sintering response of austenitic (316L) and ferritic (434L) stainless steel consolidated in conventional and microwave furnaces. *Scripta Materialia*, 54(2006), 2179-2183.
37. Kennedy, S., Kamaran, S. and Srinivasa Rao, T. (2011). Microstructure and mechanical properties of microwave sintered austenitic stainless steel. *Transactions of The Indian Institute of Metals*, 64(2011), 85-87.
38. Padmavathi, C., Upadhaya, A. and Agrawal, D. (2007). Corrosion behavior of microwave-sintered austenitic stainless steel composites. *Scripta Materialia*, 57(2007), 651-654.
39. Ertugrul, O., Park, H.-S., Onel, K. and Willert-Porada, M. (2013). Effect of particle size and heating rate in microwave sintering of 316L stainless steel. *Powder Technology*, 253(2014), 703-709.
40. Saitou, K. (2005). Microwave sintering of iron, cobalt, nickel, copper and stainless steel powders. *Scripta Materialia*, 54(2006), 875-879.

41. Anklear, R. M., Agrawal, D. K. and Roy, R. (2001). Microwave sintering and mechanical properties of PM copper steel. *ISSN 0032-5899 Powder Metallurgy*, 44(2001), 355-362.
42. Mondal, A., Shukla, A., Upadhyaya, A. and Agrawal, D. (2010). Effect of porosity and particle size on microwave heating of copper. *Science of Sintering*, 42(2010), 162-182.
43. Demirskyi, D., Agrawal, D., Ragulya, A. (2009). Neck formation between copper spherical particles under single-mode and multimode microwave sintering. *Materials Science and Engineering A*, 527(2010), 2145-4145.
44. Demirskyi, D., Agrawal, D., Ragulya, A. (2010). Densification kinetics of powdered copper under single-mode and multimode microwave sintering. *Materials Letters*, 64(2010), 1433-1436.
45. Demirskyi, D., Agrawal, D., Ragulya, A. (2009). Neck growth kinetics during microwave sintering of copper. *Scripta Materialia*, 62(2010), 552-555.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : AVCI, Hatice
 Uyuğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 21.04.1992, Yozgat
 Medeni hali : Bekâr
 Telefon : 0 543 931 91 80
 e-mail : avcihtc@gmail.com



Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi / Metalurji ve Malzeme Mühendisliği	Devam ediyor
Lisans	Selçuk Üniversitesi / Metalurji ve Malzeme Mühendisliği	2014
Lise	Sincan Lisesi	2010

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2018-Halen	Aydınonat Yedek Parça San. ve Tic. A. Ş.	Üretim mühendisi

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

1. Kurt, A., Avcı, H., Algan, I. B. (2017). Investigation of Sinterbonding of Cu and Fe Couple Produced by Powder Metallurgy Method. *4th International conference on materials science and nanotechnology for next generation (MSNG 2017) abstract book*, 153.

Hobiler

Edebiyat, felsefe, tiyatro, spor



GAZİ GELECEKTİR..