



**NİKEL İLAVELİ TOZ METALURJİSİ ÇELİKLERDE DARBE
TOKLUĞUNUN FARKLI SICAKLIKLARDA İNCELENMESİ**

Tuğba BİLGİN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

EKİM 2022

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.

İmza
Tuğba BİLGİN
...../...../.....

NİKEL İLAVELİ TOZ METALURJİSİ ÇELİKLERDE DARBE TOKLUĞUNUN FARKLI SICAKLIKLARDA İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Tuğba BİLGİN

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Ekim 2022

ÖZET

Bu çalışmada yüksek karbonlu Toz Metalurjisi (TM) çeliklere farklı miktarlarda nikel ilave edilerek farklı sıcaklıklarda darbe tokluk özellikleri incelenmiştir. Bu amaçla saf demir tozuna ağırlıkça %1,2 grafit tozu, ağırlıkça %0,5-1-2-5 oranlarında nikel ve yağlayıcı olarak ise %0,5 çinko stearat ilavesi ile karışım tozlar hazırlanmıştır. Hazırlanan toz karışım tek etkili olarak oda sıcaklığında 700 MPa basınçta preslenmiştir. ISO 5754 standartlarına uygun Charpy darbe test numunelerine uygun olarak bir kalıpta şekillendirilmiştir. Ardından 1200 °C sıcaklıkta 5×10^{-2} Pa vakum ortamında 30 dk sürede sinterlenmiştir. Sinterlenme işlemi sonrasında TM çeliklere farklı sıcaklıklarda darbe testi uygulanarak darbe tokluk değerleri belirlenmiştir. Alaşımın kimyasal bileşimine bağlı olarak SEM mikroyapı ve kırık yüzey analizleri yapılarak, makrosertlik değerleri ile darbe toklukları arasındaki ilişkiler incelenmiştir. Nikel ilaveli TM çeliklerin mikroyapılarında nikelce zengin ferritik katı çözeltilinin oluşumuyla perlitik dönüşümün baskılandığı belirlenmiştir. Nikel ilavesinin artmasıyla beraber darbe tokluğu değeri artmıştır. Darbe test sıcaklığının artması ile numunelerde darbe tokluğunun artış gösterdiği ve darbe geçiş sıcaklığına etkisi olabileceği görülmüştür. Aynı zamanda alaşım içerisinde nikel oranının artması ile makrosertlik değerleri de artış göstermiştir. Böylece, sertliğin artışına rağmen darbe tokluklarının da geliştirilebildiği anlaşılmıştır.

Bilim Kodu : 91528
Anahtar Kelimeler : Toz Metalurjisi, Darbe Tokluğu, Nikel İlaveli Çelik
Sayfa Adedi : 69
Danışman : Prof. Dr. Ahmet GÜRAL
İkinci Danışman : Dr. Öğr. Üyesi Onur ALTUNTAŞ

INVESTIGATING THE IMPACT TOUGHNESS OF NICKEL ADDED POWDER
METALLURGY STEELS AT DIFFERENT TEMPERATURES

(M.Sc. Thesis)

Tuğba BİLGİN

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

October 2022

ABSTRACT

In this study, impact toughness properties were investigated by adding different amounts of nickel to high carbon Powder Metallurgy (PM) steels at different temperatures. For this purpose, mixed powders were prepared by adding 1,2% by weight graphite powder, 0,5-1-2-5% by weight % Ni to pure iron powder and 0,5% zinc stearate as a lubricant. The mixed powders were pressed at room temperature at 700 MPa as a single action. It is shaped in a mold in accordance with Charpy impact test specimens having ISO 5754 standards. Then, it was sintered at 1200 °C in a vacuum environment of 5×10^{-2} Pa for 30 minutes. After the sintering process, impact toughness values were determined by applying the impact test to PM steels at different temperatures. Depending on the chemical composition of the alloy, SEM microstructure and fracture surface analyses were made and the relationships between macrohardness values and impact toughness were investigated. It was determined that pearlitic transformation was suppressed by the formation of nickel-rich ferritic solid solution in the microstructure of nickel-added PM steels. The impact toughness value increased with the increase of nickel addition. It was observed that the impact toughness of the samples increased with the increase of the impact test temperature and it could have an effect on the impact transition temperature. At the same time, the macrohardness values increased with the increase in the nickel ratio in the alloy. Thus, it has been understood that impact toughness can also be improved despite the increase in hardness.

Science Code : 91528

Key Words : Powder Metallurgy, Impact Toughness, Nickel Added Steel

Page Number : 69

Supervisor : Prof. Dr. Ahmet GURAL

Co-Supervisor : Assist. Prof. Dr. Onur ALTUNTAS

TEŞEKKÜR

Tez çalışma sürem her aşamasında desteklerini esirgemeyen, bana her zaman güvenen, bilgi ve tecrübelerini paylaşan kıymetli danışman hocalarım Prof. Dr. Ahmet GÜRAL ve Dr. Öğr. Üyesi Onur ALTUNTAŞ' a teşekkür eder saygılarımı sunarım.

Deneysel çalışmalarımındaki katkılarından dolayı Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Öğr. Gör. Gözde ALTUNTAŞ, Arş. Gör. Tolga YILMAZ ve Öğr. Gör. Ömer ŞAHİN'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam FYL-2021-7100 numaralı BAP Bilimsel Araştırma Projesi kapsamında Gazi Üniversitesi tarafından desteklenmiştir. Desteklerinden dolayı Gazi Üniversitesi BAP birimine teşekkür ederim.

Tez süreci içerisinde ihtiyacım olan malzeme desteği için Ata Kimya tesisine teşekkür ederim.

Bana her zaman güvenen, inanan, her koşulda destek olan ailemde babam Halit BİLGİN, annem Emine BİLGİN'e, bir kardeşin sahip olabileceği en güzel hediye ablam Ebru BİLGİN'e sevgi ve şükranlarımı sunuyorum. Her zaman desteklerini hissettiğim ailem gibi olan arkadaşlarıma destekleri ve bana olan inançları için teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTILMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. TOZ METALURJİSİ.....	3
2.1. Toz Metalurjisinin Tarihsel Gelişimi	4
2.2. Toz Metalurjisi Uygulama Alanları	5
2.3. Toz Üretim Yöntemleri	6
2.3.1. Mekanik üretim yöntemleri.....	8
2.3.2. Elektrolitik üretim yöntemleri.....	9
2.3.3. Kimyasal üretim yöntemleri.....	9
2.3.4. Atomizasyon yöntemleri	10
2.4. Toz Metalurjisi Yöntemi ile Malzeme Üretimi.....	11
2.4.1. Metal tozların karıştırılması ve yağlayıcı ilavesi	12
2.4.2. Metal tozların sıkıştırılması.....	12
2.4.3. Sinterleme	15
3. ÇELİK VE GENEL ÖZELLİKLERİ	25
3.1. Çeliklere İlave Edilen Alaşım Elementleri.....	25
3.1.1. Karbon (C).....	26
3.2.2. Nikel (Ni).....	26

	Sayfa
3.2.3. Mangan (Mn).....	27
3.2.4. Silisyum (Si).....	28
3.2.5. Kükürt (S).....	28
3.2.6. Vanadyum (V).....	28
3.2.7. Krom (Cr).....	28
4. TEZ ÇALIŞMASININ LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	29
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	35
5.1. Malzeme	35
5.2. Presleme	36
5.3. Sinterleme	37
5.4. Yoğunluk Ölçümleri.....	39
5.5. Mikroyapı Analizleri	40
5.5.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	40
5.6. XRD Analizleri	41
5.7. Mekanik Özellikler.....	42
5.7.1. Sertlik ölçümleri.....	42
5.7.2. Darbe deneyi.....	43
6. DENEYSEL SONUÇLAR	47
6.1. Yoğunluk Değeri Sonuçları.....	47
6.2. SEM Mikroyapı Sonuçları	48
6.3. Sertlik Test Değeri Sonuçları	49
6.4. Darbe Test Sonuçları.....	50
6.5. Kırık Yüzey İncelemesi.....	52
6.6. XRD Analiz Sonuçları	56
7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	61
7.1. Sonuçlar.....	61

	Sayfa
7.2. Öneriler	62
KAYNAKLAR	63
ÖZGEÇMİŞ	69



ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 6.1. Numunelerin sinterleme sonrası yoğunlaşma oranları	48
Çizelge 6.2. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin darbe tokluk değerleri ($J.cm^{-2}$).....	51



ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. TM'nin uygulama alanları ve endüstrilere dağılımı	6
Şekil 2.2. Üretilen farklı toz şekilleri	7
Şekil 2.3. (a) Mekanik öğütme yöntemi (b) Mekanik alaşımlama yöntemi	8
Şekil 2.4. Tozların yüksek saflıkta üretilebildiği elektroliz hücresi	9
Şekil 2.5. Gaz atomizasyonu yöntemi ile toz üretimi	11
Şekil 2.6. Tek eksenli sıkıştırma işleminin şeması	13
Şekil 2.7. Kalıp sıkıştırma sırasında tozların yoğunlaştırılması aşamaları	15
Şekil 2.8. Küresel sinterleme modeli	16
Şekil 2.9. Katı hal sinterleme sırasında kütle aktarım mekanizmaları, (a) yüzey taşınımı, (b) hacim taşınımı	17
Şekil 2.10. Bir toz kompaktın yoğunlaştırma eğrisini ve üç sinterleme aşamasını gösteren şema	19
Şekil 2.11. Sinterleme sırasında gözenek yapısı değişikliklerinin şematik Diyagramları	20
Şekil 3.1. Ni atomlarının ferrit ve östenit fazına difüzyon hızı	27
Şekil 4.1. Kriyojenik Charpy darbe numunelerinin kırılma yüzeyindeki ikincil çatlaklar ve mikro boşluklar: (a-c) %9 Ni, (d-f) %7 Ni	29
Şekil 4.2. Test sıcaklıklarının bir fonksiyonu olarak ana metalin ve üç kaynak metali numunesinin (WM-0Ni, WM-1Ni, WM-1.5Ni) darbe tokluğu	30
Şekil 4.3. (a) %0,3 Ni, (b) %0,5 Ni ve (c) %1,0 Ni içeren numunenin SEM görüntüleri	32
Şekil 4.4. Farklı Co ve Ni oranları içeren çelik için test sıcaklığı ile Charpy darbe değerlerindeki değişim grafiği	33
Şekil 5.1. Sinterleme işleminin uygulandığı ısı çevrim grafiği	39
Şekil 6.1. Üretilen numunelerin ham yoğunluk ve sinterleme yoğunlukları	47
Şekil 6.2. Farklı oranlardaki Ni ilavesi ile üretilen toz çeliklerin SEM mikroyapı görüntüleri: (a) Ni'siz toz çelik, (b) %0,5 Ni, (c) %1 Ni, (d) %2 Ni, (e) %5 Ni	48

Şekil	Sayfa
Şekil 6.3. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin makrosertlik (HV2) değerlerinin grafiği	49
Şekil 6.4. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin darbe tokluk değerlerinin ($J.cm^{-2}$) grafiği	51
Şekil 6.5. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin darbe tokluk değerlerinin ($J.cm^{-2}$) ve geçiş sıcaklığına ait grafiği	52
Şekil 6.6. Ni'siz numunenin farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) $-40\text{ }^{\circ}C$, (b) $-20\text{ }^{\circ}C$, (c) $0\text{ }^{\circ}C$, (d) $25\text{ }^{\circ}C$, (e) $+40\text{ }^{\circ}C$	53
Şekil 6.7. Ağırlıkça %0,5 farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) $-40\text{ }^{\circ}C$, (b) $-20\text{ }^{\circ}C$, (c) $0\text{ }^{\circ}C$, (d) $25\text{ }^{\circ}C$, (e) $+40\text{ }^{\circ}C$	54
Şekil 6.8. Ağırlıkça %1 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) $-40\text{ }^{\circ}C$, (b) $-20\text{ }^{\circ}C$, (c) $0\text{ }^{\circ}C$, (d) $25\text{ }^{\circ}C$, (e) $+40\text{ }^{\circ}C$	55
Şekil 6.9. Ağırlıkça %2 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) $-40\text{ }^{\circ}C$, (b) $-20\text{ }^{\circ}C$, (c) $0\text{ }^{\circ}C$, (d) $25\text{ }^{\circ}C$, (e) $+40\text{ }^{\circ}C$	55
Şekil 6.10. Ağırlıkça %5 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) $-40\text{ }^{\circ}C$, (b) $-20\text{ }^{\circ}C$, (c) $0\text{ }^{\circ}C$, (d) $25\text{ }^{\circ}C$, (e) $+40\text{ }^{\circ}C$	56
Şekil 6.11. Ni ilavesiz numunenin XRD grafiği	57
Şekil 6.12. Ağırlıkça %0,5 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği	58
Şekil 6.13. Ağırlıkça %1 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği	58
Şekil 6.14. Ağırlıkça %2 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği	59
Şekil 6.15. Ağırlıkça %5 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği	59

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. TM yönteminin üretim aşamaları	3
Resim 2.2. Delhi demir sütunu	4
Resim 2.3. Tarihten günümüze TM yöntemiyle üretilen malzemeler	5
Resim 2.4. Otomobil uygulamalarında TM parçaları	6
Resim 5.1. 10^{-4} g hassasiyetine sahip elektronik hassas terazi	35
Resim 5.2. Sıkıştırma işlemi yapılan tek eksenli hidrolik presleme cihazı	36
Resim 5.3. Mikroyapı incelemesi ve darbe deneyleri için kullanılan kalıp	37
Resim 5.4. Vakumlu sinterleme fırını	38
Resim 5.5. Yoğunluk ölçümlerinde kullanılan 10^{-4} g hassasiyetindeki Arşiment test ünitesi	39
Resim 5.6. Metalografik işlemler için kullanılan zımparalama ve parlatma cihazı	40
Resim 5.7. JEOL JSM-6060LV model SEM cihazı ve EDS aparatı	41
Resim 5.8. XRD analizleri için kullanılan D8 Advance marka cihazın görüntüsü	42
Resim 5.9. DURAVISION 2000 EMCO marka sertlik ölçüm cihazı	43
Resim 5.10. Instron-Wolpert marka darbe test cihazı	44
Resim 5.11. Jinan Hensgrand Instrument Co. marka DWC-80 model soğutma kabini	45
Resim 5.12. Sıcaklık kontrolü için kullanılan lazer termometre	45
Resim 5.13. Deneysel çalışmalarda kullanılan tozların (Fe-C-Ni), numunelerin presleme- sinterleme sonrası ve darbe testi sonucunda kırılmış olan numunelerin görselleri	46

SİMGELER VE KISALTIMLAR

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

Simgeler Açıklamalar

C	Karbon
CO	Karbonmonoksit
Cu	Bakır
cm	Santimetre
Fe	Demir
g	Gram
H	Hidrojen
HV	Vickers Sertlik
J	Joule
Mo	Molibden
MPa	Megapaskal
N	Azot
Ni	Nikel
O	Oksijen
s	Saniye
W	Tungsten
°C	Santigrat derece
µm	Mikrometre

Kısaltmalar Açıklamalar

G.Ü.T.F.	Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi
TM	Toz Metalurjisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopu
XRD	X-Işınları Difraksiyonu
NZA	Nikelce Zengin Alanlar
YMK	Yüzey Merkezli Kübik

1. GİRİŞ

Metaller, temel olarak, insan kullanımını için nihai ürün olarak metal parçaların üretimi ile ilgilendir. Farklı amaçlar için farklı metal üretim teknikleri vardır. TM, genellikle karmaşık şekil üretimini sağlayan metal parça üretim tekniklerinin bir dalıdır. Bu üretim tekniğinin sağladığı avantajlar nedeniyle TM'nin endüstrideki önemi ve kullanımı her geçen gün artmaktadır. TM günümüzde farklı uygulama alanları için kullanılmaktadır, örneğin savunma ve otomotiv sanayinden ev eşyaları uygulamalarına kadar geniş bir uygulama alanına sahiptir [1]. Genellikle metalik malzemelerin üretimi için tercih edilse de seramikler, polimerler ve kompozit malzemeler de TM yöntemi kullanılarak üretilebilir.

Çelik, demirin ana bileşeni olduğu ve kayda değer konsantrasyonlarda diğer alaşım elementlerini içerebilen bir demir-karbon alaşımıdır. Genellikle sade karbonlu çelikler olarak bilinen alaşımsız çelikler, alaşımlı çeliklere göre düşük maliyetli oldukları için otomotiv parçaları da dahil olmak üzere geniş endüstriyel uygulamalara sahiptir. Ancak bazı uygulamalar için, düşük mekanik mukavemet göstermeleri nedeniyle kullanımları sınırlıdır [2,3].

Çeliklerin mekanik özelliklerinin iyileştirilebilmesi için ilave edilen alaşım elementleri sıklıkla kullanılmaktadır. Düşük alaşımlı yüksek mukavemetli çelikler, düşük maliyetlerinin yanı sıra iyi mukavemet, süneklik ve tokluk değerleri sebebiyle başta otomotiv, inşaat, petrol ve makine sektörlerinde kullanılan önemli malzemelerdir [2,3].

Çeliklerin iyileştirilmesi gereken mekanik özelliklerinden biri de dinamik yükler altında çalışma koşullarının göstergesi olan darbe tokluk değerleridir. Darbe geçiş sıcaklığını etkileyen pek çok faktör arasında kimyasal bileşim de yer almaktadır. Her alaşım elementinin çeliğin mekanik, fiziksel, korozif özellikleri üzerinde farklı etkileri bulunmaktadır. Çelik içerisinde karbon miktarı arttıkça kırılma enerjisi azalırken, çeliğin gevrek davranış özelliği artmaktadır. Nikel elementi de çelikler için oldukça önemli etkilere sahiptir. Nikel, östenitte sınırsız çözünür ve östenit bölgesini genişletip ferrit bölgesini daraltarak östenit dengeleyici özelliğe sahiptir. Ayrıca nikel, alaşımın yüksek sıcaklıklarda korozyon ve oksidasyona karşı direncini artırır. Deniz suyu korozyonuna karşı çeliklerin direncini artırmak için düşük oranlarda bakır ve fosfor ile nikel elementi kullanılır. Krom ile

kullanıldığında sertliđi, snekliđi, yorulma direncini iyileřtirir. Nikel, birok elemente kıyasla daha dřk bir difzyon katsayısına sahiptir ve demire daha yavař difze olur [4-6].

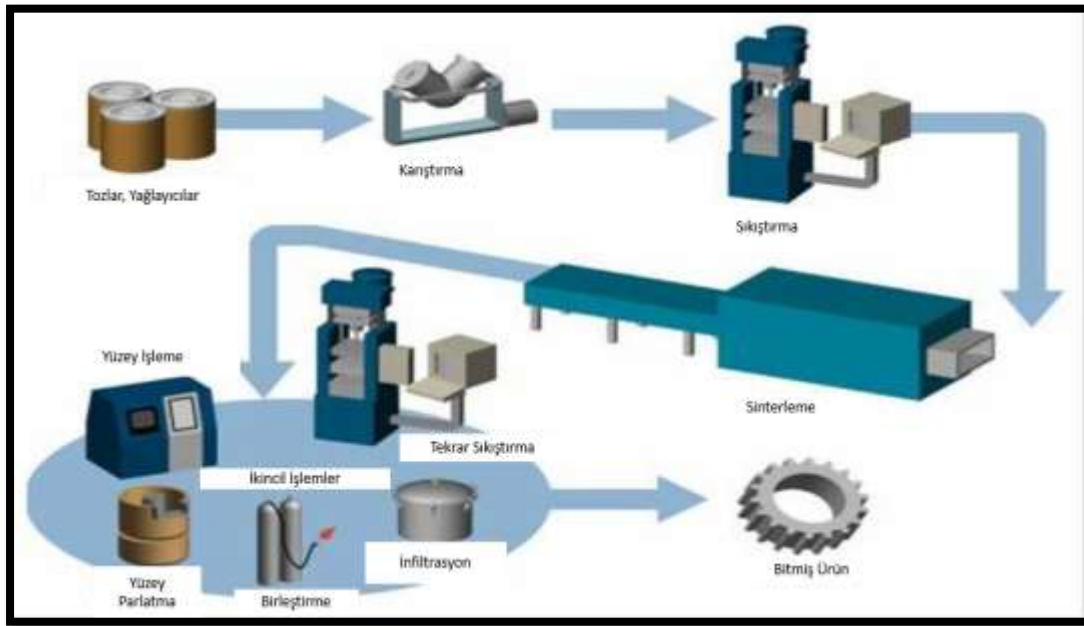
TM yntemi ile retilen Ni katkılı eliklerin mikroyapılarına farklı ısıl iřlemlerin etkisinin arařtırıldıđı bir alıřmada, Ni ilavesiz eliklerde ferrit tane sınırlarında perlit kolonileri oluřmuřtur. Ni ilavesi ile ferrit fazında oluřan perlit kolonileri ve nikelce zengin stenit alanlar gzlemlenmiřtir. Perlit hacim oranının ise artan Ni ilavesi ile azaldıđı sonucuna ulařılmıřtır [4].

Bu tez alıřmasında daha nce yksek C'lu TM eliklerin yeryz sıcaklık řartlarında (-40 °C ile 40 °C arası) incelenmemiř olan darbe zelliklerinin incelenmesi amacıyla geleneksel TM yntemiyle ađırlıka %1,2 karbon ieren eliđe farklı oranlarda (%0,5-5) nikel ilavesi yapılarak alařımlı TM elikler retilmiřtir. retilen bu eliklerin farklı sıcaklıklardaki darbe tokluk deđerleri Ni oranına bađlı olarak mikroyapısal dnřmleri ile beraber incelenmiřtir.

2. TOZ METALURJİSİ

TM'nin diğer metal işleme proseslerine kıyasla tercih edilmesinin nedenlerinden birisi esas olarak daha düşük üretim maliyetleridir [7]. Bunun yanında, karmaşık şekilli parçaları işleyebilmesi, yakın toleranslar ve elde edilen iyi yüzey kalitesi, TM'nin diğer üretim tekniklerine göre diğer ana avantajlarıdır. Ayrıca, TM'nin üretim yöntemi olarak kullanımında birçok avantajı vardır. En büyük avantajı ise parçaların seri üretimi ile daha uygulanabilir ve ekonomik olmasıdır. Bazı bileşenlerin dezavantajı ise ürünlerin gözenekli yapıya sahip olması ve mekanik özelliklerin olumsuz etkilenebilmesidir [2].

TM genellikle metalik malzemelerle ilgilenir, ancak polimerik malzemeler, kompozit malzemeler ve seramik malzemeler dahil olmak üzere diğer malzemeler de TM ile üretilir [7]. TM için genel üretim rotası beş temel adımdan oluşur. İlk aşama, ingot malzemelerden tozların üretimidir. Ardından, nihai özellikleri yerine getirmek için istenen alaşım tasarımı için tozların karıştırılmasıdır. TM yönteminin üçüncü aşaması, istenen nihai şekil için karıştırılmış tozların birleştirilmesidir. Daha sonra tozları birbirine bağlamak için sinterleme işlemi yapılır. Son aşama da ise TM parçalarının gerekli nihai karakteristiği için ikincil işlemlerin uygulanmasıdır [2]. TM ile malzeme üretim aşamaları Resim 2.1'de gösterilmiştir.



Resim 2.1. TM yönteminin üretim aşamaları [8]

2.1. Toz Metalurjisinin Tarihsel Gelişimi

Tozları belirli bir kullanışlı şekle sıkıştırma bilimi olarak tanımlanan TM'nin tarihi eski zamanlara kadar uzanmaktadır. M.Ö. 3000 yıllarına kadar uzanan TM üretim yöntemini İnkalar mücevher üretiminde kullanmışlardır. Filamentlerin üretimi için TM'nin kullanımı, 1879'da Thomas Edison tarafından elektrik lambasının icadıyla ortaya çıkmıştır. Daha sonra, 1909'da William David Coolidge, tungsten tozu kullanarak sünek bir tungsten filaman geliştirdiğinde, TM'nin en önemli simgelerinden biri olarak yer almıştır. TM kullanılarak gözenekli yataklar, elektrik ve manyetik malzemeler geliştirilmiştir. TM'de esas gelişme, İkinci Dünya Savaşı sırasında çeşitli demirli ve demirsiz malzemelerin üretimi ile gerçekleşmiştir [9]. 1950'lerde TM ile üretilen malzemeler otomotiv endüstrisinde yerini almaya başlamıştır. 1960'larda ve 1970'lerde, zamanlama dişlisi, senkronizör göbekleri, valf yuvaları, kayış kasnakları ve hidrolik direksiyon parçaları gibi büyük ve karmaşık şekiller üretilmeye başlanmıştır [10]. Geçmiş tarihte TM ile üretim yönteminin kullanımına örnek olarak Resim 2.2'de Hindistan'da bulunan 6,5 tonluk Delhi sütunları verilebilir [11]. Resim 2.3'de tarihte TM yöntemi kullanılarak üretilen bazı örnekler yer almaktadır [12].



Resim 2.2. Delhi demir sütunu [11]

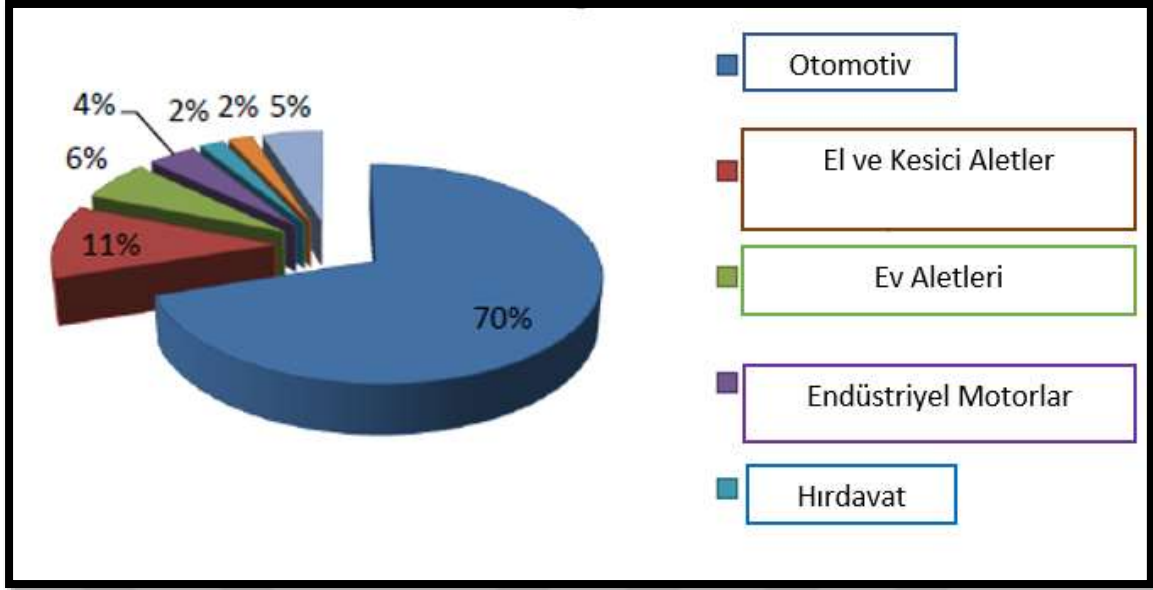


Resim 2.3. Tarihten günümüze TM yöntemiyle üretilen malzemeler [12]

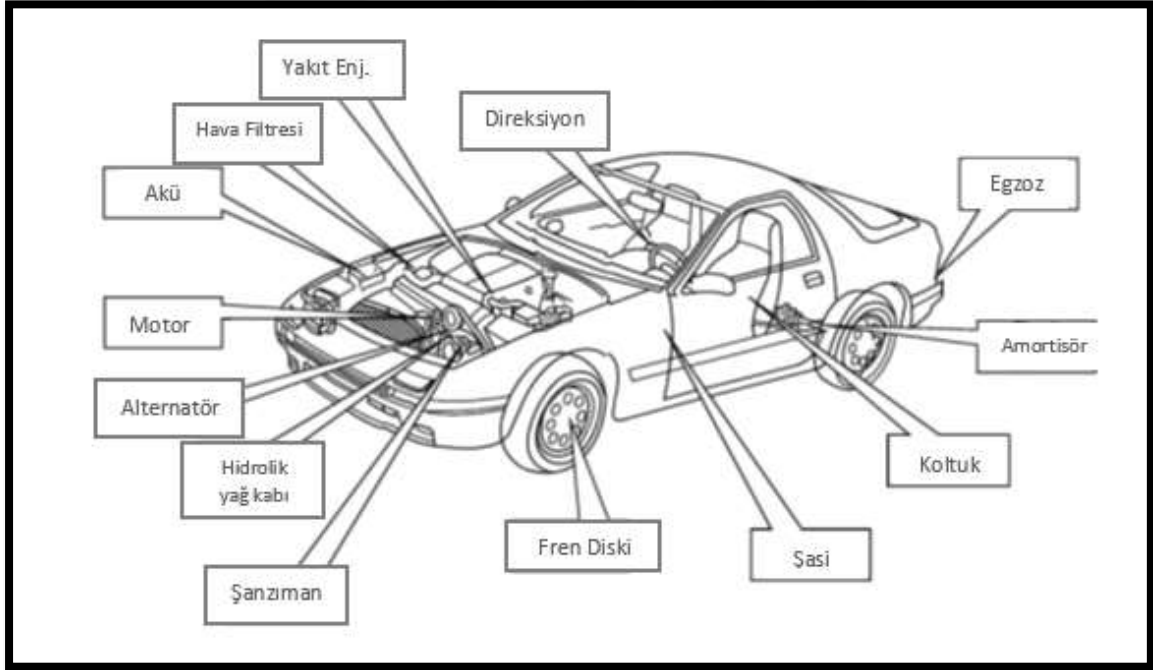
2.2. Toz Metalurjisi Uygulama Alanları

Geçmişten bugüne TM yöntemi uygulama alanları genişlemiştir. Bugünlerde sinterlenmiş malzemeler hemen her mühendislik alanında kullanılmaktadır. Eskiden toz malzemeler maliyet uygunluğu için tercih edilirken şimdilerde mikroyapının homojen olması, kalitesi, mekanik özellikleri ve üretilebilirliği ile ön plana çıkmaktadır. Maliyetinin birçok üretim yöntemine göre düşük olması ve üretilen malzemelerin performansının yüksek olması nedeniyle TM yönteminin uygulama alanları giderek genişlemektedir.

Bugün TM ürünleri otomotiv, havacılık, biyomedikal, el ve kesici aletler, ev aletleri, endüstriyel motorlar ve hırdavat gibi birçok sektörde kullanılmaktadır. Otomotiv endüstrisi en büyük tüketici olup, endüstrinin yıllık ürettiği demirli ürünlerin yaklaşık %70'ini tüketmektedir (Şekil 2.1) [1,13]. Otomotiv sektöründeki otomobil uygulamalarında TM yönteminin kullanıldığı parçalar Resim 2.4'de bulunmaktadır [9].



Şekil 2.1. TM'nin uygulama alanları ve endüstrilere dağılımı [1]



Resim 2.4. Otomobil uygulamalarında TM parçaları [10]

2.3. Toz Üretim Yöntemleri

Hemen hemen her malzemeyi toz haline getirmek mümkündür. Malzemeleri toz haline getirebilmek için geliştirilen çeşitli üretim yöntemleri mevcuttur. Üretilen tozun

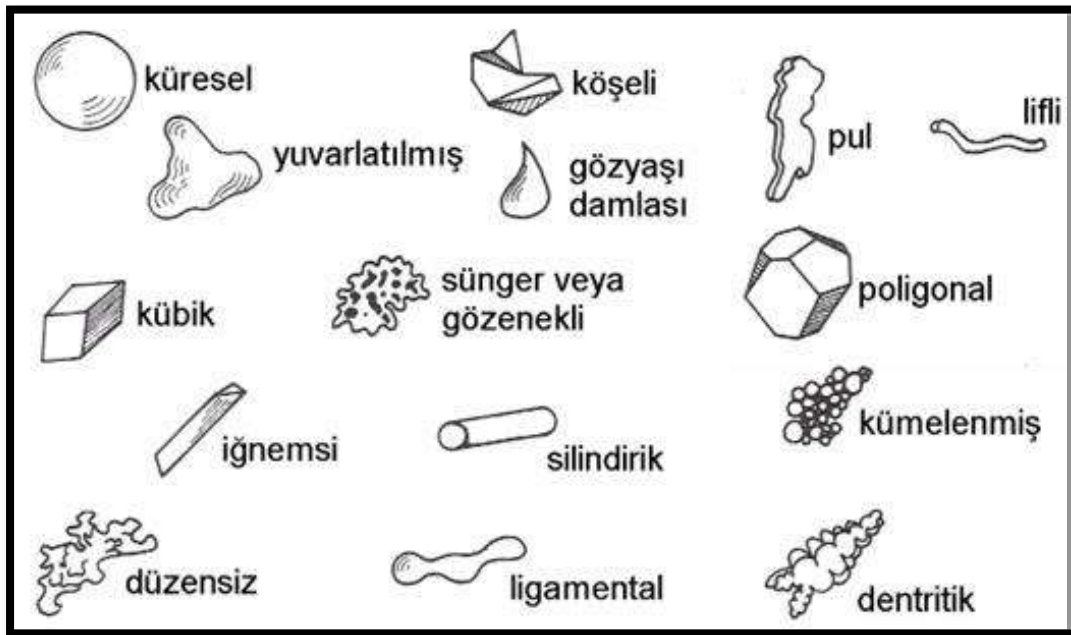
morfolojisi, üretim oranı, fiziksel ve kimyasal özellikleri hakkında yorum yapılabilmesi için tozun hangi üretim yöntemi ile üretildiği hakkında bilgi sahibi olunması gerekir [16]. Mevcut ve gelişmekte olan toz üretim yöntemlerinin kalite, maliyet ve performans gereksinimlerini karşılamak için yöntemler geliştirilmekte ve yenilikler takip edilmektedir. Malzemenin toz haline getirilebilmesi için kullanılan başlıca 4 farklı yöntem mevcuttur.

Bu yöntemler;

1. Mekanik Üretim Yöntemleri
2. Elektroliz ile Üretim Yöntemleri
3. Kimyasal Üretim Yöntemleri
4. Atomizasyon Yöntemleri

Toz üretimi için başlarda yaygın olarak kimyasal, elektroliz ve mekanik yöntemler kullanılırken, günümüzde ise yaygın olarak atomizasyon yöntemi kullanılmaktadır.

Seçilen üretim yöntemine göre tozların mekanik özellikleri, gözenek miktarı ve tipi, dağılımı, şekli ve tane büyüklüğü değişim göstermektedir. Tozların şekli genellikle küresel olarak bilinmesine rağmen köşeli, yuvarlak, silindirik, iğnemsiz, düzensiz, poligonal olmak üzere daha da çeşitli şekillere sahiptir. Şekil 2.2’de üretilen farklı toz şekilleri yer almaktadır.

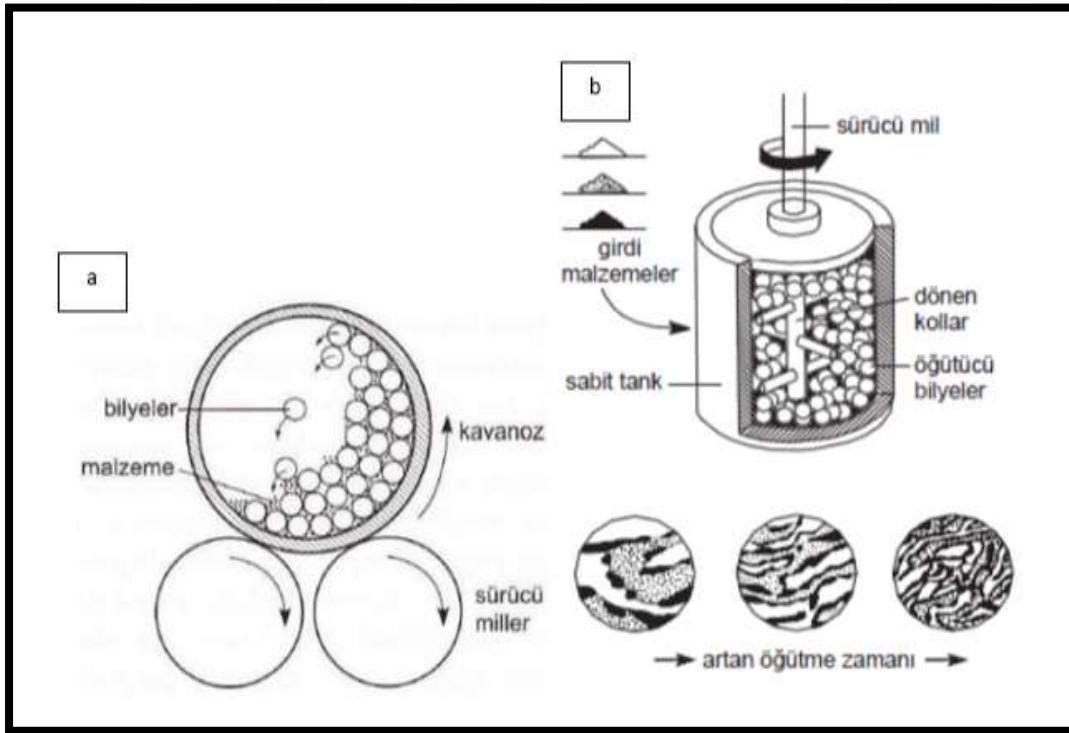


Şekil 2.2. Üretilen farklı toz şekilleri [14]

2.3.1. Mekanik üretim yöntemleri

Kimyasal bağları zayıf, karmaşık kristalli yapıya sahip ve özellikle gevrek bir yapıda olan malzemelerin çarpıştırılması prensibi ile toz haline getirildiği yöntemdir. Mekanik üretim yöntemi ile tozların üretilmesi dört temel süreç ile sınıflandırılabilir; darbe, aşındırılarak öğütme, kesme ve basma. Darbe işleminde, malzemeye anlık çarpılmalar sonucunda çatlaklar oluşur ve malzemenin partikül boyutunda küçülme meydana gelir. Aşındırılarak öğütme işlemi, aşındırıcıların birbiri ile sürtünmesinin sonucunda partikül boyutunun küçültülmesidir. Kesme işlemi, malzemenin aşırı sert olmadığı durumlarda kesme uygulanarak malzemenin daha küçük parçalara ayrılmasıdır. Genellikle tozun boyutu diğer yöntemlere kıyasla daha büyük olmaktadır. Basma işlemi ise kırma prensibine dayanır yani belirli bir kuvvet uygulanarak malzeme deformasyona uğratılır ve toz haline getirilir [16]. Şekil 2.3'de mekanik öğütme yöntemi ve mekanik alaşımlama yöntemine yer verilmiştir [14].

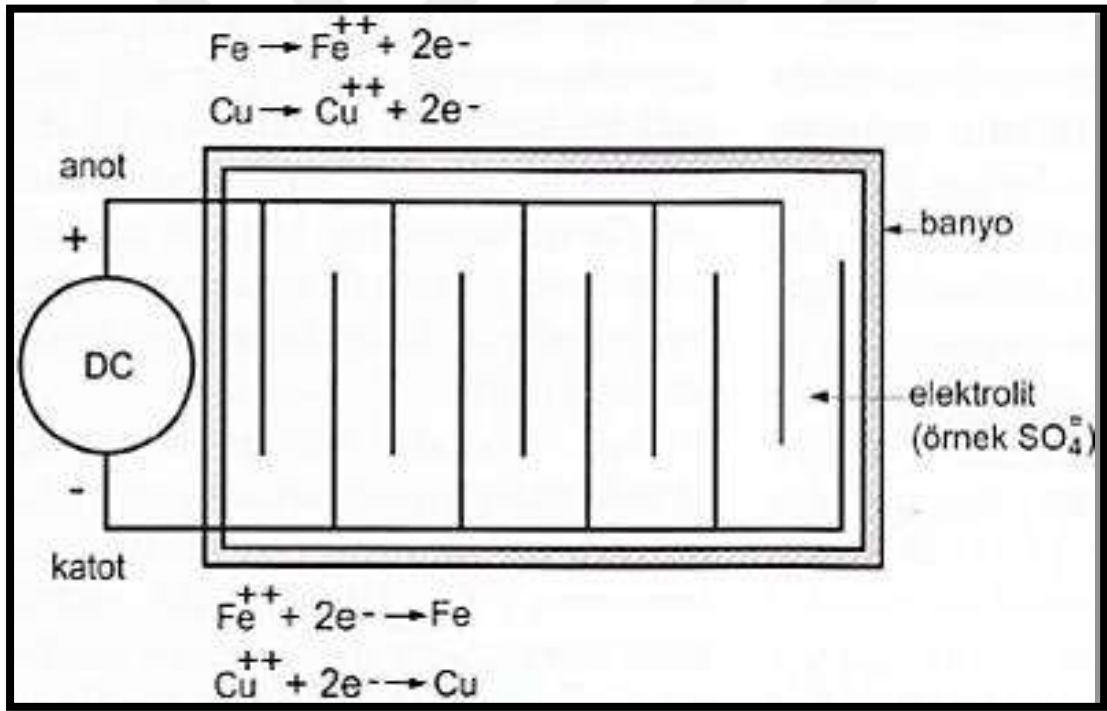
Talaşlı imalat ve öğütme genellikle toz üretiminde mekanik birleştirme için kullanılır.



Şekil 2.3. (a) Mekanik öğütme yöntemi (b) Mekanik alaşımlama yöntemi [14]

2.3.2. Elektrolitik üretim yöntemleri

Tozlar elektrolitik biriktirme ile üretilebilir. Belirli durumlarda, bir elektrolitik hücrenin katodunda toz çökmesi olur. İlk olarak, anot çözünmesi bir elektrolitik hücrede uygulanan bir voltaj altında gerçekleşir. Hem anotta hem de katotta reaksiyonlar ve reaksiyonlardan dolayı elektron transferi vardır (Şekil 2.4). Elektrolit yoluyla taşınmanın amacı, katotta çökelen tozların saflaştırılmasıdır. Biriken tozlar katottan çıkarılır, istenen incelikte öğütülür ve gerinim sertleşmesini gidermek için ısı işleme tabi tutulur. Toz üretimi için elektrolitik biriktirme yönteminin temel avantajı, üretilen tozların yüksek saflığa sahip olmasıdır. Bu nedenle elektroliz yöntemi genellikle paladyum, bakır, demir, çinko, manganez ve gümüş tozu üretiminde tercih edilmektedir [14].



Şekil 2.4. Tozların yüksek saflıkta üretilebildiği elektroliz hücresi [14]

2.3.3. Kimyasal üretim yöntemleri

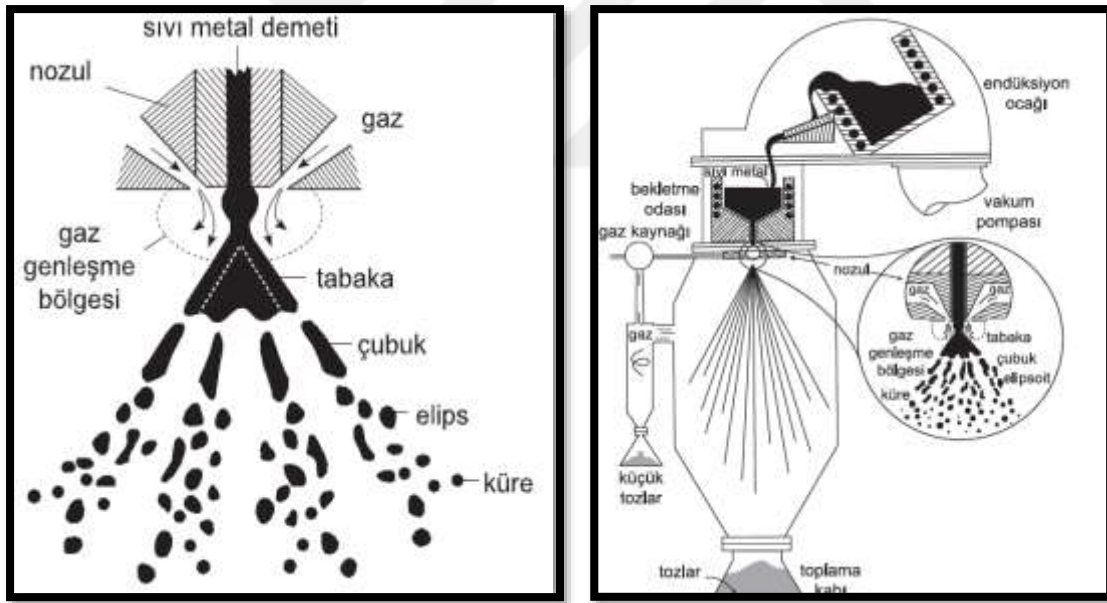
Tozlar, kimyasal indirgeme ve kimyasal ayrıştırma işlemlerinden oluşan kimyasal reaksiyonlarla üretilebilir. Kimyasal indirgeme, metal bileşiklerinden metal tozları üretmenin etkili bir yoludur. Metaller, ürünün erime noktasının altındaki bir sıcaklıkta atmosfer kontrollü bir fırında H_2 veya CO altında indirgeme yoluyla üretilebilir. İndirgeme

işleminde sonra indirgenen ürüne kırma ve öğütme işlemi uygulanarak metal tozlar elde edilir. Bakır, molibden, tungsten ve nikel tozları, düşük maliyeti ve uygunluğu nedeniyle genellikle indirgeme prosesinde üretilmek üzere tercih edilmektedir [15]. Toz üretiminin bir başka yolu da kimyasal ayrıştırma işlemidir. Ayrıştırma işlemi iki kategori altında sınıflandırılabilir; metal karbonillerin ayrışması ve metal hidritlerin ayrışması. Metal karbonillerin ayrışmasının en yaygın örnekleri demir ve nikel tozu üretimidir. Karboniller düşük kaynama noktasına sahiptir ve normal sıcaklıklarda sıvı haldedirler. Karbonillerin oluşumu, metallerin ve karbonmonoksit gazının basınç altında reaksiyona girmesiyle gerçekleşir. Karbonil grubunu ayrıştırmak için buhar, atmosferik basınç altında ısıtılır. Metal tozlarının elde edilebilmesi için reaksiyon kabının yüzeyinde değil gaz fazında ayrıştırma işleminin gerçekleşmesi gerekmektedir [9]. Bu işlemle, kimyasal ayrıştırma ile karbonil gruplarından metal tozları üretilebilir. Metal tozları ayrıca kimyasal ayrıştırma yoluyla hidritlerden üretilebilir. Metal hidritler oda sıcaklığında stabildir ve oldukça kırılmalıdır [15]. Metal hidritlerin bu özelliği metal hidritlerin istenilen incelikte kolayca öğütülerek toz haline getirilmesini sağlamaktadır. Daha sonra, metal tozları elde etmek için toz halindeki metal hidritlerin ayrıştırılması gerekir. Ayrıştırma, hidrit tozlarının hidrasyonun gerçekleştiği aynı sıcaklıkta bir vakum atmosferinde ısıtılmasıyla gerçekleşir. Hidritlerin bozunması sırasında en önemli nokta O_2 , N_2 ve C kontaminasyonunu önlemektir. Bu yöntemle titanyum, zirkonyum, vanadyum, toryum, uranyum gibi refrakter metaller ve tantal, niyobyum gibi yüksek sertlikte metaller üretilebilir [9].

2.3.4. Atomizasyon yöntemleri

Toz üretimi için başka bir yöntem, esas olarak sıvı metalin çok hızlı katılaşması ve metal tozlarına parçalanmasıyla tozların oluştuğu atomizasyondur. Bu toz üretim yönteminde, sıvı metal küçük bir delikten çıkar ve basınçlı hava, soygaz veya su üfleyen bir jet ile parçalanır. Parçalanmış küçük sıvı partiküller hızla katılaşır [16]. Atomizasyon yöntemi ile elementel ve ön alaşımlı tozlar üretilebilir. Atomizasyon işleminin çeşitli alaşımlara uygulanabilirliği ve atomizasyonun kolay işlem kontrolü, diğer toz üretim teknikleri ile karşılaştırıldığında atomizasyon işleminin başlıca avantajlarıdır. Atomizasyonun temeli, alaşım tasarımı ve eriyiğin saflaştırılması üzerinde sıkı kontrol sağlayan füzyon teknolojisine dayanmaktadır. Atomizasyon işlemi, işlem için kullanılan jet tipine göre gaz atomizasyonu ve su atomizasyonu olarak farklılık gösterir. Gaz tipi, artık atmosfer, eriyik sıcaklığı, jet nozuluna girdiğinde eriyik viskozitesi ve gaz sıcaklığı dahil olmak üzere gaz atomizasyonu için

çalışma parametreleri, işlemi kontrol etmek ve farklı kullanımlar için özel olarak tasarlanmış toz özelliklerini tasarlamak için oldukça önemlidir (Şekil 2.5). Gaz atomizasyon yönteminde ürün homojendir ve küresel şekli nedeniyle büyük bir paketleme kabiliyetine sahiptir. Erime noktası yaklaşık 1600 °C'nin altındaki alaşımlı ve alaşımsız tozların üretimi için en yaygın teknik su atomizasyon yöntemidir. Su atomizasyonu, gaz atomizasyonuna kıyasla daha hızlı bir katılma sürecidir. Tozların hızlı katılması nedeniyle gaz ve su atomizasyon yöntemleri arasında kritik farklılıklar vardır. Su atomizasyon yöntemi ile üretilen tozlar, hızlı soğuma nedeniyle tozların yüzeyinde bir miktar oksidasyon ile düzensiz ve pürüzlü bir şekle sahiptir. Su atomizasyonu ile üretilen tozlar, kimyasal olarak heterojen bir karaktere sahiptir, çünkü parçacıkların hızlı katılması nedeniyle bir alaşım parçacığı içinde sınırlı kimyasal ayrışma vardır. Parçacıklar, tozların yüzeyinde oksidasyon tabakası ile düzensiz ve küresel olmayan bir yapıya sahiptir. Toz şeklinin ve oksidasyonun daha iyi kontrolü için su yerine sentetik yağ ve reaktif olmayan sıvılar tercih edilebilir [14].



Şekil 2.5. Gaz atomizasyonu yöntemi ile toz üretimi [14]

2.4. Toz Metalurjisi Yöntemi ile Malzeme Üretimi

Toz metalurjisi yöntemi ile malzeme üretiminin 3 temel aşaması vardır. İlk aşama üretilen tozların homojen bir yapıda olabilmesi için karıştırılmasıdır. Karışım halinde olan tozların istenilen şekle gelebilmesi için basınç altında presleme işlemi yapılır. Presleme aşamasında

oluşan bağların metalurjik bağlar oluşturması için malzemenin ergime sıcaklığının altında veya üstünde bir sıcaklığa ısıtılarak sinterleme aşaması tamamlanır.

2.4.1. Metal tozların karıştırılması ve yağlayıcı ilavesi

Karıştırmanın temel amacı homojen bir karışım sağlamaktır. Karıştırma işleminde metal tozlara, alaşım elementleri, yağlayıcılar ve bağlayıcılar ilave edilebilir. Yağlayıcılar karışım tozların akıcılığını artırmaktadır. Aynı zamanda kalıp içerisindeki sıkıştırılabilirliği kolaylaştırmak ve sürtünmeyi azaltarak preslenmiş parçayı kalıptan daha kolay çıkarabilmek için yağlayıcılar ilave edilir. Çinko streat ve parafin yaygın olarak kullanılan yağlayıcılardır [17]. TM’de alaşım elementlerinin ilave edildiği iki yöntem vardır. Bu yöntemlerden biri homojen bir ön alaşımlı toza, alaşım elementlerinin atomizasyon sırasında ilave edilmesidir. Diğer yöntem ise demir tozuna toz halindeki alaşım elementlerinin mekanik olarak karıştırılmasıdır. Mekanik olarak karıştırılan alaşım elementleri sinterleme sırasında alaşımlanır [18]. Her iki yöntemin de avantajları ve dezavantajları vardır.

Ön alaşımlı tozlar, tamamen homojen alaşımlı sinterlenmiş parçalar verir, ancak katı çözelti güçlendirmesi nedeniyle genellikle daha serttir ve dolayısıyla daha az sıkıştırılabilir. Harmanlanmış elementel tozun daha yüksek sıkıştırılabilirliği vardır ve bir toz karışımının bileşimi, ilave miktarlarda demir tozu veya alaşım elementleri ile yeniden karıştırılarak kolaylıkla değiştirilebilir [18,19]. Homojen bir karışım elde edebilmek için karıştırma zamanı ve hızının ayarlanması önemlidir. Karıştırma sürecinin iyi ayarlanmaması durumunda parçacık ayrışması meydana gelebilir. Parçacık ayrışmasından dolayı tozlar arasında boyut ve yoğunluk farkı oluşur [14]. Bazı alaşım elementlerinin katı demirde olan yayınımları yavaşır ve alaşım elementleri toz karışımı birleştirilirken ve işlenirken ayrılma eğilimi gösterir [19,20]. Ön alaşımlı tozlar sert ve zayıf sıkıştırılabilirliğe sahip olduğu için tozlara neredeyse tamamen karışan tek element ince grafit olarak eklenen karbondur [21].

2.4.2. Metal tozların sıkıştırılması

Sıkıştırma, tozların istenen şekillere getirilebilmesi için basınç uygulanmasıdır. Sıkıştırmanın temel amacı ise tozu istenilen şekle getirmek, istenilen seviyede ve gözeneklilik tipinde bir malzeme üretmek ve sinterleme için yeterli mukavemete sahip bir malzeme oluşturmaktır. Basıncın artmasıyla malzemeler yoğunlaşmaya direnç gösterir, bu

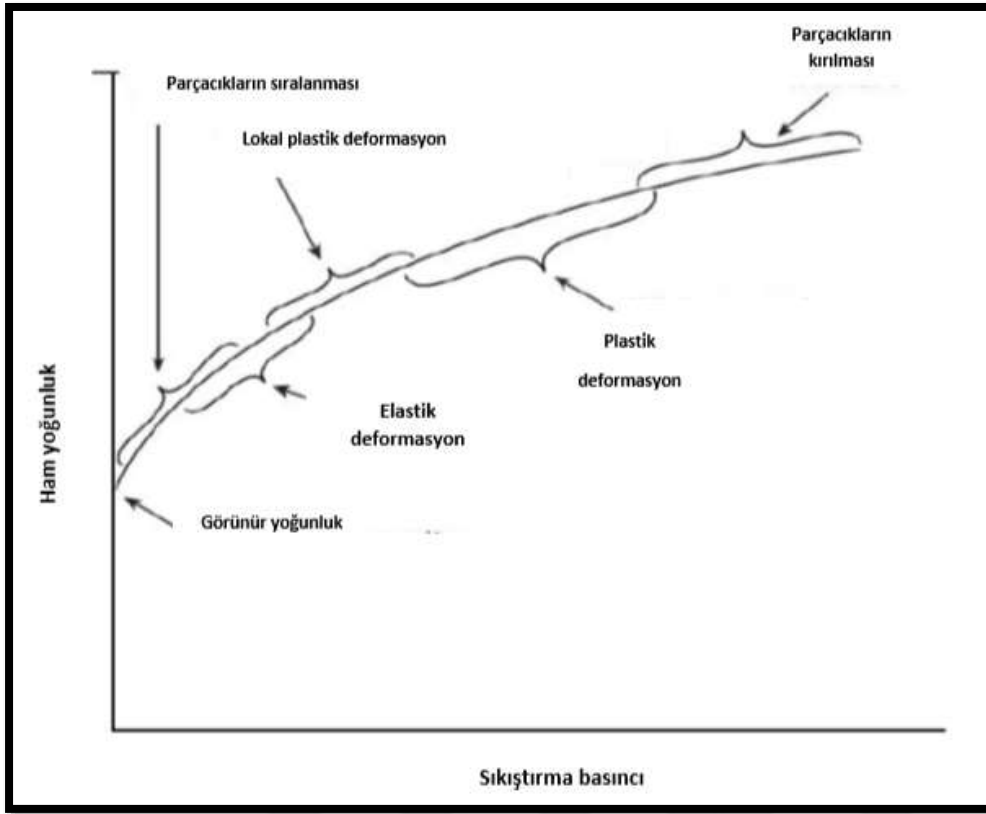
Kalıp ile yapılan presleme sırasında yoğunlaşma, Şekil 2.7' de gösterildiği gibi, partikül merkezlerinin parçacıkların sıralanma, yeniden düzenleme ve deformasyon mekanizmalarıyla üç aşamada birbirine doğru hareketi ile gerçekleşir [24].

Sıkıştırma işleminin ilk aşaması, toz parçacıklarının düşük basınçlarda birbiri üzerinden kayması ve kalıp şekline göre yeniden istiflenmesidir. Bu aşamada yoğunluk ile ilgili değişim diğer aşamalara göre daha azdır [14].

İkinci aşamada, uygulanan basıncın artması ile parçacıklar sabit bir düzende olurlar. Uygulanan basınç, kritik bir deformasyon durumundan önce serbest bırakılırsa, parçacıklar elastik olarak deforme olur. Basıncın artmasıyla sünek malzemeler akma dayanımına ulaşan taneler esneyerek plastik olarak deforme olurken, gevrek malzemelerde tanecikler daha küçük birimlere parçalanır [14,19].

Son aşamada ise tam yoğunluğa yaklaşıldıkça parçacıkların plastik deformasyonu artmaktadır. Gözeneklerin kapanmasıyla tozların yoğunlaşmaya karşı gösterdiği direnç artar ve sıkıştırılabilirlik hızla azalmaktadır [14].

Malzemelerin sıkıştırılabilirlik davranışında, malzemenin özellikleri, parçacık şekli, parçacık boyutu-dağılımı, parçacıklar arası ve parçacık/kalıp duvarı sürtünmesi, iç gözeneklilik, takviye edilen parçacıkların dağılımı gibi pek çok etkili parametre vardır [19].



Şekil 2.7. Kalıp sıkıştırma sırasında tozların yoğunlaştırılması aşamaları [25]

İzostatik presleme

İzostatik preslemede toz, kalıp görevi gören ve sızıntıya karşı sıkıca kapatılmış esnek bir kaba yerleştirilir. Kalıp daha sonra hidrolik sıvı içeren bir basınçlı kap içine yerleştirilir ve ardından istenen basınç kadar basınçlandırılır. Toz partikülleri her yönde aynı basıncı alır ve tozlar, sıkıştırma sırasında izotropik olarak küçülür [26]. İzostatik presleme genellikle kalıpta homojen olarak preslenmesi zor parçaların üretiminde kullanılır [14].

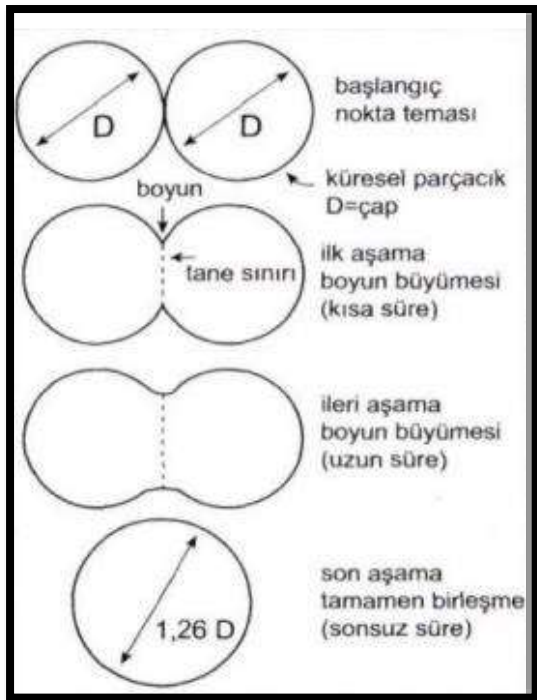
Yaygın olarak kullanılan yöntemler dışında tozların sıkıştırılması ile ilgili çeşitli yöntemler mevcuttur. Tozların fiziksel ve kimyasal özelliklerindeki değişiklik, istenen nihai parçanın özellikleri ve ekonomik sınırlar dikkate alınarak sıkıştırma yöntemi seçilmelidir.

2.4.3. Sinterleme

Sinterleme, tozun sıkıştırma sırasında oluşan bağlarını metalurjik bağlara dönüştürmek için ergime noktasının altında veya üstünde sıcaklığa ısıtılmasıdır. Tozların karıştırılması

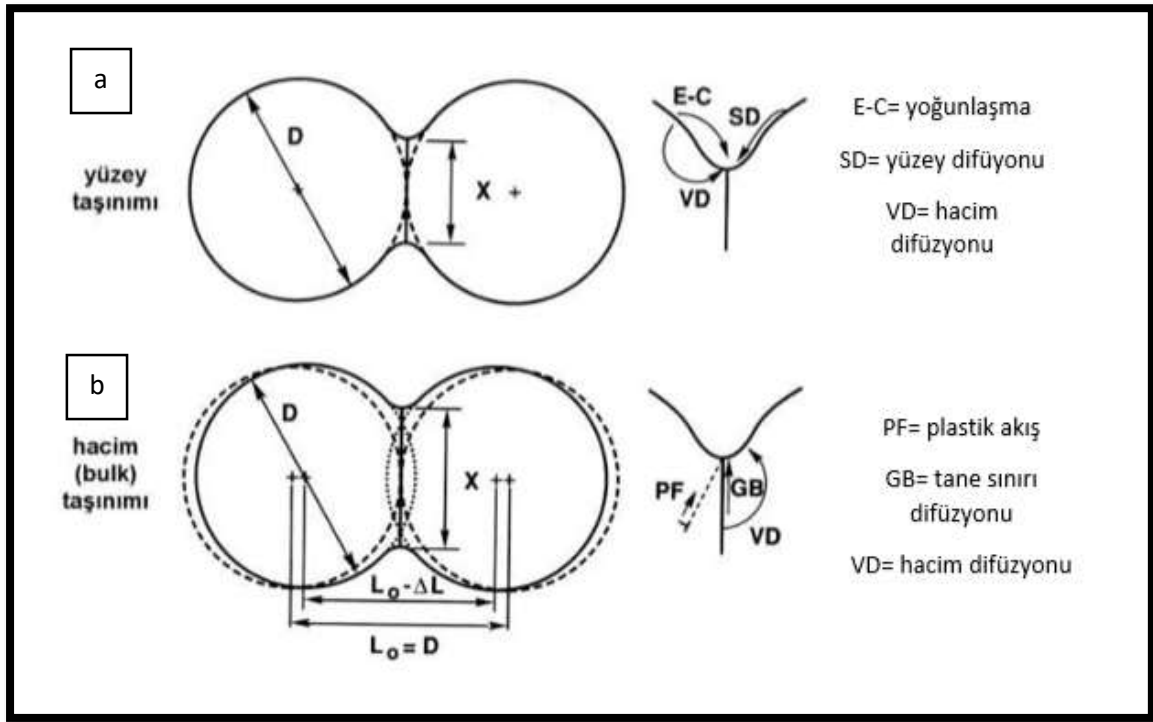
esnasında ilave edilen yağlayıcılar sinterleme sürecini olumsuz etkilememesi için yağlayıcıların ayrıştırılması önemli bir adımdır [27]. Yağlayıcıların ayrıştırılması düzgün yapılmazsa, sinterleme sırasında atmosferin saflığının bozulmasına neden olabilir ve tozun oksidasyonuna neden olabilir [28]. Bununla birlikte, olası genleşme ve kırılma içindeki aşırı basınçlardan kaçınmak için yavaş ısıtma hızı kullanılarak sinterleme yapılmalıdır [9,19]. Sıcaklığın artışı ile oluşabilecek oksidasyonu önlemek için yağlayıcıların uzaklaştırılmasının mümkün olan en düşük sıcaklıkta (400-600 °C) yapılması önemlidir [29].

Sinterleme esnasında difüzyon ile atom hareketleri ve hacim değişimleri meydana gelir. Sinterlemede metalurjik bağlanma, toz partikülleri arasında boyun oluşumu yoluyla gerçekleşir [14]. Parçacıklar arasında boyunların oluşmasıyla parçacıklar birbirine yaklaşır, tozlar içerisinde çok sayıda yüksek eğimli yüzey kaybolur, Şekil 2.8’de gösterildiği gibi tozların büzülmesine ve yoğunlaşmasına neden olur. Sinterleme sırasında yüzey alanı azalır. [14,30]. Sinterleme sırasında malzeme transferleri için çeşitli mekanizmalar vardır ve bunlar; tane sınırı difüzyonu, buharlaşma ve yoğunlaşma, kafes-hacim-yüzey difüzyonu ve plastik akış olarak tanımlanmaktadır [31]. Yayılan atomların kaynağına bağlı olarak, yüzey taşınımı ve hacim taşınımı mekanizmaları olmak üzere iki malzeme aktarımı sınıflandırması vardır.



Şekil 2.8. Küresel sinterleme modeli [14]

Şekil 2.9’da sinterleme sırasında olası atomik difüzyon yollarını göstermektedir. Yüzey taşınımı mekanizmalarında atomlar bir parçacığın yüzeyinden başka bir parçacığın yüzeyine hareket eder. Bu süreç Şekil 2.9.(a)’ da gösterildiği gibi buharlaşma ve yoğunlaşma yüzey difüzyonunu ve parçacık yüzeyinden boyuna hacim difüzyonunu içerir. Yüzey taşıma mekanizmaları, toz partikülleri arasında boyun büyümesine neden olur ve büzülme veya yoğunlaşmayı desteklemez, bunun yerine kabalaşmaya neden olur [19, 32]. Yüzey taşınımı, gözenek büzülmesine katkıda bulunmadıkları için yoğunlaşmayan mekanizmalar olarak adlandırılırlar [19]. Düşük sinterleme sıcaklıklarında meydana gelen difüzyonun çoğuna yüzey taşınımı hakimdir.



Şekil 2.9. Katı hal sinterleme sırasında kütle aktarım mekanizmaları, (a) yüzey taşınımı, (b) hacim taşınımı [32]

Hacim taşınımı mekanizmalarında, atomlar parçacığın iç kısmından, çoğunlukla tane sınırı bölgesinden yüzeye doğru hareket eder (Şekil 2.9.(b)). Burada kütle akışı, katı hal sinterleme için boşluk konsantrasyonu gradyanı tarafından yönlendirilir [32]. Hacim taşınımı, plastik akışı, tane sınırı difüzyonunu ve tane sınırından gözeneklere hacim difüzyonunu içerir. Yüzey taşınımı ile hacim taşınımı arasındaki farklardan biri hacim taşınımını, partikül hareketi ile sonuçlanır, büzülme ve yoğunlaşmaya yol açar [31,32]. Temas eden partiküller arasındaki sinter bağı (boyunları) kritik bölgedir. Yüzey enerjisini azaltmak için

atomların biriktiği yer kritik bölgedir. Sinterleme prosesinde farklı noktalarda farklı mekanizmalar hakimdir ve farklı malzemeler farklı mekanizmalar sergiler. Cam ve polimerler gibi amorf malzemeler, malzeme akışının partiküllerin viskozitesine bağlı olduğu yerlerde viskoz akış yoluyla yoğunlaşır [30]. Mevcut çalışmadaki tozlar mikron boyutundadır ve yoğunlaştırma sırasında viskoz akışın önemli bir rol oynaması beklenmemektedir [33].

Sinterleme türleri

Sinterleme genellikle katı hal sinterleme ve sıvı faz sinterleme olmak üzere iki çeşittir. Bu tez çalışmasında uygulanan yöntem katı hal sinterleme yöntemidir.

Sıvı faz sinterleme

Sıvı faz sinterleme (SFS), taneleri birbirine bağlayan ve hızlı yayılımın olduğu sinterleme yöntemidir. Bu yayılım katı tanelerin üzerinde gerçekleşir [14]. Sıvı faz, katı parçacıkların etrafına yayılarak katıyı ıslatır. Bu, katı parçacıkların hızlı bir şekilde yeniden düzenlenmesiyle sonuçlanır ve yoğunlukta bir artışa yol açar. SFS, katı hal sinterlemesinden daha düşük sıcaklıklarda yoğunlaşmaya izin verir. Sıvı faz sinterlemenin dezavantajları arasında sinterlenmiş ürünün yüksek oranda bozulması, tane sınırları boyunca kırılma fazların katılmasında ve sinterleme sırasında tane büyümesi nedeniyle mekanik özelliklerin bozulması, yüksek sıcaklık uygulamalarında son parçanın sınırlandırılması ve termodinamik faktörler sayılabilir [19,34].

SFS, TM çeliklerini ve diğer gözenekli malzemeleri yoğunlaştırmanın uygun bir yoludur ayrıca TM çeliğinin gözenekliliğini azaltmak için kullanılan bir işlemdir [34]. Fosfor, Bor ve Karbon gibi düşük atom numaralı elementler veya bakır ve kalay gibi düşük erime noktalı alaşım elementleri, demir bazlı tozların SFS'sini etkinleştirmek için çok uygundur [35-38].

Katı hal sinterleme

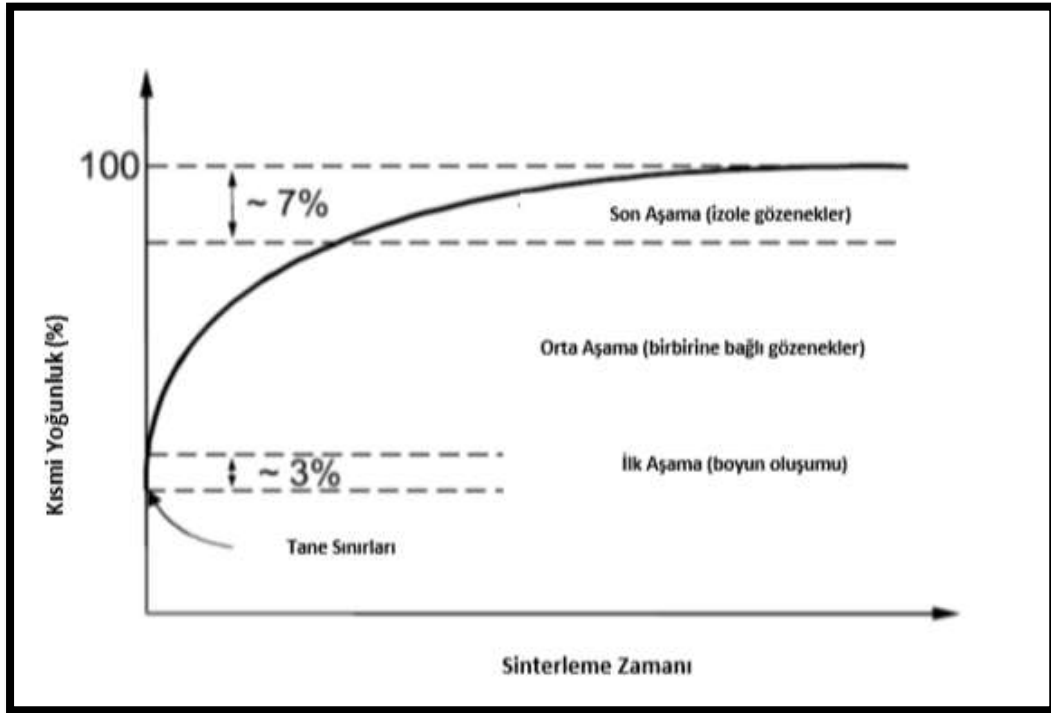
Katı hal sinterleme, toz parçalarının ısıtıldığı ve bileşenlerin herhangi birinin erime noktasının altındaki sıcaklıklarda sinterlendiği diğer yaygın sinterleme türüdür. Kullanılan sinterleme

sıcaklıklarında malzemelerin erime sıcaklıkları dikkate alınmalıdır. Yoğunlaşma, katı halde atomik difüzyon yoluyla gerçekleşir [14].

Katı hal sinterleme genellikle birbirini takip eden ilk, orta ve son aşama olmak üzere üç aşamaya ayrılır. Şekil 2.10'da sinterleme süresi boyunca bu aşamalardan geçen bir tozun tipik yoğunlaştırma eğrisi gösterilmektedir [39].

İlk aşama

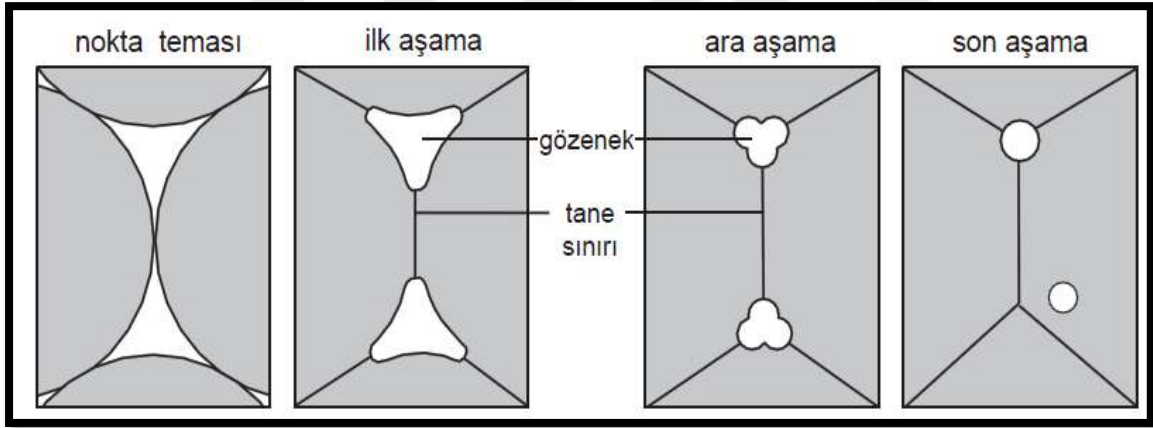
Sinterlemenin ilk aşamasında, parçacıkların birbirine temasıyla boyunlar oluşmaya başlar. Bu aşama aynı zamanda boyun büyüme aşaması olarak da bilinir. Tozun büzülme katkısı en fazla %2-3 civarındadır [39]. Boyun oluşumu, parçacıkların ve boyunun farklı eğriliklerinden kaynaklanan enerji gradyanı tarafından yönlendirilir. Yüzey taşıma mekanizması genellikle bu aşamada baskın taşıma mekanizmasıdır, önemli bir büzülme meydana gelmez ve gözeneklilik azalmaz [32]. Bu aşamada gözenek yapısı mevcuttur, gözenekler düzensiz şekillere sahiptir ve birbirine bağlıdır. İlk aşamada gerçekleşen tane büyümesi yoktur [40].



Şekil 2.10. Bir toz kompaktın yoğunlaştırma eğrisini ve üç sinterleme aşamasını gösteren şema [39]

Orta aşama

Ara aşama, tane büyümesi başladığında başlar. Bu aşamada boyunlar büyümeye devam eder ve pürüzsüz bir gözenek oluşturmak için üst üste gelir (Şekil 2.11). Tane sınırları boyun içinde bireysel partiküller arasında oluşur ve boyunlar birleştikçe büyür ve gözenekler birbirine bağlı silindirik gözenek ağı oluşturur. Bu noktada, tane sınırı difüzyonu ve hacim difüzyonu gibi hacim taşıma mekanizmaları, kütleyi partikülün içinden çıkararak ve boyun bölgesine biriktirerek sinterleme işlemi olur. Daha önce belirtildiği gibi hacim taşınımı mekanizmaları, temasın düzleşmesine ve yoğunlaşmasına neden olur [19]. Gözenekler küçüldüğü için tane büyümesi daha hızlı gerçekleşir, bu nedenle tane boyutu aşamalı olarak artar ve tane boyutu ilk parçacık boyutunu aşar [32]. Boyun büyümesi (ilk aşama) eğrilik gradyanlarını ortadan kaldırdığından, ara aşamadaki itici güç, yüzey enerjisindeki azalmadır [32,40]. Ara aşamanın sonunda gözenekler küreseldir ve Şekil 2.11’de gösterildiği gibi sıkışmaya ve birbirinden izole olmaya başlar.



Şekil 2.11. Sinterleme sırasında gözenek yapısı değişikliklerinin şematik diyagramları [14]

Son aşama

Son aşamada gözenekler kapalı ve küreseldir ve sadece izole edilmiş gözenekler kalmıştır [14,41]. Gözeneklerin kapalı olması nedeniyle itici güç boyuna nüfuz edemez ve sıkışan itici güç son nokta yoğunluğunu sınırlar. Eğrilik gradyanları ve yüzey enerjisi önceki aşamalarda çok azaldığından, son aşamada sinterleme çok daha yavaştır, yoğunluk biraz artar ama tane büyümesi çok hızlı gerçekleşir [32]. Sinterleme ilerledikçe mikroyapı, kısmi yoğunlaşma

oranlarına bağılı olarak tane büyümesi, gözenek küçülmesi veya büyümesi gibi farklı şekillerde gelişebilir [32].

Tane sınırlarındaki izole gözenekler küçülüp yok olabilir, bu da yoğunlaşmaya neden olur ve tam yoğunluğa yaklaştıkça tane büyümesi hızlanır [32]. Tane büyümesi, birleşme veya difüzyon yoluyla gerçekleşir. Difüzyonla kabalaşma, boyut olarak farklı olan iki tane, bir arayüz boyunca atomları değiştirdiğinde ve daha büyük taneler, daha küçük taneler pahasına büyüdüğünde meydana gelir. Birleşme, iki tane düşük derecede kristalografik farklı yönelme ile temas ettiğinde meydana gelmektedir [19,33].

Sinterleme sırasında proses değişkenleri

Sinterlemeyi etkileyen sinterleme sıcaklığı, zaman, sıkıştırma yükü, parçacık boyutu ve kullanılan sinterleme atmosferi gibi değişkenler mevcuttur. Bu değişkenlerden kısaca bahsedilmiştir.

Sıcaklık

Sıcaklık en önemli sinterleme değişkenidir. Isı, sinterlemenin gerçekleşmesine izin veren atomik hareketi uyarır ve atomik hareket sıcaklıkla beraber artar. Sinterleme sıcaklığının artması, artan difüzyon nedeniyle sinterleme sırasında meydana gelen herhangi bir değişikliğin hızını ve büyüklüğünü artırır [19,33].

Kimyasal homojenizasyon, demir matrisinde karıştırılmış alaşım elementleri, demirdeki difüzyonlarına bağılı olarak kademeli olarak çözüldüğünde meydana gelir. Termodinamik açıdan karbon 730 °C'nin üzerinde çözülebilir, ancak gerçekte hızlı ve tam çözünmeyi sağlamak için >900 °C sıcaklıklar gereklidir. Metalik alaşım elementlerinin daha yavaş difüzyonu nedeniyle sinterlenmesi için daha yüksek sıcaklıklar gereklidir. Yüksek mukavemetli çeliklerin üretimi için ~1250 °C yüksek sıcaklıkta sinterleme tercih edilir, ancak bunun bazı alaşımların olası tane irileşmesi üzerindeki etkisi de dikkate alınmalıdır. Genellikle satın alma ve çalıştırma kolaylığı nedeniyle fırınlar çelik bileşenleri sinterlemek için kullanılır. Sinterleme fırınlarının kullanımı açık atmosferde tercih edildiğinde yüksek sıcaklıklarda O₂ ve H₂O penetrasyonuna daha yatkındırlar [19-21].

Zaman

Belirlenen sıcaklıklarda daha fazla bekletme süresi sinterleme derecesini arttırır, ancak sinterleme süresinin uzun olması hızlı tane irileşmesine neden olur [32].

Ham yoğunluk (sıkıştırma yükü)

Sıkıştırma basıncı, parçacıklar arasındaki büyük gözenekleri daraltarak parçacıkların birbiri ile temaslarını arttırır bu da sinter boyunlarının oluşumuna katkı sağlar. Sıkıştırma ile daha küçük gözenek boyutu yani daha yüksek eğrilik söz konusu olur. Gözenek boyutunun küçülmesi ve sinter boyunlarının oluşumuna katkısı sayesinde daha hızlı sinterleme gerçekleşir [32].

Toz karışımları, sert aletlerde 300-800 MPa basınçlarda sıkıştırılır ve %16-8 artık gözenekliliğe karşılık gelen 6,5-7,2 g/cm³ mutlak ham yoğunluk seviyeleri ile sonuçlanır. Tozların sertleşmesinin artması nedeniyle daha yüksek yoğunluk seviyelerinin elde edilmesi zordur. Parça ömrü burada kritik bir faktör olmasına rağmen, seri üretimde 1000 MPa'ya kadar yüksek basınçlar uygulanabilir [19,21].

Parçacık boyutu

İnce partiküller, kaba partiküllere göre daha yüksek yüzey enerjisine sahiptir ve bu nedenle daha kısa sinterleme süreleri gerektirir [42]. Demir ve çelik parçaların imalatında kullanılan tozlar, ya bir eriyiğin yüksek basınçlı su jetleri ile dağılması olan su atomizasyonu ya da kimyasal indirgeme ile, indirgeyici madde olarak kok kullanılarak üretilir ve ön alaşımlı çelik tozları genellikle atomizasyon ile üretilir. Atomize tozlar düzensiz şekilli, tamamen yoğun parçacıklara sahipken, kimyasal olarak indirgenmiş tozlar ('sünger demir') gözeneklilik içerir. Parçacık boyutu aralığı tipik olarak 40-140 µm'dir, bunun yüksek sıkıştırılabilirlik ve sinterleme aktivitesi ile iyi akışkanlığa sahip olduğu sonucuna ulaşılmıştır [19,21]. Elementel alaşım tozları genellikle esas tozlardan daha incedir. Genellikle <45 µm tozların, daha hızlı sinterleme, daha yüksek mukavemet-yoğunluk ve performansa sahip TM malzemelerin üretilmesinde faydalı olduğu sonucuna ulaşılmıştır [43]. Stephenson vd. SEM-EDS element haritalaması kullanılarak çelik kompaktların

sinterlenmesi sırasında daha ince Ni tozunun ($\approx 1 \mu\text{m}$) standart Ni tozundan ($8 \mu\text{m}$) daha düzgün dağıldığını gözlemlemiştir [44].

Sinterleme atmosferi

Çeliklerin sinterlenmesi sırasında sinterleme atmosferinin temel amacı, üretilen malzemenin oksidasyonunu engellemek, metalik tozun yüzeyini kaplayan oksit tabakasını azaltmak, metal yüzeyini temiz tutmak ve sinterleme sırasında malzeme taşınmasını engellemek için temas boyunları oluşturmaktır. Sinterleme atmosferi, karıştırılma esnasında ilave edilmiş olan yağlayıcı veya bağlayıcının giderilmesi için de önemlidir sinterlemenin ilk aşamasında da önemlidir [45,46]. TM çeliği için sinterleme atmosferi için çeşitli seçenekler mevcuttur ve bunlar: vakum, indirgeme-dekarbürleme ve hareketsiz ortam (nötr).

Vakum

Vakum sinterleme, basıncı 10^{-3} ve 10^{-7} atm arasında tutarak, oluşabilecek gazları sürekli olarak kaptan dışarı çeken bir pompalama mekanizması ile atmosferin yokluğunda kapalı bir kaptan ısıtmayı içerir [10,35]. Vakum sinterleme çoğunlukla gazlı atmosferlerde hidrit, nitrür veya oksit oluşumuna duyarlı reaktif malzemeler ve refrakter malzemeler için kullanılır. Vakum reaktif olmayan bir atmosfer olmasına rağmen, oksit indirgemesi yine de gerçekleşebilir. Bu, vakum odasındaki buharların sürekli olarak ekstraksiyonu ile birleştirilmiş oksijen kısmi basıncının düşürülmesi ve TM çelikleri için, karbotermik indirgeme için sinterlenen malzemeye karbon eklenmesiyle sağlanabilir [32,47].

İndirgeyici atmosfer

Tozların çevredeki ortamla reaksiyona girme eğilimi daha yüksektir ve bu nedenle toz parçacıklarının yüzeyi genellikle sinterleme sırasında malzeme transferini engelleyebilecek bir oksit tabakası ile kaplanır. Sinterleme sırasında düzgün bir malzeme üretilebilmesi için bu oksit tabakasının giderilmesi gerekir. TM çeliklerin sinterlenmesi sırasında metal tozları üzerindeki oksit tabakalarını azaltmak için hidrojen (H_2), parçalanmış amonyak ve endotermik gaz (Endo gazı) gibi koruyucu gazlar kullanılır. H_2 , yüksek indirgeme etkisinden dolayı en çok TM çeliğinde kullanılır, ancak genellikle %5-10 (hacimce veya ağırlıkça %) nitrojen inert gazlarla hidrojen içeren karışımlar karıştırılır. Bu oranda, karışım hava ile

temas ettiğinde patlayıcı değildir [46,47]. Yüksek oranda H₂ içeren ortamlar ve çatlamış amonyak, karbon içeren demir tozu parçalarında güçlü dekarbürizasyon etkisinden dolayı kullanılmamaktadır [45,49].

Hareketsiz ortam

Argon ve helyum gibi soy gazlar nötr sinterleme atmosferidir. Bu gazlar, sinterlenen malzeme ile reaksiyona girmez ve herhangi bir indirgeme veya oksidasyon kabiliyetine sahip değildir. Bu gazlar özel durumlarda titanyum, zirkonyum gibi çok reaktif ve refrakter metallerin sinterlenmesinde ve ayrıca vakum fırınlarında dolgu olarak kullanılır [9,19]. Maliyetlerinin yüksek olması ve indirgeme özelliklerinin olmaması nedeniyle pek çok uygulamada kullanılmazlar. Ayrıca argon metallerde çözünmez ve bu nedenle kapalı gözeneklerde tutulan herhangi bir Argon orada kalır ve daha fazla yoğunlaşmayı önler [39].

3. ÇELİK VE GENEL ÖZELLİKLERİ

Kimyasal bileşiminde ağırlıkça %2'ye kadar karbon (C) elementi içeren demir-karbon (Fe-C) alaşımları çelik olarak tanımlanır. Çelikler içerisindeki alaşım elementi varlığına göre alaşımlı ve alaşımsız çelikler olarak iki sınıfa ayrılabilir.

Alaşımsız çelikler genellikle sade karbonlu çelik olarak bilinirler. Sade karbonlu çelikler ise kimyasal bileşimi içerisinde bulunan karbon miktarına göre üç temel sınıfa ayrılır: Düşük karbonlu çelikler ($<0,2$ C), orta karbonlu çelikler ($0,2-0,5$ C) ve yüksek karbonlu çelikler ($>0,5$ C) [50]. Ayrıca, içerisindeki karbon oranı, ağırlıkça %0,8'in altında olanlar ötektoid altı, %0,8 olanlar ötektoid çelikler ve %0,8'in üzerinde olanlar ötektoid üstü çelikler olarak bilinir. Çeliklerin özellikleri, içerisinde bulunan elementlerin kimyasal bileşimine ve mikroyapısına bağlıdır. Çeliklerin içerisindeki karbon miktarına göre birçok özellikleri farklılık göstermektedir. Karbon miktarının artması ile çeliklerin sertlik, çekme dayanımı, akma gerilmesi artarken, darbe dayanımı ve sünekliği (% kesit daralması ve % uzama) azalır [51,52].

Çelikler, katı hal dönüşümü ve işlenmesiyle üretilebilecek sonsuz çeşitlilikte mikro yapılar ve özelliklere sahip oldukları için mühendislik malzemelerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Alaşımsız çelikler ise alaşımlı çeliklere göre düşük maliyetli olması nedeniyle geniş endüstriyel uygulamalara sahiptir. Fakat bazı kullanımlar için düşük mekanik özelliklere sahip olması nedeniyle yetersiz kalmaktadır [53].

Çeliklere ilave edilen alaşım elementleri çeliğin, mikroyapısında farklılıklar oluşturarak çekme mukavemeti, akma sınırı, darbe dayanımı, süneklik ve işlenebilirlik gibi mekanik özellikleri için olumlu etkilere sahiptir.

3.1. Çeliklere İlave Edilen Alaşım Elementleri

Çeliğe ilave edilen alaşım elementlerine bağlı olarak birçok çelik türü vardır. Çeliğe ilave edilen her alaşım elementinin farklı bir amacı vardır. Alaşım elementleri çeliği mikroyapısal ve dolayısıyla mekanik özellikler açısından etkiler. Genellikle mekanik özellikleri iyileştirmek amacı ile ilave edilen alaşım elementlerinin özelliklerinin de iyi bilinmesi

gerekmektedir. Bir metal içerisinde alaşım elementlerinin eklenmesi ayrıca sinterleme kinetiğini, büzülme davranışını ve sinterlenebilirliği etkileyebilir [10,53]. Çeliklere ilave edilen alaşım elementleri, yalnızca istenen mukavemet temelinde değil, aynı zamanda sinterleme sırasında boyutsal kararlılıkları da dikkate alınarak seçilmelidir [53]. Çeliğe ilave edilen alaşım elementlerinden bazılarında bu bölümde yer verilmiştir.

3.1.1. Karbon (C)

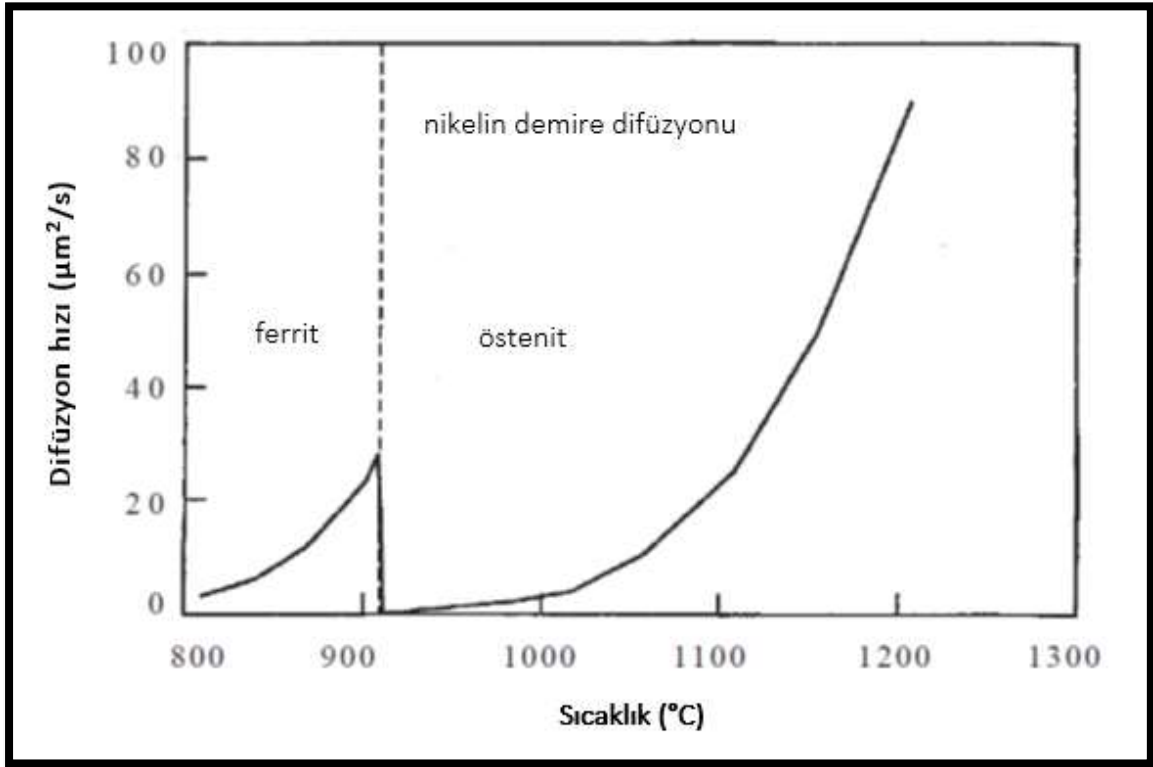
Çeliğin ana elementi olan karbonun (C), demirin özelliklerini belirlemede diğer elementlere kıyasla etkisi daha fazladır. Karbonun güçlendirme ve sertleştirme etkisinin gerekli olmadığı çelikler dışında tüm çeliklerde bulunur [48]. Demir ile karbon birbiri ile arayer katı çözelti yaparak sertliği ve dayanımı, kuvvetli karbürler oluşturarak aşınma dayanımını artırır [54].

Sinterlenmiş çelik üretiminde, demire karbon elementi doğal veya sentetik grafit olarak ilave edilir [55]. Sinterleme sırasında karbon çözünmesi 750 °C civarında başlar, ancak esas olarak çözünme 800-950 °C’de meydana gelir [56]. Sinterlenmiş çelikte ferritten östenitik demir fazına erken dönüşümüne neden olur [48]. Karbonun östenitik demire eklenmesi, sinterleme sırasında boyutları artırır. Bu artış karbon içeriği ile artar. Çözünme işlemi tamamlandığında, sinterleme sıcaklığında bekletme süresi boyunca boyut küçülmesi meydana gelir. Bu küçülme karbon içeriği ile artar [56].

3.2.2. Nikel (Ni)

Çeliklerin, mekanik özelliklerini iyileştirmek için genellikle ağırlıkça %2-8 arasında bir miktarda ilave edilir [57]. Nikel östenit bölgesini genişletip ferrit bölgesini daraltarak östenit dengeleyici özelliğe sahiptir. Ayrıca nikel, alaşımın yüksek sıcaklıklarda korozyon ve oksidasyona karşı direncini artırır. Nikel, krom elementi ile kullanıldığında sertliği, yorulma direncini ve sünekliği iyileştirir. Yüksek sıcaklıklarda Fe ile ikame katı çözeltisi oluşturur. TM çeliğinin 1120 °C’lik konvansiyonel sinterleme sıcaklığında nikelin demire difüzyon hızı, karbon, bakır, mangan ve molibden gibi diğer alaşım elementlerine kıyasla çok yavaştır [58]. Şekil 3.1’ de nikelin atomlarının ferrit ve östenit fazında difüzyon hızı yer almaktadır. Bu, sinterlemeden sonra Ni bakımından zengin alanlar (NZA) homojen olmayan bir mikro yapı ile sonuçlanır ve çekirdeklere kıyasla partiküller arası boyun bölgelerinde yüksek nikel konsantrasyonu bulunur [56]. NZA’da bulunan fazlar, esas olarak nikel içeriğine ve

soğutmaya bağlı olarak, östenit ve ferritten beyrit ve martensite kadar değişen bir faz kombinasyonunu içerebilir veya bu fazların bir kombinasyonunu içerebilir [59,60]. Nikel içeren çelik, nikelin demire difüzyon sürecini iyileştirmek için 1200 °C'de sinterlenir. Ni, sinterlenmiş parçanın büzülmesini destekler. Ni ilavesi, mukavemeti, darbe direncini, aşınma direncini ve yorulma performansını artırarak TM çelik bileşenlerinin mekanik özelliklerini iyileştirir. Aynı zamanda tane büyümesini de engeller [61].



Şekil 3.1. Nikel atomlarının ferrit ve östenit fazında difüzyon hızı [56]

3.2.3. Mangane (Mn)

Mangane elementi genellikle çeliğin sünekliğini azaltır ve dayanımını artırır. Karbon oranının artması ile mangane çelikteki iyi yöndeki etkisi de artmaktadır. Çeliğin işlenebilirliği ve dövülebilme özelliklerini iyileştirir ve kaynak kabiliyetini azaltmaz [62]. Ayrıca çeliğin işlenebilirliğini artıran ve kükürtün çeliği gevrekleştirme eğilimini azaltan kükürt bakımından zengin çökeltileri (MnS) oluşturur. Çeliklerde %0,03-1,00 arasında kükürdü gidermek için bulunur ve çelikte oksitlenmeyi engelleyicidir [63].

3.2.4. Silisyum (Si)

Silisyum elementi çelik üretilirken oksijen giderici olarak yer alır. Çeliğin sertliğini ve çekme dayanımını artırır. Fakat ilave edilen silisyum elementinin oranının artması ile çeliğin darbe dayanımını düşer, kaynak kabiliyeti azalır [64].

3.2.5. Kükürt (S)

Genellikle kükürt elementi çeliklerin içerisinde istenmez. Çelik içerisinde yer alan kükürt oranı artmasıyla kırılabilirlik artar ve düşük sıcaklıklarda çatlaklar meydana gelir. Bu olumsuz etkilerini dengelemek için mangan elementi ile kullanılır. Çeliğe ilave edilen kükürt miktarının iki katı kadar mangan ilavesi ile otomat çelikleri üretilebilir. Otomat çelikleri talaşlı imalatta yaygın olarak kullanılır [65].

3.2.6. Vanadyum (V)

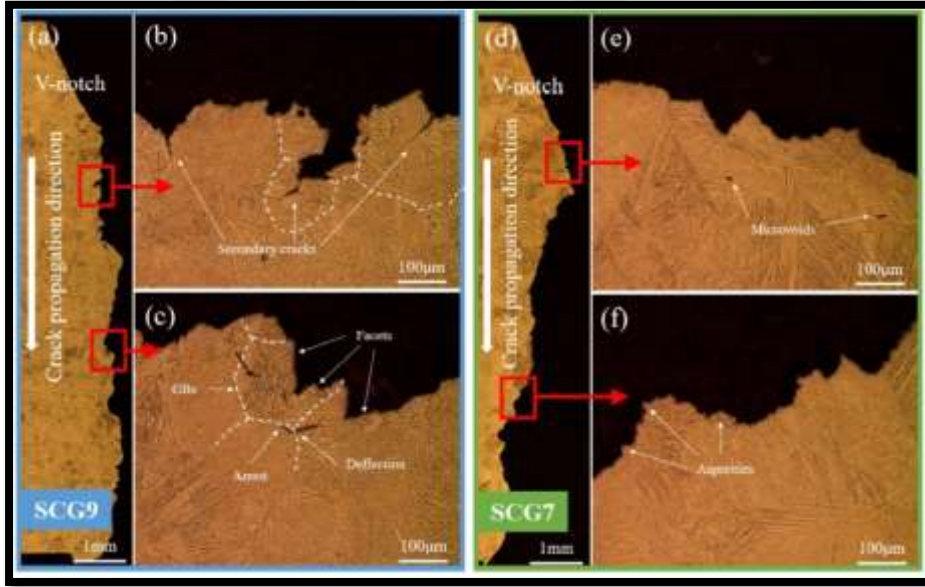
Vanadyum elementi çelikte sertleşebilirliği artırır. Tane küçültücü etkiye sahiptir ve darbe direncini yükseltir. Karbür yapıcı özelliğe sahiptir ve yüksek sıcaklıklarda dayanımını artırır [66].

3.2.7. Krom (Cr)

Çeliklerin korozyon direncini artırmak için belirli oranlarda krom elementi ilave edilebilir. Paslanmaz çeliklerin kimyasal bileşiminde en az %11 oranında krom elementi bulunmaktadır [65]. Çeliklerin direncini, çekme dayanımını sertliğini, karbür oluşumunu ve yüksek sıcaklıktaki dayanımını artırır [62]. Darbe mukavemetleri ve soğuk şekillendirilebilirlik özellikleri düşüktür [64].

4. TEZ ÇALIŞMASININ LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Guo ve arkadaşları düşük karbonlu martenzitik çeliğe farklı iki oranda nikel ilavesinin darbe tokluk değeri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Nikel oranın %7 olduğu numunenin kriyojenik ortamda (-196 °C) emilen darbe enerjisi, %9 nikel içeren numunenin değerinden yüksektir. Kırılma morfolojisi ise %7 nikel içeren numunenin darbe tokluğunun %9 nikel içeren numuneden daha iyi olduğunu göstermektedir. %7 nikel içeren numunede martenzit-östenit bileşenlerinin arayüzlerindeki mikro çatlakların olasılığı azalır, bu da kriyojenik darbe dayanıklılığına yardımcı olur. Ayrıca kriyojenik ortamda (-196 °C) %7 nikelli numunenin kırılma tokluğu %9 nikelli numunenin değerinden düşüktür. CTOD (Çatlak Ucu Açıklığı) testlerinde, çatlak ucundaki yüksek stres seviyesi, mikro yapı sinerjisinin artık çalışmamasına neden olur. Yapıda bulunun martenzit-östenit bileşenleri, kriyojenik kırılma tokluğunun bozulmasının ana nedeni olan kırılma kararsızlığına veya kırılmaya yol açtığı sonucuna ulaşılmıştır. Şekil 4.1’de Kriyojenik Charpy darbe numunelerinin kırılma yüzeyindeki ikincil çatlaklar ve mikro boşluklar yer almaktadır [66].

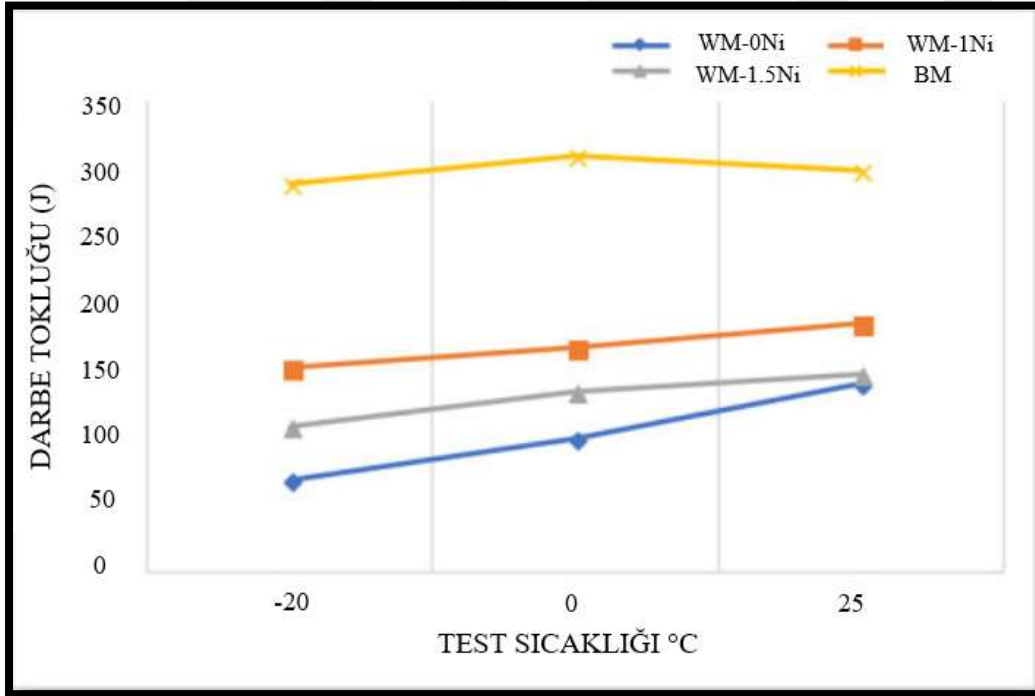


Şekil 4.1. Kriyojenik Charpy darbe numunelerinin kırılma yüzeyindeki ikincil çatlaklar ve mikro boşluklar: (a–c) %9 Ni, (d–f) %7 Ni [66]

Sun ve arkadaşları çalışmasında yüksek sünekliliğe sahip sfero dökme demiri %0-1,8 oranlarında Ni ile alaşımlandırarak darbe tokluğu ve korozyon direnci üzerindeki etkisini araştırmıştır. Deneysel veriler sonucunda belirli bir orana kadar nikel oranının artması ile

düşük sıcaklıktaki darbe tokluğu değeri artmaktadır. %0,71 nikel ilavesinin üzerinde darbe tokluğunun azaldığı gözlemlenmiştir. Korozyon direncinin ise nikel içermeyen numuneden daha iyi performans gösterdiği ve artan nikel oranıyla beraber daha iyi korozyon direnci kapasitesi olduğu sonucuna ulaşılmıştır [67].

Setiyanto ve arkadaşları yüksek mukavemetin gerekli olduğu alanlarda kullanılan SM570 TMC çeliğine farklı nikel oranları içeren elektrot teli kullanarak alın kaynağı yapmışlardır. Kaynak metallerinin darbe toklukları ise 25 °C, 0 °C ve -20 °C sıcaklıklarda ölçülmüştür. Çalışmanın sonucunda %1 Ni içeren kaynak teli kullanılarak kaynak yapılan çelik levhanın kaynak metalinde %0 Ni kaynak telinden daha üstün darbe tokluğu sağladığını, %1,5 Ni içeren kaynak teli kullanılarak kaynak yapılan numunenin darbe tokluğunun düşme eğiliminde olduğunu göstermektedir. Nikel elementi içermeyen numunenin tokluğu, sıcaklığın 25 °C'den -20 °C'ye düştüğü durumda 140 J'den 68 J değerine düşmüştür. Şekil 4.2' de %0 Ni, %1 Ni ve %1,5 Ni içeren numunelerin darbe tokluğu değerleri yer almaktadır [68].

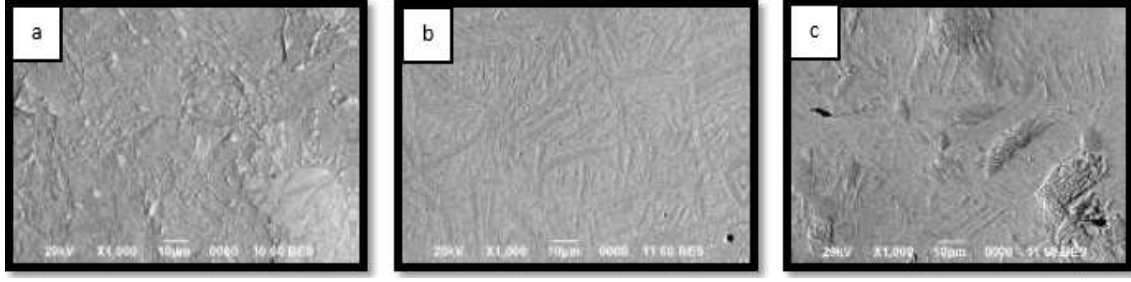


Şekil 4.2. Test sıcaklıklarının bir fonksiyonu olarak ana metalin ve üç kaynak metali numunesinin (WM-0Ni, WM-1Ni, WM-1,5Ni) darbe tokluğu [68]

Nikelin (Ni) yüksek mukavemetli düşük alaşımlı çeliğin kaba taneli ısıdan etkilenen bölgesinin (KTIEB) mikro yapısı ve darbe tokluğu üzerindeki etkilerini araştırıldığı çalışmada; KTIEB'nin mikro yapısının ağırlıklı olarak beynit ve az bir oranda martensit-östenit (M-Ö) bileşenleri ve iğnemsî ferrit (İF) içerdiği gözlenmiştir. Artan Ni oranı ile, M-Ö bileşeninin yüzdesi azalırken ve İF artmıştır; bunun sonucunda ise, KTIEB'nin darbe tokluk değerinin arttığına ulaşılmıştır. Çalışma, küçük bir nikel ilavesinin M-Ö bileşenlerinin ve İF'in oluşumunu önemli ölçüde etkilediğini ortaya koymuştur; bununla birlikte, yüksek mukavemetli düşük alaşımlı çeliğin beynitik mikro yapısı üzerinde belirgin bir etki gözlenmemiştir. Ayrıca simüle edilmiş KTIEB'nin $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de darbe tokluğu, daha fazla İF ve daha az M-Ö bileşeni içeren ince taneli mikro yapı nedeniyle artan Ni içeriği ile arttığı sonucuna varılmıştır [69].

Kim ve arkadaşları %9 nikel elementi içeren kaynak metalinin darbe tokluğunu araştırmıştır. Kaynak metali darbe tokluğu $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 25–55 J değerlerindeki nikel oranının artmasıyla tokluk değeri artış göstermiştir. Nikel oranı %16,6 iken aynı sıcaklıkta 118 J değerine ulaşmıştır [70].

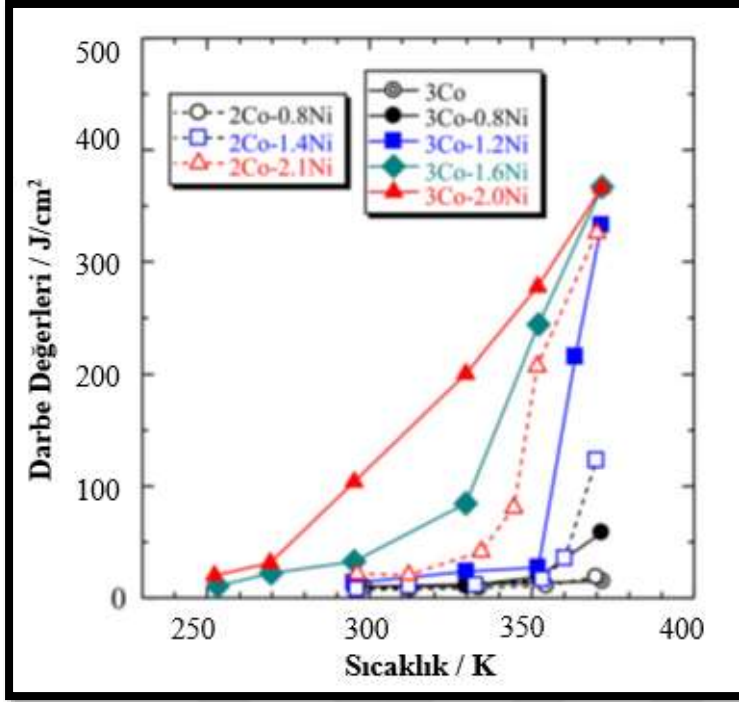
Pratomo ve arkadaşları $920\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta normalize edilmiş düşük alaşımlı Cr-Mo dökme çelik üzerine nikel ilavesinin araştırılmasını sunmaktadır. Bu çalışmada, Fe-1,0Mn-0,8Cr-0,4Mo dökme çeliğe ağırlıkça yaklaşık %0,3, 0,5 ve 1,0 oranında Ni ilavesi yapılarak, mikroyapı özelliklerine nikel ilavesinin mekanik özellikler arasındaki durumu değerlendirmek için çekme, sertlik ve Charpy darbe testleri yapılmıştır. Sonuçlar, nikelin alaşımlar üzerinde ağırlıkça %0,3'ten 1,0'a yükseltilmesinin, darbe tokluğundan ödün vermeden mukavemeti iyileştirdiğini göstermektedir. Şekil 4.3'de (a) %0,3 Ni, (b) %0,5 Ni ve (c) %1,0 Ni içeren numunenin SEM görüntülerine yer verilmiştir [71]. Düşük alaşımlı çeliğe Ni ilavesi, tane incelterek östenit stabilitesini arttırmıştır. Dayanımın, Ni ilavesiyle lineer olarak arttığı ve dayanımdaki artışın ferrit matrisi içinde çözülmüş Ni elementinin oluşturduğu katı çözültiden kaynakladığı düşünülmektedir [71].



Şekil 4.3. (a) %0,3 Ni, (b) %0,5 Ni ve (c) %1,0 Ni içeren numunenin SEM görüntüleri [71]

Bir diğer çalışmada 6 mm kalınlığındaki yüksek mukavemetli bir çelik ile kaplama tabakası olarak nikel alaşımlı teller kullanılarak kaynaklanmıştır. Kaynaklı bağlantının mikroyapıları ve darbe deneyi sonuçları da değerlendirilmiştir. Kaynaklı birleştirmenin çekme numuneleri kaynakta kırılır, dayanımlarını arttırmak için nikel kaplama denenmektedir. Nikel alaşımlı tabakanın kırılma mukavemeti 809 MPa'dır ve geleneksel lazer ark hibrit kaynaklı bağlantının kırılma mukavemeti 1149 MPa'dır. Geleneksel lazer ark hibrit kaynaklı bağlantının düşük sıcaklık tokluğu ($-40\text{ }^{\circ}\text{C}$) 6,2 J'dir. Lazer dolgulu kaplamalı prefabrike kaynaklı bağlantıların düşük sıcaklık tokluğu ($-40\text{ }^{\circ}\text{C}$) 40,8 J'ye yükselmiştir ve bu, kaynaklı bağlantının düşük sıcaklık tokluğunu iyileştirmek için etkili bir yöntem olduğu sonucuna ulaşılmıştır [72].

Yapılan bir başka çalışmada ise Ni içeriğinin beynit morfolojisi ve düşük karbonlu özel çubuk kalite çeliklerin mekanik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmaktadır. Mikroyapıda nikelin ferrit ve perlit fazlarının dönüşüm kinetiğini yavaşlattığı, beynit ve martensit oluşumu lehine hareket ettiği tespit edilmiştir. Düşük karbonlu beynitik çeliklerde Ni, üst beynit genişliğinde alt beynit oluşumunu da desteklemektedir. %0,03 ve %0,70 gibi daha düşük Ni içeriğine sahip çeliklerin mikroyapıları çoğunlukla beynitik ferrit paketlerinin sınırlarında çökeltilmiş alaşımlı karbür kümeleri ile üst beynitten oluşmaktadır. Sert karbür kümeleri, çatlakların yayılmasını kolaylaştırarak ve çeliklerin tokluğunu azaltarak gerilim yükselticiler olarak hareket eder. Daha yüksek Ni, %1,40 ve %2,75 ile çalışılan diğer iki çelik, sırasıyla üstün sertleşebilirlik ve düşük beynit ve martensitin baskın mikroyapılarını göstermiştir. Alt beynit ve martensitten oluşan çelikler, daha rafine mikroyapıları ve alaşımlı karbürlerin çelik matrisinde homojen dağılımı nedeniyle üst beynitli çeliklere göre daha yüksek tokluğa sahip olduğu sonucuna ulaşılmıştır [73]. Şekil 4.4'de farklı Co ve Ni oranları içeren çelik için test sıcaklığı ile Charpy darbe değerlerindeki değişim grafiği yer almaktadır [73].



Şekil 4.4. Farklı Co ve Ni oranları içeren çelik için test sıcaklığı ile Charpy darbe değerlerindeki değişim grafiği [73]

You ve Hong çalışmalarında, Fe-Ni alaşımlarının farklı oranlardaki nikel ilavesi sonucunda yoğunlaştırma mekanizması ve mikroyapı değişimlerini araştırmışlardır. Bu araştırma yapılırken farklı sinterleme yöntemi kullanılarak nikelin difüzyon hızı ve element dağılım haritası da incelenmiştir. Farklı sinterleme yöntemleri kullanıldığında nikel elementi Fe-Ni alaşımlarında yoğunlaştırmayı desteklemiş ve tane büyümesini engellemiştir. Ağırlıkça %5 Ni ilavesi ile alan destekli sinterleme yöntemi kullanılarak neredeyse tamamen yoğunlaştırılmış bir Fe-Ni alaşımı elde edilmiştir. Element dağılım haritasına bakıldığında ise nikel, alan destekli sinterleme tekniği ile üretilen numunede tane sınırları boyunca mevcuttur. Difüzyon çifti deneyinde, alan destekli sinterleme tekniği ile üretilen numunenin tane sınırları boyunca nikelin difüzyonunu arttırdığını gözlemlenmiştir. Alan destekli sinterleme tekniğindeki mekanik basınçla birlikte elektrik akımının, tane sınırları boyunca nikelin difüzyonunu desteklediğini ve bunun da bastırılmış tane büyümesi ile yoğunluğun arttığı gözlemlenmiştir [74].



5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Malzeme

Deneysel çalışmalarda yüksek karbonlu toz çelik numuneler üretmek amacıyla, elektroliz yöntemi ile üretilmiş saf demir tozlara (Nanokar marka %99,99 saflıkta 5 µm boyutlu) karbon ilavesi olarak ağırlıkça %1,2 doğal grafit tozları (Alfa Aesar marka %99,99 saflıkta 74 µm boyutlu) ve ağırlıkça %0,5-1-2-5 oranlarında nikel tozları (Alfa Aesar marka %99,9 saflıkta 3-7 µm boyutlu) ilave edilerek toz karışımlar hazırlanmıştır. Ayrıca karışım tozların akıcılığını ve kalıp içinde sıkıştırılabilirliğini kolaylaştırmak için %0,5 Zn Stearat yağlayıcı olarak kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan tozların uygun kimyasal bileşiminin hassas ağırlıklarını belirlemek amacıyla Resim 5.1'de gösterilen 10^{-4} g hassasiyetine sahip elektronik hassas terazi kullanılmıştır.



Resim 5.1. 10^{-4} g hassasiyetine sahip elektronik hassas terazi

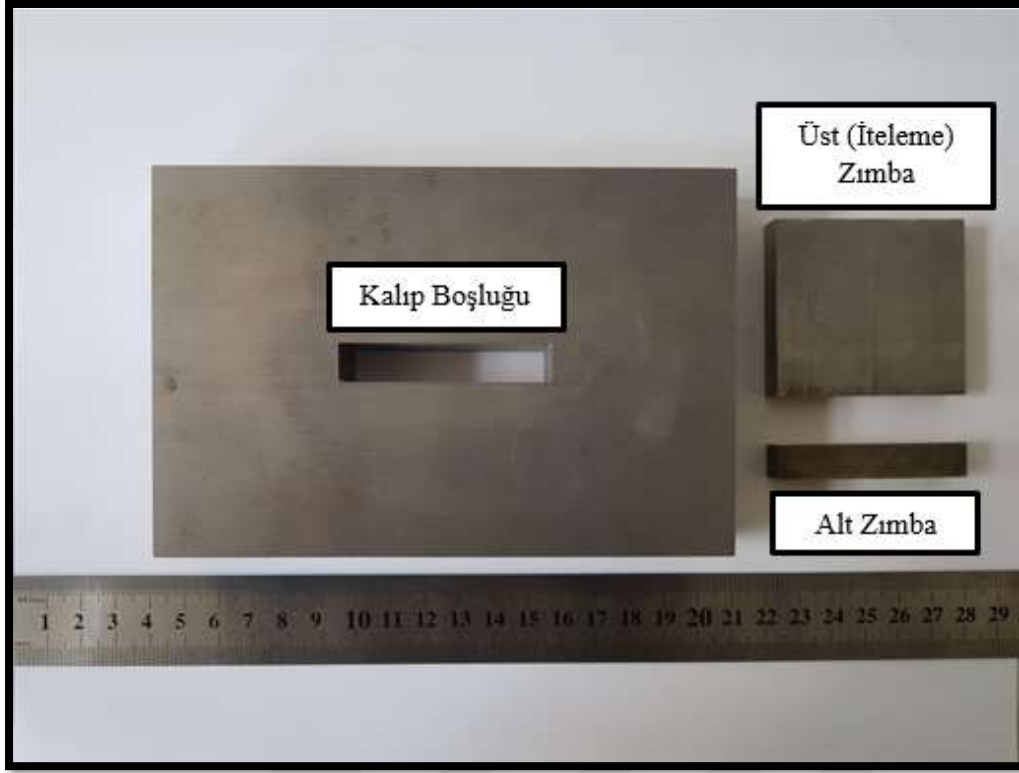
5.2. Presleme

Homojen bir şekilde karıştırılmış olan tozlar darbe kalıbında Resim 5.2’de gösterilen tek etkili hidrolik presleme cihazında oda sıcaklığında 700 MPa basınçta preslenmiştir. TS-EN-ISO-5754 standardına uygun olarak numuneleri şekillendirmek için Resim 5.3’de gösterilen darbe kalıbı kullanılmıştır. TS-EN-ISO-5754 standardına göre $5 \times 10 \text{ mm}^2$ kesitine sahip numunelere çentiksiz darbe deneyi yapılmasına izin verilmiştir. Numune kalınlığının 5 mm olarak ayarlanmasının nedeni, tek yönlü presleme sırasında karıştırılmış olan tozlardan daha homojen bir yoğunluk elde edilmesi içindir. Darbe deneyi yapılacak olan numunelere çentik açılmadan deney yapılmıştır.



Resim 5.2. Sıkıştırma işlemi yapılan tek eksenli hidrolik presleme cihazı

Darbe kalıbının boşluğuna öncelikle Resim 5.3’de gösterilen alt zımba yerleştirilmiştir. Daha sonra belirli oranlarda ölçülüp karıştırılan tozlar kalıp boşluğundan içeriye dökülmüş ve aynı pozisyonda iken iteleme zımbası kalıp boşluğuna yerleştirilip dikkatli bir şekilde itelenmiştir. Kalıp presleme cihazına yerleştirilmiş ve presleme cihazının PLC kontrol bölümünden presleme zımbasının ilerleme hızı belirlenerek 700 MPa presleme basıncında toz karışım numunenin presleme işlemi yapılmıştır.



Resim 5.3. Mikroyapı incelemesi ve darbe deneyleri için kullanılan kalıp

Presleme işlemi sonrasında alt zimba kalıptan çıkartılmış ve kalıptan üretilen numunenin çıkması için boşluk oluşmuştur. Daha sonra iteleme zımbasına tekrar basınç uygulayarak oluşturulan boşluktan üretilen numunenin çıkması sağlanmıştır. Presleme işlemi sonrasında darbe kalıbından numunelerin daha kolay çıkarılabilmesi, presleme aşamasında numunelerde elastik salınım sonucunda çatlak oluşmaması ve kalıp ömrünün uzaması için karışım tozlar eklenmeden önce %10 etanol içerisinde seyreltilmiş Zn Stearat, bir fırça yardımı ile kalıp duvarları ve zımbalara yağlayıcı olarak uygulanmıştır.

5.3. Sinterleme

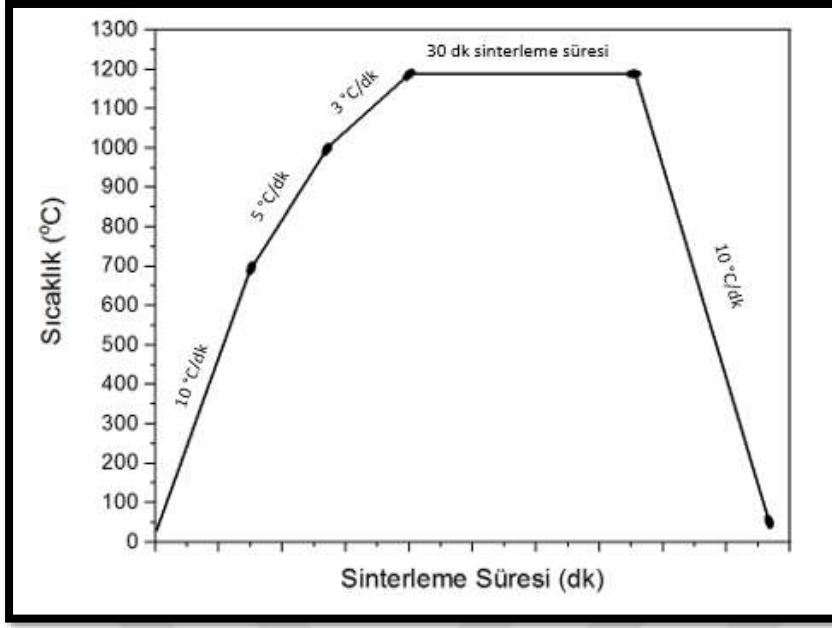
Preslenen numunelerin sinterlemesi, Resim 5.4' de gösterilen yatay yüksek sıcaklık SFL (sc 1206 model) marka fırınında gerçekleştirilmiştir. Vakum ortamında, sinterleme fırınına uygun olan 60 x 2,5 x 900 mm³ ölçülerindeki alümina tüp içerisinde 1200 °C sıcaklıkta 30 dakika bekletilerek sinterleme işlemi yapılmıştır. Sinterleme fırınında, alümina tüpe bağlı Resim 5.4'de gösterilen Rotary Vane VRD-4 marka maksimum 5x10⁻² Pa vakum yapabilen

vakum pompası kullanılmıştır. Numunelerin tüp içerisinde yer alacağı homojen sıcaklık bölgesi ısıl çiftle ayarlanmıştır.



Resim 5.4. Vakumlu sinterleme fırını

Sinterleme programı 600 °C'ye kadar 10 °C.dk⁻¹ ısıtma hızı, 600 °C' de 1 dakika bekletme, 600 °C'den 1000 °C'ye kadar 5 °C.dk⁻¹ ısıtma hızı, 1000 °C'de 1 dakika bekletme, 1000 °C'den 1200 °C'ye kadar 3 °C.dk⁻¹ ısıtma hızı, 1200 °C sıcaklıkta 30 dakika bekletme ve 10 °C.dk⁻¹'lik soğutma hızı seçilmiştir. Sinterleme işlemi yapılacak olan bütün numuneler için aynı program ayarlanmıştır. Şekil 5.1' de sinterleme işlemi için uygulanmış sıcaklık programının şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 5.1. Sinterleme de kullanılan ısıl çevrim grafiği

5.4. Yoğunluk Ölçümleri

Presleme ve sinterleme işlemleri sonrasında numunelerin yoğunluk hesaplamaları yapılmıştır. Presleme sonrasında hesaplanan yoğunluk ham yoğunluk olarak değerlendirilmektedir. Yoğunluk hesaplamaları Resim 5.5'de gösterilen Arşiment prensibine göre çalışan üzerinde yoğunluk kiti bulunan, 10^{-4} g hassasiyetindeki A&D HR-250AZ marka hassas terazide hesaplanmıştır.



Resim 5.5. Yoğunluk ölçümlerinde kullanılan 10^{-4} g hassasiyetindeki Arşiment test ünitesi

5.5. Mikroyapı Analizleri

Sinterleme işlemi sonrasında mikroyapı analizleri için darbe numunelerinin metalografik işlemleri yapılmıştır. Numuneler metalografi işlemleri için Resim 5.6'da gösterilen cihazlarda zımparalama ve parlatma işlemleri yapılmıştır. Zımparalama aşamaları, en kaba zımparadan başlanarak kademe kademe en ince zımparaya gelerek (80-2500 gridlik) tamamlanmıştır. Parlatma işlemi, zımpara işlemi sonrası çiziksiz net bir görüntü alınabilmesi için numunelere 3-1 μm 'lik elmas süspansiyon ile parlatılarak yapılmıştır. Numune yüzeyinden elmas süspansiyonların giderilmesi için numuneler su ve sabun ile yıkanması sonrasında etil alkol sıkıldıktan sonra kurutulmuştur. Parlatma işlemi sonrasında mikroyapı görüntüsü alınabilmesi için her numune %3 oranında hazırlanmış nital çözeltisinde (3 ml HNO_3 -100 ml ethanol) dağlanmıştır. Dağlama süresi her numunede yaklaşık olarak 15 sn olarak belirlenmiştir ve dağlama işlemi sonrasında çözeltinin numune yüzeyinden giderilmesi için su ile yıkayıp, etil alkol ile durulandıktan sonra kurutma işlemi yapılmıştır.

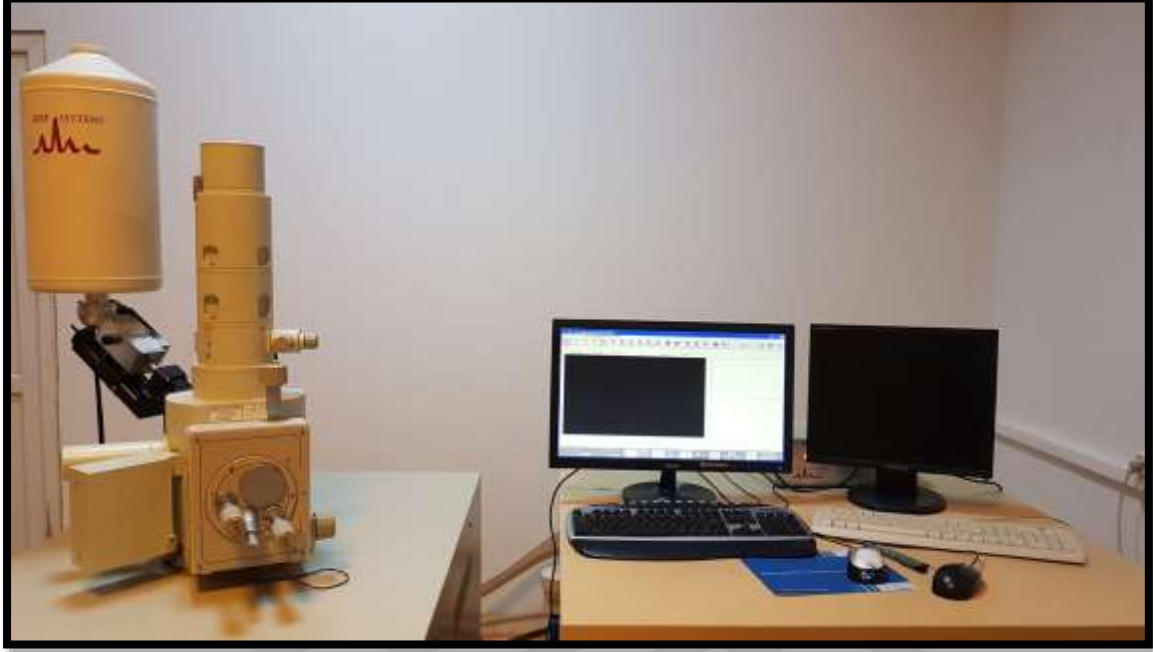


Resim 5.6. Metalografik işlemler için kullanılan zımparalama ve parlatma cihazı

5.5.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Numunelerin mikroyapı incelemelerinde ve darbe deneyi sonrasında kırık yüzeylerin incelenmesinde Resim 5.7'de yer alan G.Ü.T.F. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Bölümü'nde bulunan JEOL JSM-6060LV marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır.



Resim 5.7. JEOL JSM-6060LV model SEM cihazı ve EDS aparatı

5.6. XRD Analizleri

G.Ü.T.F. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Resim 5.8'de yer alan Bruker marka D8 Advanced marka cihaz ile numunelerin X-ışınları kırınımı analizi yapılmıştır. Metalografik olarak hazırlanmış olan numunelere X-ışınları analizi uygulanmıştır. Cihazda $\text{CuK}\alpha$ Prob kullanılarak $\lambda=1,5406$ ve $0,5^\circ/\text{dak}$ tarama hızı ile analiz gerçekleştirilmiştir.



Resim 5.8. XRD analizleri için kullanılan D8 Advance marka cihazın görüntüsü

5.7. Mekanik Özellikler

5.7.1. Sertlik ölçümleri

Metalografik işlemlerden sonra hazır olan numunelerin sertlik ölçümleri yapılmıştır. Bu çalışmada farklı oranlarda eklenmiş olan Ni ilavesinin mikroyapıdaki değişimi ile sertlik değerlerine etkisi araştırılmıştır. Numunelerin sertlik ölçümü yapılırken makrosertlik ölçüm metodu uygulanmıştır. Sertlik ölçümleri, G.Ü.T.F. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Resim 5.9'da gösterilen DURAVISION 2000 EMCO marka sertlik ölçüm cihazında, 2 kg yük kullanılarak (HV2) makro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Numunelerin sertlik ölçümleri en az beş farklı noktadan yapılarak ölçüm sonucu elde edilmiştir ve bu sonuçların aritmetik ortalaması alınarak sertlik sonuçları belirlenmiştir.



Resim 5.9. DURAVISION 2000 EMCO marka sertlik ölçüm cihazı

5.7.2. Darbe deneyi

TS EN ISO 5754 standartlarına uygun hazırlanan numunelerin darbe testleri, G.Ü.T.F. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Resim 5.10'da gösterilen Instron-Wolpert marka darbe test cihazında yapılmıştır. Numunelerin kırılması için 300 J kapasiteli çekiç kullanılmıştır.



Resim 5.10. Instron-Wolpert marka darbe test cihazı

Darbe geçiş sıcaklığını inceleyebilmek için G.Ü.T.F. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Resim 5.11'de yer alan Jinan Hensgrand Instrument Co. marka DWC-80 model soğutma kabini kullanılarak darbe deneyleri farklı sıcaklıklarda da yapılmıştır. GB/T229-1994 "Charpy Çentikli Çubuk Darbe Testi Yöntemi" ulusal standartlarına uygun olan bu cihaz kompresör soğutma tekniği ile düşük sıcaklık darbe testi için numune soğutma ve ısı koruma özellikleri sayesinde kullanılabilir. +40 °C'deki yüksek sıcaklık testi için ise sarmal yapıda rezistans içerisine yerleştirilen numunelerin lazer termometre kontrollü darbe tokluk testleri gerçekleştirilmiştir. Resim 5.12'de numunelerin test öncesi sıcaklıklarının kontrolü için kullanılan lazer termometre yer almaktadır. Deneysel çalışmada, her parametre için en az 3 numune üretilmiş ve darbe deneyleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçların ortalaması alınarak test sonuçları belirlenmiştir.

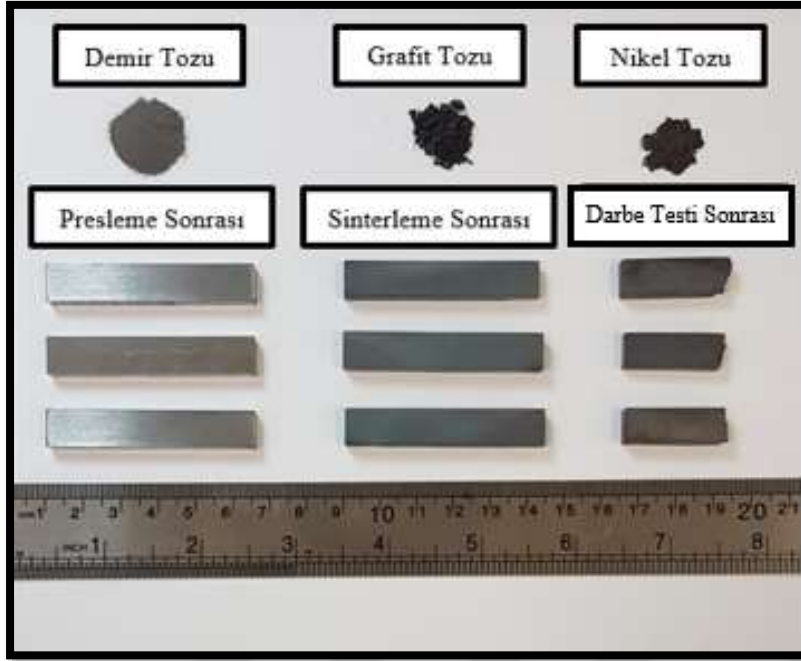


Resim 5.11. Jinan Hensgrand Instrument Co. marka DWC-80 model soğutma kabini



Resim 5.12. Sıcaklık kontrolü için kullanılan lazer termometre

Resim 5.13’de deneysel çalışmalarda kullanılan tozların (Fe-C-Ni), numunelerin presleme-sinterleme sonrası ve darbe testi sonucunda kırılmış olan numunelerin görselleri yer almaktadır.



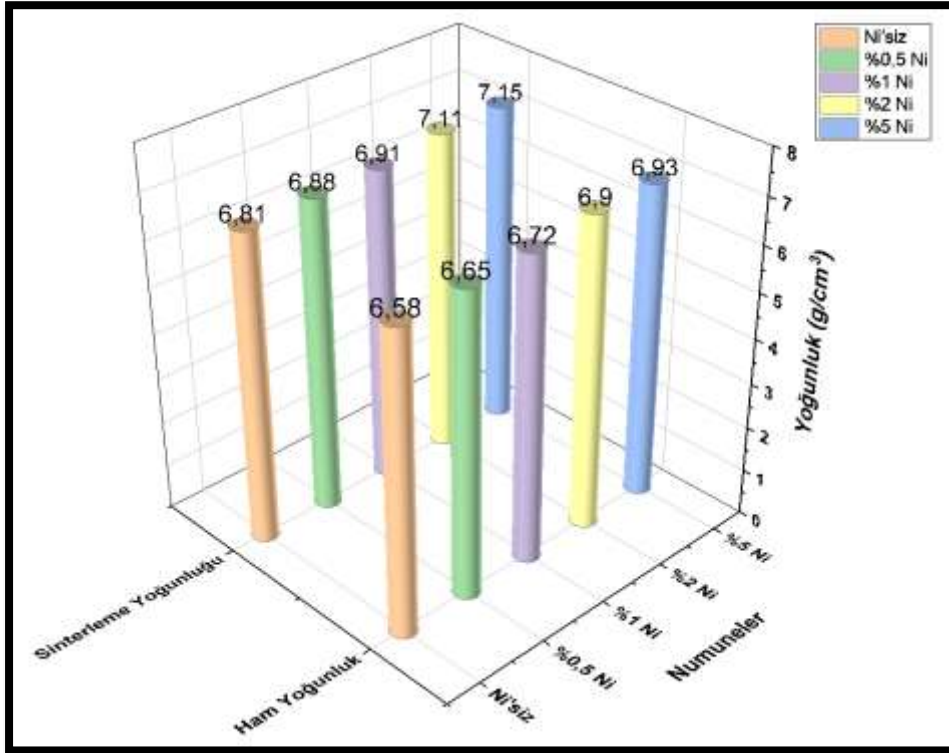
Resim 5.13. Deneysel çalışmalarda kullanılan tozların (Fe-C-Ni), numunelerin presleme-sinterleme sonrası ve darbe testi sonucunda kırılmış olan numunelerin görselleri

6. DENEYSEL SONUÇLAR

6.1. Yoğunluk Değeri Sonuçları

Deneysel yöntemler bölümünde anlatıldığı gibi hazırlanan numunelerin presleme sonrası (ham) yoğunluk ve sinterleme sonrası yoğunluk sonuçları hesaplanmıştır.

Homojen bir şekilde karıştırılmış olan tozların, tek eksenli presleme cihazı ile oda sıcaklığında 700 MPa basınç altında preslenmesi ile numuneler üretilmiştir. Presleme sonrası üretilen numunelerin ham yoğunlukları, 5×10^{-2} Pa vakum ortamında sinterlenmiş olan numunelerin sinterleme yoğunlukları ile kıyaslandığında sinterleme yoğunluğunda artış görülmektedir. Şekil 6.1 'de üretilen numunelerin presleme sonrası ham yoğunluk ve sinterleme yoğunluğuna yer verilmiştir. Çizelge 6.1'de numunelerin sinterleme sonrası yoğunlaşma oranlarına yer verilmiştir. Numunelere ilave edilen nikel alaşım elementinin artması ile yoğunluk değerlerinde artış söz konusudur. Geleneksel TM yöntemi ile üretilen yapılan malzemelerde gözeneklilik söz konusudur. Gözeneklerin varlığı üretilen numunelerin yoğunluğunun teorik yoğunluktan düşük olmasına sebep olmaktadır.



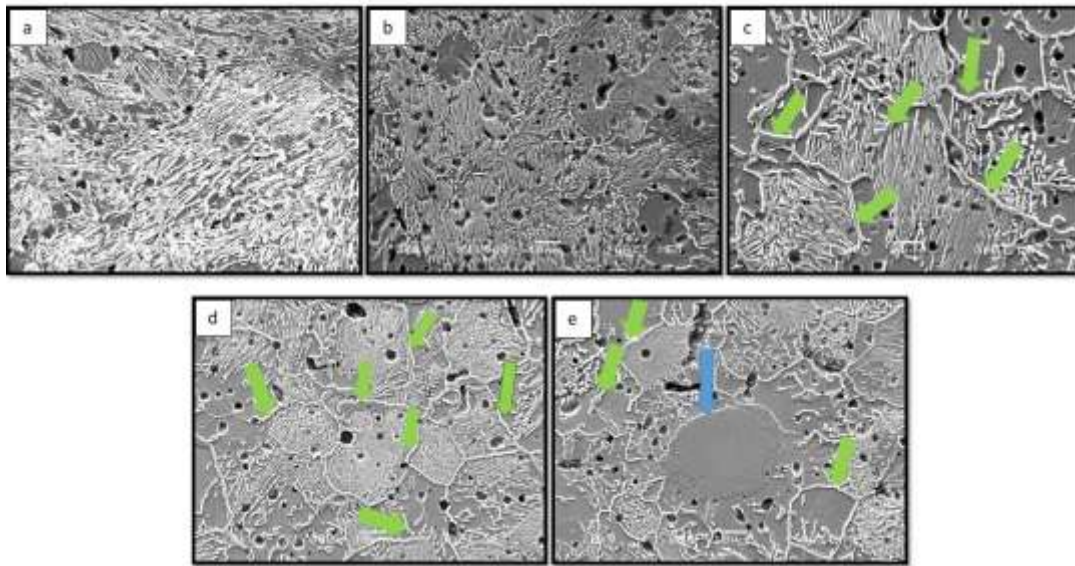
Şekil 6.1. Üretilen numunelerin ham yoğunluk ve sinterleme yoğunlukları

Çizelge 6.1. Numunelerin sinterleme sonrası yoğunlaşma oranları

Numune	Ni'siz	%0,5 Ni	%1 Ni	%2 Ni	%5 Ni
Yoğunlaşma Oranı (%)	87	88,2	88,5	91,1	91,6

6.2. SEM Mikroyapı Sonuçları

Deneysel çalışmalar bölümünde bahsedildiği gibi bütün numunelerin vakum ortamında 1200 °C sıcaklıkta ve 30 dakika süre ile sinterleme işlemleri yapılmıştır. Saf demir tozuna ağırlıkça %1,2 oranında grafit ilave edilmesi ile üretimi yapıldıktan sonra sinterlenen numunenin mikroyapı görüntüsünde Şekil 6.2.(a)' da görüldüğü gibi tipik lamelli perlit yapıları gözlemlenmiştir. Çeliklere ilave edilen alaşım elementleri kısmında nikel elementinin mikroyapıya olan etkisinden de bahsedilmiştir. Nikel östenit bölgesini genişleterek ferrit bölgesini daraltır ve östenit dengeleyici özelliğe sahiptir [58]. Şekil 6.2'de sırasıyla (b) %0,5 Ni, (c) %1 Ni, (d) %2 Ni ve (e) %5 Ni ilavesi yapılan numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri yer almaktadır. Şekil 6.2' de görüldüğü gibi nikelin yapı içerisinde artması ile perlit koloni boyutlarının azaldığı gözlemlenmiştir. Şekil 6.2'de Ni oranının artışıyla NZA'nın arttığı (ok işareti ile gösterilmiş) açıkça görülebilir. Bu bölgelerin YMK yapıya dönüşümünden ve muhtemelen C atomlarını daha fazla çözmesinden dolayı perlit koloni oranlarının Ni ilavesi ile azaldığı düşünülmektedir.

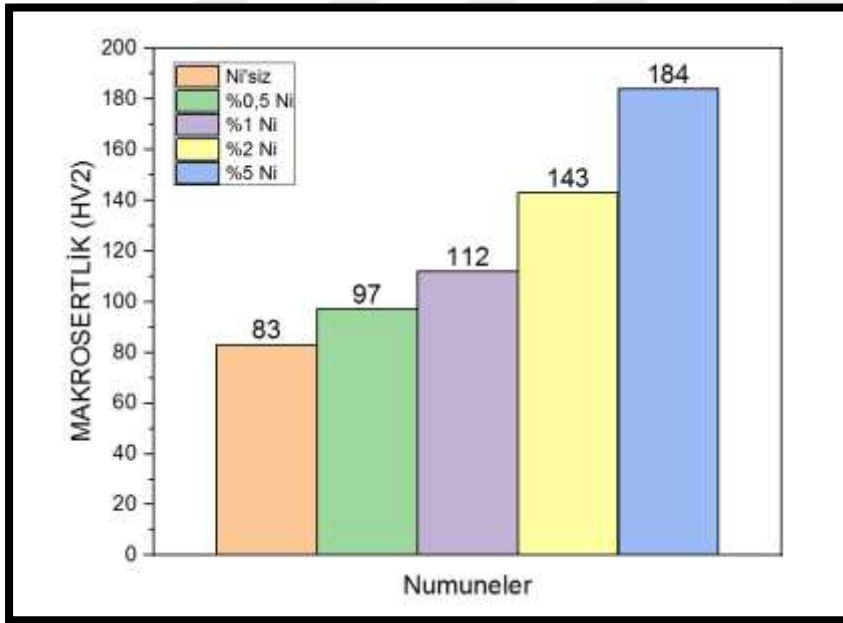


Şekil 6.2. Farklı oranlardaki Ni ilavesi ile üretilen toz çeliklerin SEM mikroyapı görüntüleri: (a) Ni'siz toz çelik, (b) %0,5 Ni, (c) %1 Ni, (d) %2 Ni, (e) %5 Ni

6.3. Sertlik Test Deęeri Sonuları

Farklı Ni oranlarına sahip numunelerin aynı koşullar altında HV2 ile makro sertlik deęerleri ölçülmüştür. Ni oranının artması ile numunelerde NZA'nın da arttığı gözlemlenmiştir. Ni ilavesiz haldeki toz metal çeliğın sertlik deęeri 83 HV2'den Ni'in oranının artması ile ağırlıkça %5 Ni içeren numunenin sertlięi 184 HV2'ye kadar artmıştır. Ağırlıkça artan Ni oranı ile numunelerdeki sertlik deęerlerinin deęişimi Şekil 6.3'te yer almaktadır.

Şekil 6.2'de yer alan SEM mikroyapılarında ilave edilen Ni oranının artması ile yapıda bulunan birincil sementit aęları belirginleşmiş ve bu aęlar yeşil ok işareti ile gösterilmiştir. Birincil sementit aęlarının belirginleşmesinin yanı sıra perlit lamellerinin boyları kısalmış ve NZA artmıştır. Aynı zamanda NZA katı eriyik fazı olarak düşünülebilir. Bu katı eriyik fazı stokiyometrik (kararlı) olmayıp, arafaz gibi davranış gösterebilir. Bu nedenle de sertlik deęerlerinde artış gözlemlenmiştir. Şekil 6.3'de farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin makrosertlik (HV2) deęerlerinin grafięi yer almaktadır.



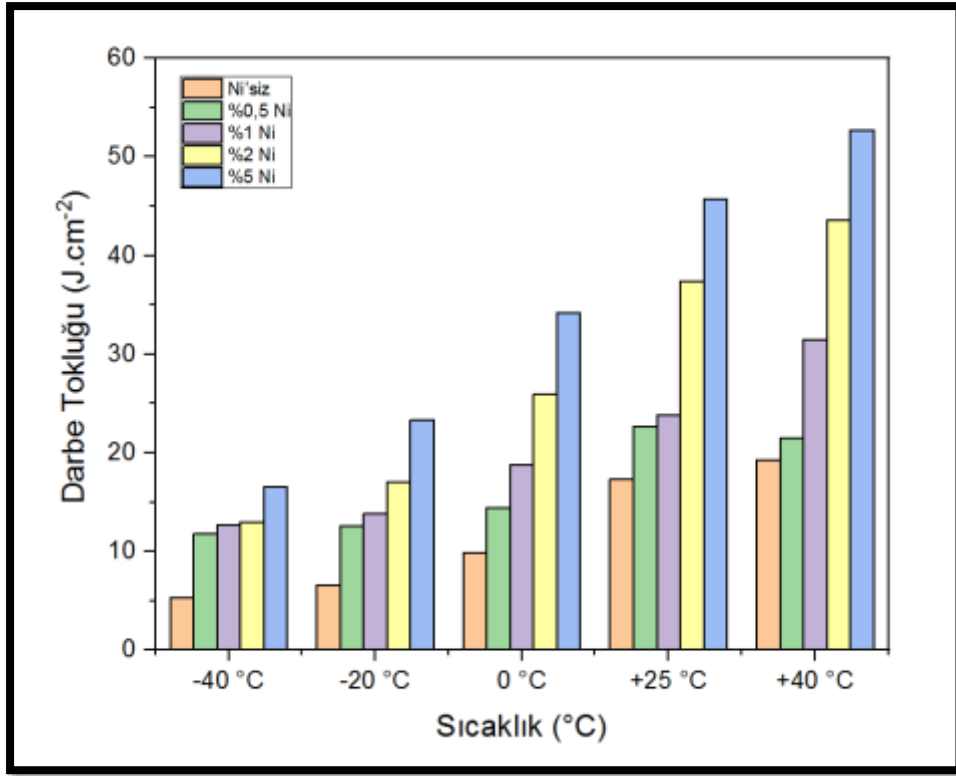
Şekil 6.3. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin makrosertlik (HV2) deęerlerinin grafięi

6.4. Darbe Test Sonuçları

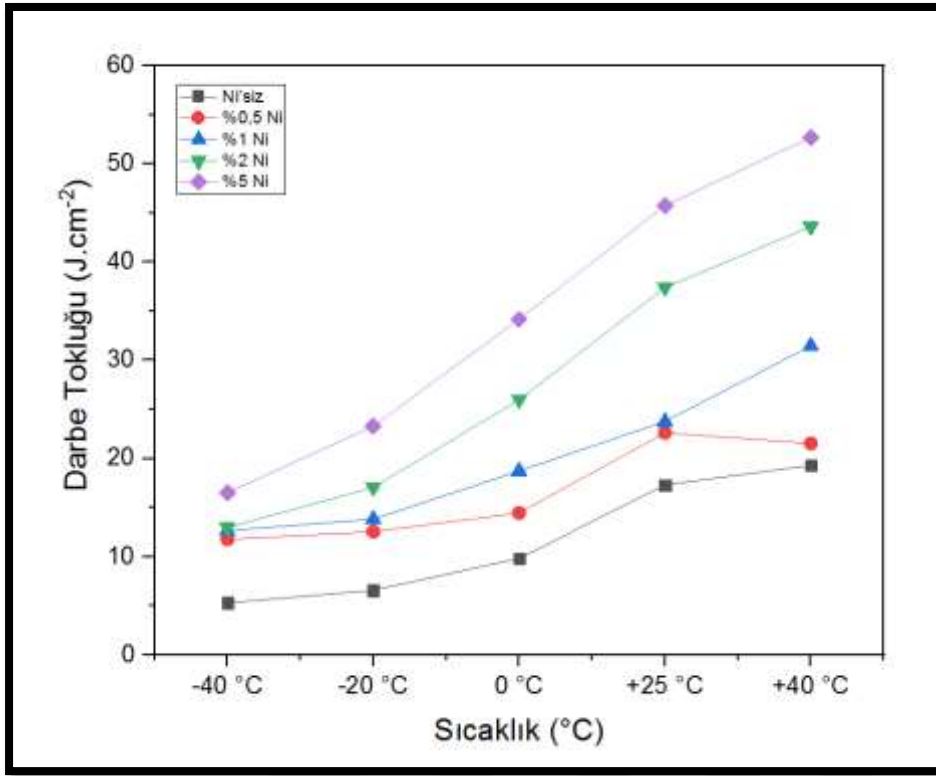
Deneysel çalışmalar bölümünde anlatıldığı gibi toz numuneler için uygun olan standartlarda üretilen toz metal numunelerin testleri yapılarak Çizelge 6.2 ve Şekil 6.4' de yer alan darbe tokluğu değerleri hesaplanmıştır. Bu çalışmada Ni ilavesinin artması ile tüm sıcaklıklarda (-40, +40 °C) numunelerin darbe tokluk enerjileri artış göstermiştir. Tüm numunelerde darbe tokluk değerleri ortam sıcaklığının artışı ile artmıştır. Malzemeler her zaman oda sıcaklığı şartlarında kullanılmamaktadır. Bazen sıfırın altı sıcaklıklarda bazen oda sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda kullanılmaktadır. Bu nedenle bu çalışmada kullanımı mümkün olan -40 ve +40 °C sıcaklık aralığı seçilmiştir. Çizelge 6.2 ve Şekil 6.4'de de görüldüğü gibi en düşük tokluk değeri -40 °C'de Ni ilavesiz numunede 5,30 J. cm⁻² olarak gerçekleşirken, bu değer aynı numunede +40 °C'de en fazla 19,30 J.cm⁻² olarak gerçekleşmiştir. Ni ilavesi ile bu değer +40 °C'de 52,70 J.cm⁻² 'e kadar artmıştır. YMK kristal yapıların yoğun kayma düzlem ailesinin ve koordinasyon sayısının fazla olması nedeniyle bu çalışmada olduğu gibi YMK, NZA'da özellikle dinamik yüklerde ikizlenme deformasyon mekanizması olmaksızın daha düşük kayma gerilmesine sahip olduğundan süneklik değerlerin artışına katkıda bulunur. Bu durum YMK sisteminde {111} ailesi ile <110> doğrultu ailesinde daha etkindir. Bu nedenle darbe direncinin YMK kristal yapıları malzemelerde yüksek çıkması beklenen bir durumdur. Aynı zamanda YMK kristal yapıların düşük sıcaklıklarda bile yüksek darbe direncine sahip olduğu da bilinmektedir. Bu çalışmada aynı sıcaklıklar içinde numunelerin darbe dirençleri yeniden dikkate alındığında Ni ilavesiz numuneye göre %5 Ni ilaveli numunelerin darbe dirençleri -40 °C, -20 °C, 0 °C, +25 °C, +40 °C sıcaklıklardaki artış oranları sırasıyla %311, %354, %347, %264, %273 oranında gerçekleşmiştir. Farklı sıcaklık parametrelerinde (-40, -20, 0, +25, +40) darbe deneyi yapılarak Şekil 6.5' de yer alan darbe geçiş sıcaklığı grafikleri elde edilmiştir.

Çizelge 6.2. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin darbe tokluk değerleri ($J.cm^{-2}$)

Darbe Tokluk Enerjisi ($J.cm^{-2}$)	-40 °C	-20 °C	0 °C	+25 °C	+40 °C
<u>Ni'siz</u>	5,30	6,57	9,83	17,30	19,30
<u>%0,5 Ni</u>	11,76	12,55	14,45	22,62	21,52
<u>%1 Ni</u>	12,65	13,82	18,73	23,77	31,46
<u>%2 Ni</u>	12,96	17,07	26,00	37,42	43,60
<u>%5 Ni</u>	16,52	23,30	34,20	45,75	52,70



Şekil 6.4. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin darbe tokluk değerlerinin ($J.cm^{-2}$) grafiği

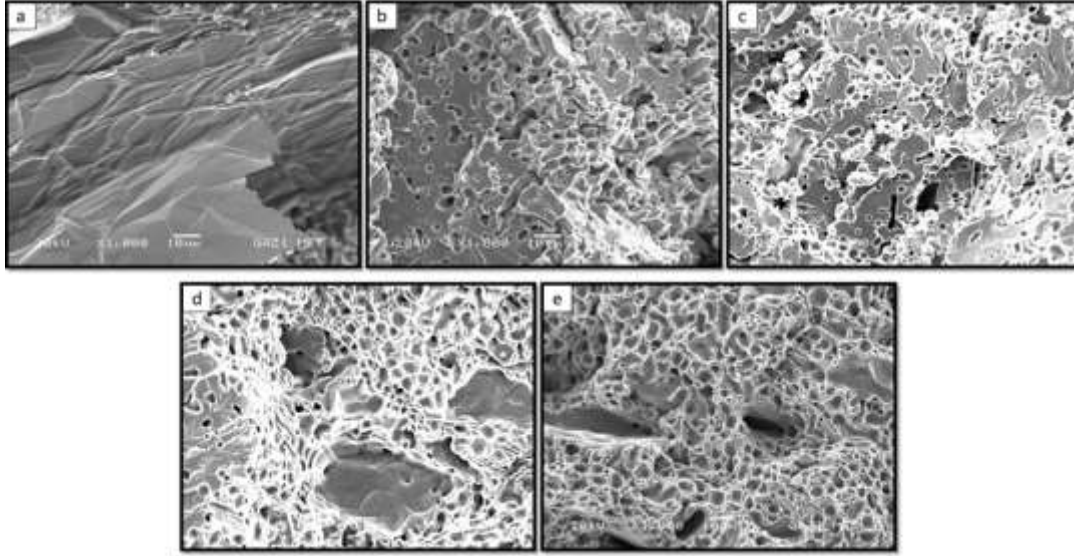


Şekil 6.5. Farklı oranlarda Ni ilave edilerek üretilen toz metal numunelerin darbe tokluk değerlerinin (J.cm⁻²) ve geçiş sıcaklığına ait grafiği

6.5. Kırık Yüzey İncelemesi

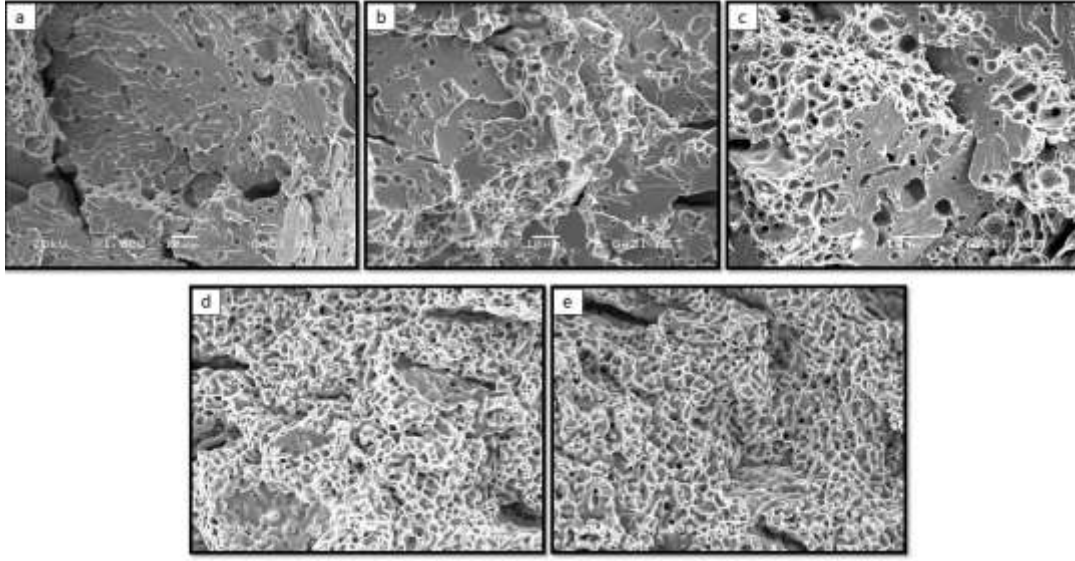
Darbe deneyi sonrası numunelerin kopma yüzeyleri SEM cihazı ile incelenerek kırılma türleri belirlenmiştir. Farklı oranlarda Ni içeren ve farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi kırık yüzeyleri aşağıdaki şekillerde yer almaktadır.

Şekil 6.6'daki Ni ilavesiz numunesi darbe deneyi sonrası kırılma yüzeylerinin SEM mikroyapı görüntülerini incelendiğinde, -40 °C'den +40 °C'ye doğru kırılma yüzeyi gevrek kırılmadan sünek kopmaya doğru ilerlemiştir. Kırılma yüzeylerinden gözlemlenen sonuçlar ile numunelerin darbe tokluk değerlerindeki değerlerin sıcaklık artması ile artışı yorumlanabilir. Sıcaklık arttıkça sünek kopma daha yaygın olurken darbe tokluk değerlerinde de lineer bir artış gözlemlenmektedir. Ni ilavesiz bu numunede, -40 °C'de klivaj kırılma modu tamamen hakimken, test sıcaklığının artışı ile azaldığı görülebilir. Oda sıcaklığında bile kısmen klivaj kırılma modları görülmüştür (Şekil 6.6.d). Tamamen sünek kopma bu numunede 40 °C test sıcaklığında görülmüştür (Şekil 6.6.e).



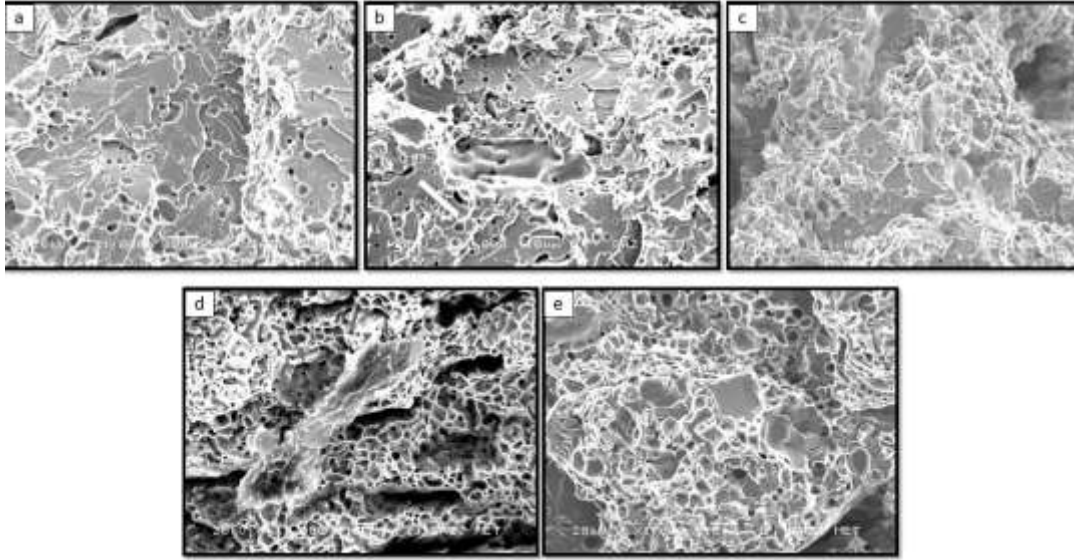
Şekil 6.6. Ni ilavesiz numunenin farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) -40 °C, (b) -20 °C, (c) 0 °C, (d) 25°C, (e) +40 °C

%0,5 Ni ilavesi ile üretilmiş numunenin farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey görüntüleri Şekil 6.7'de yer almaktadır. Ni ilavesiz toz çelik numunesi ile kıyaslandığında -40 °C'deki yüzeyde hafif sünek kopmalar gözlemlenmektedir. Yine sıcaklık artışı ile yapıdaki sünek kopma da artmıştır. Ni elementi ilavesi yapıdaki sünekliği artırarak darbe tokluk değerini de artırmıştır. Ayrıca ilave edilen Ni oranının artışı ile de yapıdaki süneklikte artış göstermiş ve bu da darbe tokluk değerine etki etmiştir. Bu numunede klivaj kırılma modu Ni ilavesinden dolayı en fazla 0 °C'de kısmen görülürken oda sıcaklığında klivaj kırılma yerine tamamen sünek kopma modunun gerçekleştiği söylenebilir (Şekil 6.7.d). Yani Ni ilavesi ile birlikte baskın sünek kopma sıcaklığının azaldığı anlaşılmaktadır. Bu da Ni ilavesi ile birlikte numunelerin daha düşük sıcaklıkla daha fazla tokluk özelliklerine sahip olacağı anlamına gelir.

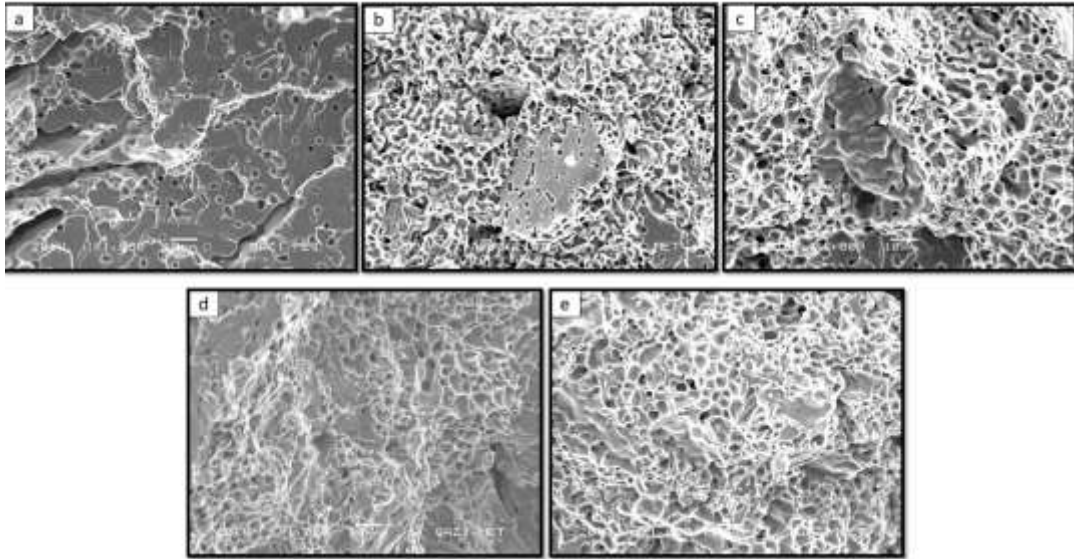


Şekil 6.7. Ağırlıkça %0,5 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) -40 °C, (b) -20 °C, (c) 0 °C, (d) 25°C, (e) +40 °C

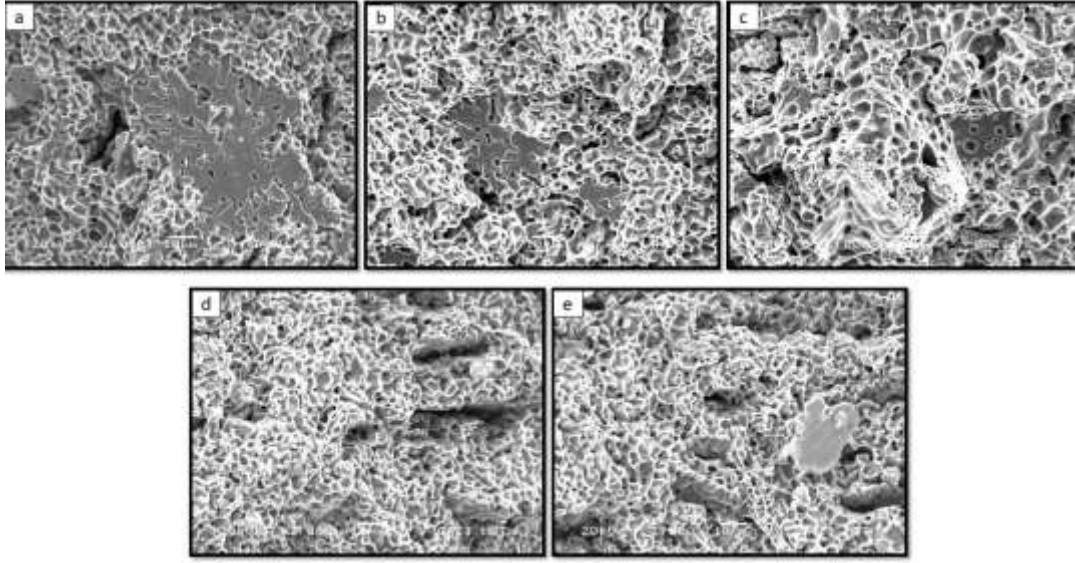
Şekil 6.8-6.10'da sırasıyla görüldüğü gibi Ni ilavesinin daha da artırılması ile birlikte sıfırın altı sıcaklıklarda bile tokluk direncine katkı sağlayan sünek kopma modları belirgin hale gelmiştir. Ancak % 1 ve 2 Ni ilaveli numunelerde özellikle -40 °C sıcaklıkta bile klivaj kırılma halen çok baskınken (Şekil 6.8.a ve Şekil 6.9.a), % 5 Ni ilavesi ile klivaj kırılma modunun önemli oranda azaldığı görülmektedir (Şekil 6.10.a). Sünek kopma modu tüm numunelerde test sıcaklığının artışı ile birlikte Ni ilavesi ile de belirgin olarak artışı söz konusudur. Sünek kopmaya neden olan durum deformasyonla birlikte kaymaya bağlı mikroboşluklanma oluşumu ve bazen de daha düşük deformasyon hızlarında mikroboşlukların birleşip çatlağın başlangıcının teşkil olması gerekir. Böyle kopma için gerekli enerjinin mikroboşluklarla sönmülmesi gerekir. Ardından oluşan çatlakların kesit düzleminden ilerlemesini geciktirmek veya çatlak ilerleme yönünü değiştirmek tokluk direnci bakımından önemlidir. Buna göre bu çalışmada da ilave edilen Ni'in çatlak ilerlemesini geciktirmiş olabileceği düşünülmektedir. Ni oranının yüksek olduğu bölgelerdeki NZA'lar muhtemelen YMK yapıda olduğundan dolayı hem kayma sistemleri daha aktif hem de yoğun atomik düzen klivaj kırılmayı ciddi oranda azalttığı düşünülmektedir.



Şekil 6.8. Ağırlıkça %1 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) -40 °C, (b) -20 °C, (c) 0 °C, (d) 25°C, (e) +40 °C



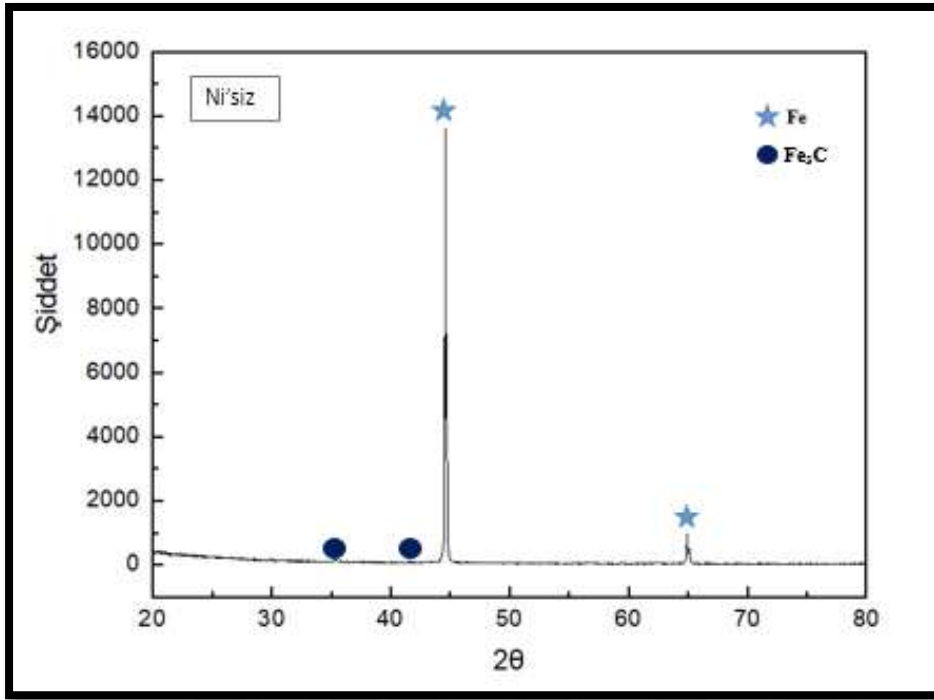
Şekil 6.9. Ağırlıkça %2 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) -40 °C, (b) -20 °C, (c) 0 °C, (d) 25°C, (e) +40 °C



Şekil 6.10. Ağırlıkça %5 Ni farklı sıcaklıklardaki darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları: (a) -40 °C, (b) -20 °C, (c) 0 °C, (d) 25°C, (e) +40 °C

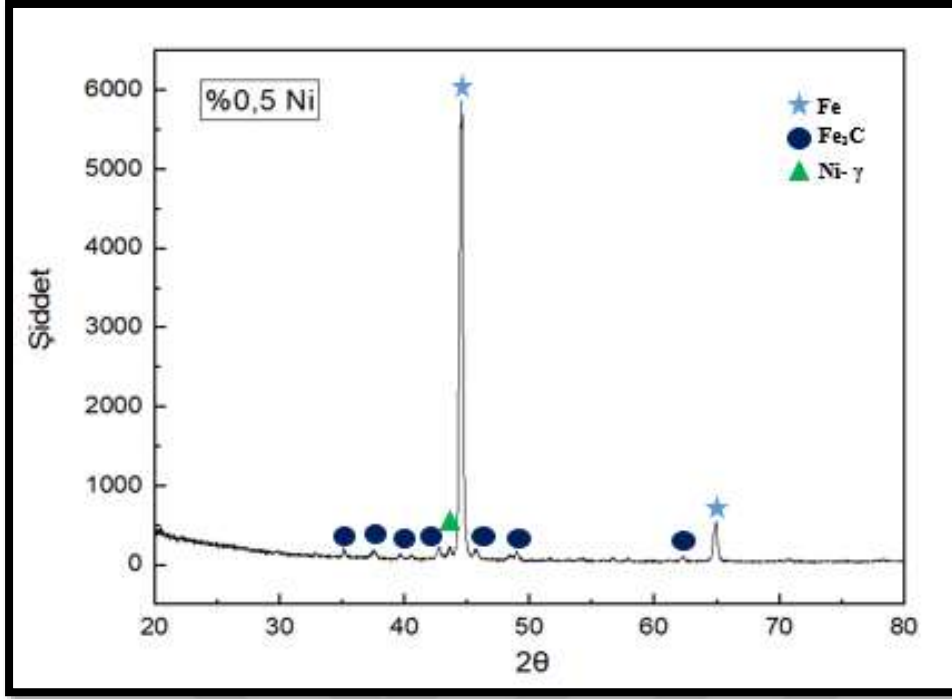
6.6. XRD Analiz Sonuçları

Ağırlıkça %1,2 karbon oranına sahip TM çeliklere farklı miktarlarda Ni ilave edilerek üretilen numunelerdeki çökelen fazların kimyasal etkileşimi sonucunda oluşabilecek fazların yoğunlukları ve türleri XRD analizi ile incelenmiştir. Şekil 6.11’de ağırlıkça %1,2 karbon oranına sahip TM çeliğin XRD grafiği yer almaktadır. Burada 44,60 2 θ açısında en yüksek şiddette (110) düzleminde kübik Fe elementi pik vermiştir, ayrıca 64,67 2 θ açısında Fe (200) düzleminde ikinci pikini vermiştir.

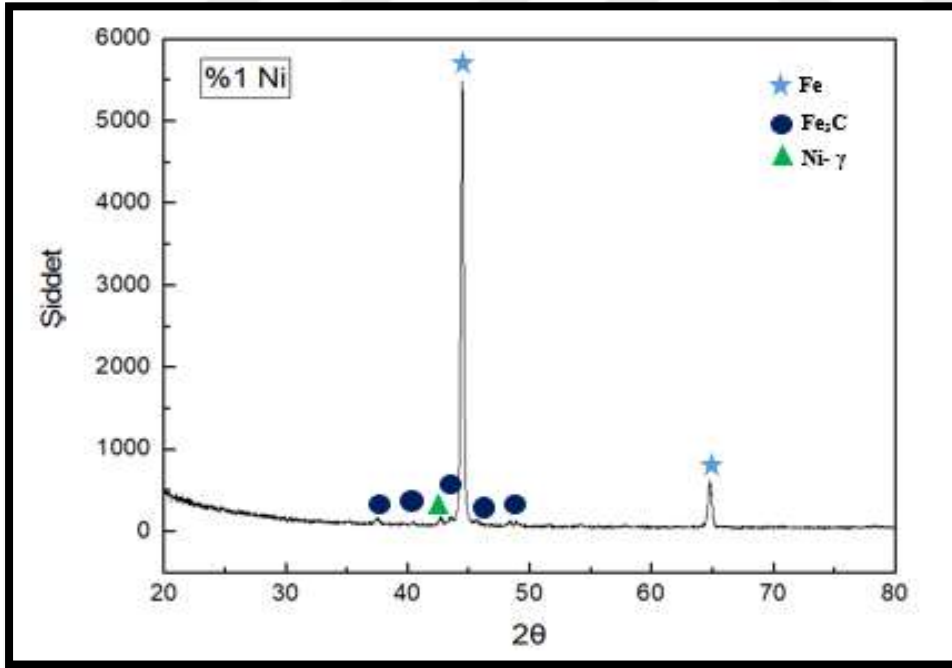


Şekil 6.11. Ni ilavesiz numunenin XRD grafiği

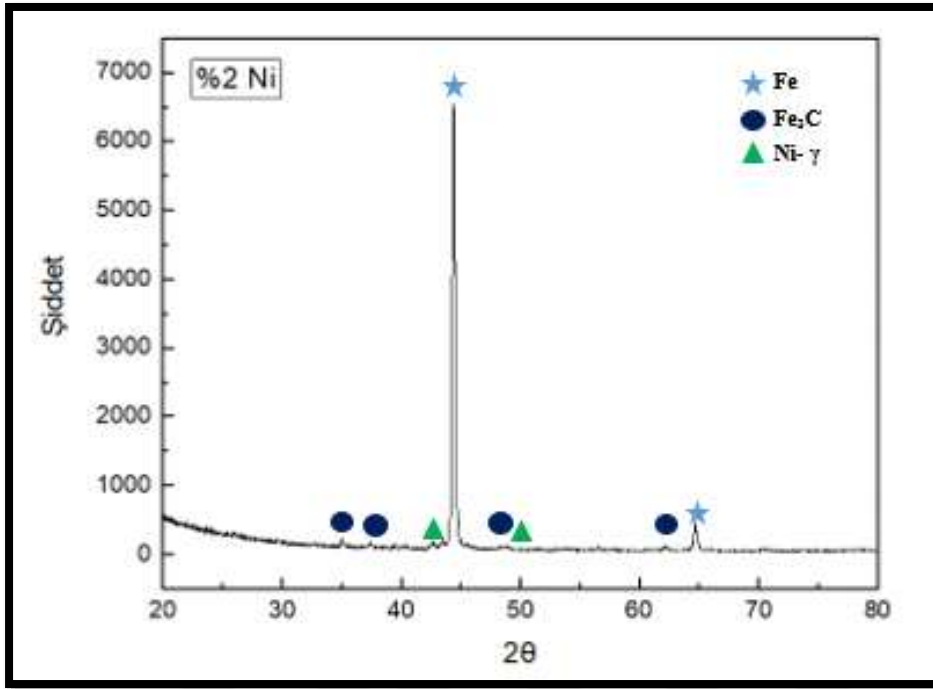
İlave edilen Ni oranının artması ile çökelen fazların ve pik seviyelerinin değiştiği gözlemlenmiştir. Şekil 6.12-6.15’de sırasıyla görüldüğü gibi en yüksek pik şiddetinde (110) düzleminde kübik Fe’den pik alınırken, sayıca fazla olan sementit (Fe_3C) pikleri de yer almaktadır. Ni ilavesinin artması ile sementit piklerinin şiddetinin azaldığı, Ni içeren östenit fazı piklerinin arttığı gözlemlenmiştir.



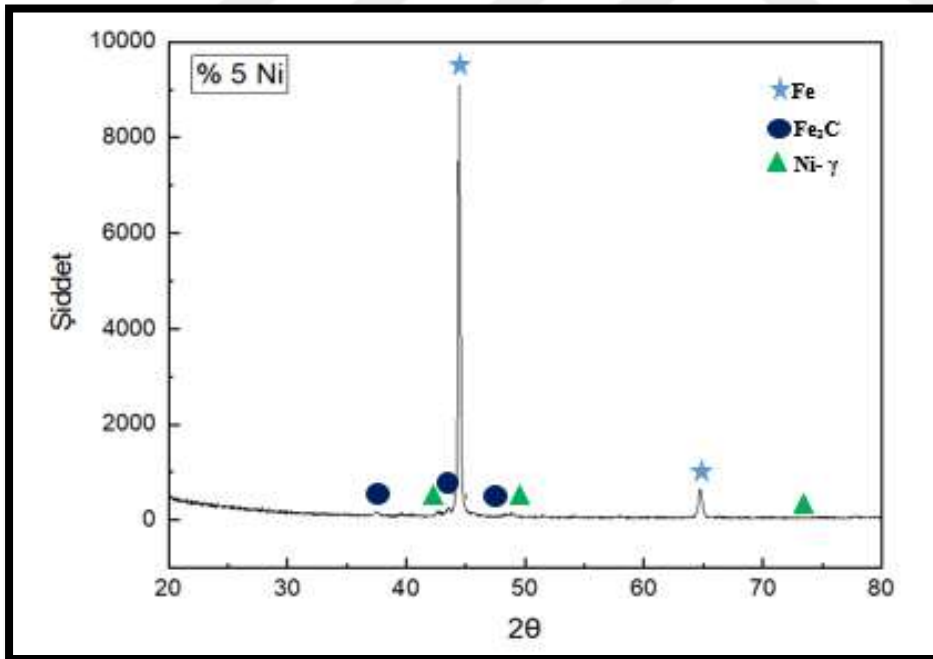
Şekil 6.12. Ağırlıkça %0,5 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği



Şekil 6.13. Ağırlıkça %1 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği



Şekil 6.14. Ağırlıkça %2 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği



Şekil 6.15. Ağırlıkça %5 Ni ilaveli numunenin XRD grafiği



7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

7.1. Sonuçlar

Bu tez çalışmasında TM yöntemiyle ağırlıkça %1,2 karbon içeren çeliğe farklı oranlarda (%0,5-5) Ni ilavesi yapılarak alaşımlı çelikler üretilmiştir. Bunun için TS-EN-ISO-5754 standartlarına uygun presleme kalıplarında tek etkili presleme cihazı ile oda sıcaklığında 700 MPa basınçta %1,2 grafitte farklı oranlarda Ni elementi ilave edilerek şekillendirilmiştir. Şekillendirilen numuneler 5×10^{-2} Pa vakum ortamında sinterlenmiştir. Üretilen bu çeliklerin farklı sıcaklıklardaki darbe tokluk deneyi sonrasındaki darbe geçiş sıcaklıkları mikroyapısal dönüşümleri ile beraber incelenmiştir. Deneysel verilerle elde edilen sonuçlar aşağıda maddelendirilmiştir.

1. Ni ilavesiz , %0,5 Ni, %1 Ni, %2 Ni ve %5 Ni içeren numunelerin ham yoğunluk değerleri sırasıyla 6,58; 6,65; 6,72; 6,90 ve 6,93 g/cm³, sinterleme sonrası yoğunluk değerleri sırasıyla 6,81; 6,88; 6,91; 7,11 ve 7,15 g/cm³ olarak belirlenmiştir.
2. İlave edilen Ni oranının artması ile mikroyapıda NZA artmıştır ve Ni oranının artmasıyla mikroyapıdaki perlit koloni oranları azalmış ve tane sınırlarında birincil sementit fazlarının civarlarında Ni elementi gözlemlenmiştir.
3. Üretilen toz metal çeliklerin içerisinde bulunan Ni elementinin artmasıyla makrosertlik (HV2) sonuçları da artmıştır. Ni ilavesiz toz metal çeliğin sertlik değeri 83 HV2, ağırlıkça %5 Ni ilaveli toz metal çeliğin sertlik değeri 184 HV2 olarak belirlenmiştir.
4. Darbe tokluk enerjileri Ni oranı ile artmıştır. Oda sıcaklığında (+25 °C) darbe deneyi yapılan numunelerden Ni ilavesiz çeliğin darbe tokluk enerjisi 17,3 J.cm⁻², %5 Ni elementi içeren numunenin darbe tokluk enerjisi 45,75 J.cm⁻² olarak gerçekleşmiştir.
5. Numunelerin düşük sıcaklıklarda (-40 °C) darbe tokluğu düşükken yüksek sıcaklıklarda (+40 °C) darbe tokluğu artmaktadır. Genel olarak ise sıcaklık değerinin artması ve Ni oranının artması ile darbe tokluğu da artmaktadır.

6. Darbe deneyi sonrası kırık yüzey SEM mikroyapıları incelendiğinde yine Ni oranı artışı ile gevrek kırılmanın yerini sünek kopmaya bıraktığı gözlemlenmektedir. Ni ilavesiz toz metal çelik -40 °C'de tamamen gevrek kırılma gösterirken sıcaklık artışı ile sünek kopmaların da mevcut olduğu görülmektedir. Ni elementinin ilavesi ile bütün sıcaklık değerlerinde sünekliğin ağırlıkça oranının artması ile arttığı gözlemlenmiştir.

7.2. Öneriler

1. Sinterleme sonrası gözenekli yapının azaltılıp yoğunluğun artırılması ile mekanik özellikler daha da iyileştirilebilir. Bunun için, elektrik alan destekli sinterleme tekniği veya sıcak izostatik presleme gibi yöntemler uygulanabilir.
2. Bu çalışmada numunelere sinterleme işlemi sonrasında ısıl işlem yöntemleri uygulanmamıştır. Mekanik özellikleri iyileştirici ısıl işlemler uygulanarak darbe tokluk enerjilerindeki değişimler değerlendirilebilir.
3. Ni ilavesinin TM çeliğin kristalografisine etkilerinin detaylı incelenebilmesi için TEM, EBSD, XRM veya Raman spektrometre teknikleri uygulanabilir.

KAYNAKLAR

1. Narasimhan, K.S. (2001). Sintering of Powder Mixtures and the Growth of Ferrous Powder Metallurgy. *Materials Chemistry and Physics*, 67, 56-65.
2. Nishijima, S., Ishii, A., Kanazawa, K., Matsuoka, S., ve Masuda, C. (1989). "NRIM fatigue data sheet technical document", No. 5. *National Research Institute for Metals*, Tokyo, 37.
3. Bouaziz, O., Zurob, H., ve Huang, M. (2013). Driving force and logic of development of advanced high strength steels for automotive applications. *Steel Research International*, 84(10), 937-947.
4. Gral, A., Tekeli, S., ve Gr, M. (2005). Effect of different heat treatments on microstructure of Ni added steels produced by P/M method. *European Powder Metallurgy Congress and Exhibition*, Prague, 175-180.
5. Shanmugasundaram, D. A. C. R. ve Chandramouli, R. (2009). Tensile and impact behaviour of sinter-forged Cr, Ni and Mo alloyed powder metallurgy steels. *Materials & Design*, 30(9), 3444-3449.
6. Tracey, V. (1992). Nickel sintered steels-Developments, status and prospects. *Metal Powder Report*, 47(11), 49.
7. German, R. M. (1994). *Powder Metallurgy Science* (Second Edition). U.S.A.: Metal Powder Industries Federation, 27-152.
8. İnternet: TM ynteminin retim aamaları. URL: <http://www.muhandisalemi.com/toz-metalurjisi-nedir-malzeme-nasil-uretilir>, Son Eriim Tarihi:27.09.2022
9. Upadhyaya, G.S. (2002). *Powder Metallurgy Technology*. (Second Edition). England: Cambridge International Science Publishing, 82-124.
10. Ramakrishnan, P. (2013). Automotive Applications of Powder Metallurgy. In Chang, I. ve Zhao, Y. (Editors). *Advances in Powder Metallurgy: Properties, processing and applications*. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited, 493-495.
11. Ramakrishnan, P. (1983). History of Powder Metallurgy. *Indian Journal of History of Science*, 18, 109-114.
12. Lawley, A. (1992). *Atomization the production of metal powders* (First Edition). Philadelphia: Metal Powder Industries Federation, 15-17.
13. Schauerte, O. (2016). *Current and Future Application of Powder Metallurgical Materials In the Automotive Industry*. WORLD PM2016. Hamburg, 13.
14. German, R. M. (2007). *Toz metalurjisi ve paracıklı malzeme ilemleri*. (ev. Ed: Sarıta S. Trker M., Durlu N.). Ankara: Trk Toz Metalurjisi Derneęi Yayınları, 25-160.

15. Singh, R. (2006). *Introduction to Basic Manufacturing Process and Workshop Technology* (First Edition). India: New Age International, 317-340.
16. Vara Prasada Rao, K. (2002). *Manufacturing Science and Technology* (Second Edition). India: New Age International, 27-57.
17. Kayış, V. (2005). *Kısmi ve ön alaşımlı demir tozları içerisinde katılan B ve FeB ilavelerin sinterleme davranışları ve mekanik özelliklere etkisi*, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
18. Höganäs, A.B. (2013). *Sintered Components-Material and Powder Properties*, Höganäs PM School, 85.
19. Ramabulana, K. (2020). *Sinterability Studies of High Carbon Steel Powders Containing Nickel, Molybdenum, Cobalt and Manganese*, Master Thesis, University of Johannesburg, South Africa.
20. Danninger, H., De Oro Calderon, R., ve Gierl-Mayer, C. (2017). Powder Metallurgy and Sintered Materials. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 1-57.
21. Danninger, H., Gierl-Mayer, C., ve Strobl, S. (2013). Advanced powder metallurgy steel alloys. In Chang, I. ve Zhao, Y. (Editors), *Advances in Powder Metallurgy: Properties, processing and applications*. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited, 149-201.
22. Panelli, R. ve Filho, F.A. (2001). A study of a new phenomenological compacting equation. *Powder Technology*, 114, 255-261.
23. Davis, J. R. (1998). ASM Metals Handbook, *Compacted Graphite Iron*, Second Edition.
24. Fischmeister, H.F. ve Arzt, E. (1983). Densification of powders by particle deformation. *Powder Metallurgy*, 26(2), 82-88.
25. Al-Mangour, B. (2015). Powder metallurgy of stainless steel: state-of-the art, challenges, and development. *Stainless steel*, 37-80.
26. Koerner, R.M. (1978). Triaxial Stress State Compaction of Powders. In Kuhn, H.A. ve Lawley, A. (Editors), *Powder Metallurgy Processing: New Techniques and Analyses*, London: Academic Press Inc., 35.
27. Karamchedu, S., Hryha, E., ve Nyborg, L. (2015). Changes in the surface chemistry of chromium alloyed powder metallurgical steel during delubrication and their impact on sintering. *Journal of Materials Processing Technology*, 223, 171-185.
28. Karamchedu, S., Hryha, E., ve Nyborg, L. (2011). Influence of process parameters on the delubrication of PM steels. *Powder Metallurgy Progress*, 11, 90-96.
29. Hryha, E., Borgstrom, H., Sterky, K., ve Nyborg, L. (2014). Influence of the steel powder type and processing parameters on the debinding of PM compacts with gelatin binder. *Journal Thermal Analysis Calorimetry*, 118(2), 695-704.

30. Djohari, H., Martínez-Herrera J, I., ve Derby, J. J. (2009). Transport mechanisms and densification during sintering: I. Viscous flow versus vacancy diffusion. *Chemical Engineering Science* 64(17), 3799-3809.
31. Rahaman, M.N. (2003). *Ceramic Processing and Sintering*. (Second Edition). New York: Marcel Dekker, 471-484.
32. German, R.M. (2014). *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*. (First Edition). Oxford: Butterworth-Heinemann, 43-481.
33. German, R. M. (2010). Thermodynamics of sintering. In Z. Fang, (Editor), *Sintering of advanced materials fundamentals and processes*, Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 1-24.
34. Huo, S., Qian, M., ve Schaffer, G. (2011). Aluminium powder metallurgy. In R. Lumley, (Editor), *Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications*, Oxford: Woodhead Publishing Limited, 661.
35. Wu, M. W., Hwang, K.S., ve Chuang, K. H. (2008). Improved distribution of nickel and carbon in sintered steels through addition of chromium and molybdenum. *Powder Metallurgy*, 51, 160-165.
36. Sundaram, M.V., Surreddi, K.B., Hryha, E., Veiga, A., Berg S., Castro, F., ve Nyborg, L. (2018). Enhanced Densification of PM Steels by Liquid Phase Sintering with Boron Containing Master Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49, 255-263.
37. German, R.M. ve D'Angelo, K. A. (1984). Enhanced sintering treatments for ferrous powders. *International Metals Reviews*, 29, 249-272.
38. Wu, M.W. ve Hwang, K.S. (2006). Improved Homogenization of Ni in Sintered Steels through the Use of Cr-Containing Pre-alloyed Powders. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37, 3577-3585.
39. Kang, S. L. (2005). *Sintering-Densification, Grain Growth, and Microstructure*. (First Edition). Oxford: Butterworth-Heinemann, 37-63.
40. Shi, J. L. (1999). Solid state sintering of ceramics: pore microstructure models, densification equations and applications. *Journal of Materials Science*, 34, 3801-3812.
41. Dehoff, R.T. (2010). Path and kinetics of microstructural change in simple sintering. In Z.Z. Fang, (Editor), *Sintering of advanced materials; fundamentals and processes*, Oxford: Woodhead Publishing Limited, 65.
42. German, R.M., ve Bulger, M. (1992). A Mode for Densification by Sintering of Bimodal Particle Size Distributions. *International Journal of Powder Metallurgy*, 28, 301-311.
43. Stephenson, T.F., Campbell, S.T., ve Singh, T. (2004). Finer powder additions can make harder, tougher steels. *Metal Powder Report*, 59, 26-30.

44. Stephenson, T.F., T. Singh, T., S. Sun, S., ve Wang, Z. (2002). *Effect of Ni Powder Morphology on the Fatigue Properties of P/M Ni Steels*. 2002 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate Materials, Orlando.
45. Šalák, A., ve Selecká, M. (2012). *Manganese in Powder Metallurgy Steels*. (First Edition). Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 5-21.
46. Höganäs, A.B. (2013b). *Sintered Components-Production of Sintered Components*, Höganäs PM School, 90-106.
47. Heaney, D. (2010). Vacuum sintering. In Z. Fang, (Editor), *Sintering of advanced materials fundamentals and processes*, Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 194.
48. Šalák, A. (1995). *Ferrous Powder Metallurgy*. (Second Edition). Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 140-200.
49. Bhadeshia, H. K. ve Honeycombe, R. (2017). *Steels: Microstructure and Properties*. (Fourth Edition). Oxford: Butterworth-Heinemann, 15-72.
50. Stefanescu, D.M. (1991). ASM Metals Handbook Volume 1-Properties and Selection Irons, Steels and High-Performance Alloy, 329-330.
51. Smith, W.F. (2000). *Mühendislik Alaşımlarının Yapı ve Özellikleri*, (Çev. Erdoğan, M.). Ankara: Nobel Yayıncılık, 30-150.
52. Savaşkan, T. (2009). *Malzeme Bilgisi ve Muayenesi*. (Beşinci Baskı). Trabzon: Celepler Yayıncılık, 193-199.
53. Höganäs, A.B. (2015). *Sintered Components-Design and Mechanical Properties*, Höganäs PM School, 49.
54. Karabulut, H. ve Gündüz, S. (2004). Effect of vanadium content on dynamic strain ageing in microalloyed medium carbon steel. *Materials and Design*, 25(6), 521-527.
55. Danninger, H., Frauendienst, G., Streb, K.D., ve Ratzi, R. (2001). Dissolution of different graphite grades during sintering of PM steels. *Materials Chemistry and Physics*, 67, 72-77.
56. Šalák, A., Selecká, M., ve Danninger, H. (2005). *Machinability of Powder Metallurgy Steels*. (First Edition). Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 42-158.
57. Chan, T.Y. ve Lin, S.T. (1997). Sintering of elemental carbonyl iron and carbonyl nickel powder mixtures. *Journal of Materials Science*, 32, 1963-1967.
58. Nabeel, M. Frykholm, R., ve Hedström, P. (2014). Influence of alloying elements on Ni distribution in PM steels. *Powder Metallurgy*, 57(2), 111-118.
59. Gething, B.A., Heaney, D.F., Koss, D.A., ve Mueller T.J. (2005). The effect of nickel on the mechanical behavior of molybdenum P/M steels. *Materials Science and Engineering A*, 390, 19-26.

60. Sainz, S., García W., Karuppanagounder, A., ve Castro F. (2007). Microstructural Development During Sintering of PM Steels With Admixed Nickel. *Powder Metallurgy Progress*, 7, 121-127.
61. Hwang K.S., ve Shiau M. Y. (1996). Effects of Nickel on the Sintering Behavior of Fe-Ni Compacts Made from Composite and Elemental Powders. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 27, 203-211.
62. Yalçın, H., ve Gürü, M. (2002). *Malzeme Bilgisi*. (Birinci Baskı). Ankara: Palme Yayıncılık, 70-73.
63. Singh, D., Pandey, P.K., ve Kalyanasundaram, D. (2018). Optimization of pressure-less microwave sintering of Ti6Al4V by response surface methodology. *Materials and Manufacturing Processes*, 33, 1835-1844.
64. Güngör, Y. (2001). *Malzeme Bilgisi*. (Birinci Baskı). İstanbul: Beta, 62-65.
65. Callister, W. D. ve Rethwisch, D.G. (2014). *Materials science and engineering: An introduction*. (Ninth Edition). New York: John Wiley & Sons, 333.
66. Guo, W., Gai, Y., Wang, B., Mu, W. ve Xin, D. (2022). Effect of microstructure synergism on cryogenic toughness for CGHAZ of low-carbon martensitic steel containing nickel. *Materials Science & Engineering A*, 830.
67. Sun, Y., Hu, S., Xiao, Z., You, S., Zhao, J. ve Lv, Y. (2012). Effects of nickel on low temperature impact toughness and corrosion resistance of high-ductility ductile iron. *Materials and Design*, 41, 37-42.
68. Setiyanto, N. A., Oktadinata, H. ve Winarto, W. (2019). Effect of Nickel on the Microstructure, Hardness and Impact Toughness of SM570-TMC Weld Metals, *MATEC Web of Conferences*, 269.
69. Huang, G., Wan, X., Wu, K., Zhao, H. ve Misra, R. (2018). Effects of Small Ni Addition on the Microstructure and Toughness of Coarse-Grained Heat-Affected Zone of High-Strength Low-Alloy Steel. *Metals*, 8(9), 718.
70. Kim, S. H., Kang, C. Y. ve Bang, K. S. (2001). Weld metal impact toughness of electron beam welded 9% Ni steel. *Journal of Materials Science*, 36, 1197-1200.
71. Pratomo, S. B., Oktadinata, H. ve Widodo, T. W. (2019). Effect of nickel additions on microstructure evolution and mechanical properties of low-alloy Cr-Mo cast steel. *IOP Konferans Serisi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*, 541(1).
72. Fulong, Z., Beibei, M., Shuangyu, L., Bo, C., Fengde, L., Guochang, L., Wei, R. ve Hong, Z. (2020). Effect of a nickel-based alloy cladding layer on the strength and toughness of the high-strength steel laser MAG hybrid welding joint. *Materials Research Express*, 7.

73. Shibuya, M., Toda, Y., Sawada, K., Kushima, H. ve Kimura, K. (2011). Effect of nickel and cobalt addition on the precipitation-strength of 15Cr ferritic steels. *Materials Science and Engineering A*, 528, 5387-5393.
74. You, J. ve Hong, S. H. (2021). Densification mechanism and microstructure development of Fe-Ni alloys consolidated by field assisted sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 884.





GAZİ GELECEKTİR..