

**T.C.  
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ  
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ  
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**

**MBM 429  
TOZ METALURJİSİ  
DERS NOTLARI**

**KAYSERİ  
EYLÜL 2020**

**HAZIRLAYAN: Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU**

## **Dersin Genel Çerçevesi**

- I.** Genel Kavramlar
- II.** Toz Üretim Yöntemleri
- III.** Toz Karakterizasyonu
- IV.** Toz Şekillendirme Yöntemleri
- V.** Sıkıştırma ve Sinterleme
- VI.** Tam Yoğunluk İşlemleri
- VII.** Bitirme İşlemleri
- VIII.** Parça Karakterizasyonu
- IX.** Pazar ve Örnek Uygulamalar

## BÖLÜM I.

### GENEL KAVRAMLAR

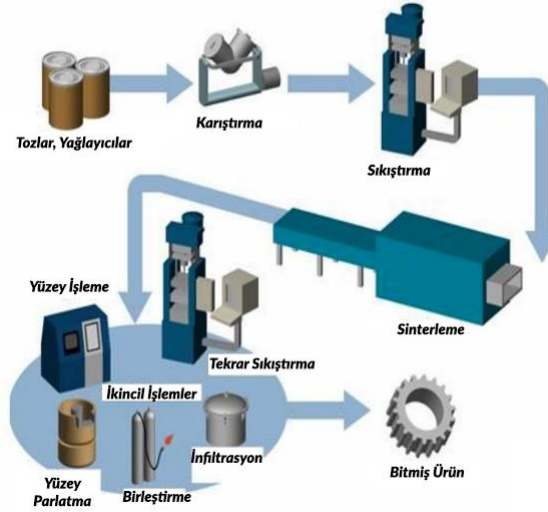
**Toz Metalurjisi:** Toz halindeki hammaddelerden mühendislikte kullanılan makine elemanlarının üretimini sağlayan bir yöntemdir. Tozların işleminden geçirilerek faydalı mühendislik parçalarına dönüştürülmesi süreçlerini içerir.

Döküm yöntemine benzer şekilde karmaşık şekilli parçaların son ölçülerine yakın bir şekilde üretilmelerine imkan tanır. Ayrıca aynı üründen tekrar tekrar üretilmeye imkan sağlayan kalıp boşlukları sayesinde çok sayıda (seri) üretim yapılmasına imkan sağlar.

**\*\* Toz metalurjisi yönteminin döküm yöntemine göre avantajı;** döküm ile üretilmeyen polimerler, sermetler, intermetalikler, kompozitler, seramikler, refrakter metaller gibi malzeme gruplarının bu yöntemle kolayca üretilmesidir. Döküm yöntemi sadece düşük sıcaklıklarda eriyen metallerde uygulanabilirken TM dökümünden farklı olarak hemen her türlü malzemeye uygulanabilir.

Ortopedik protezler, otomobil transmisyon milleri, uçak fren balataları, jet motoru türbinleri, yüksek sıcaklık filtreleri gibi birçok parçanın bu yöntemle üretilmesi mümkündür.

#### Toz Metalurjisi Üretim Aşamaları:



Şekil 1. Toz Metalurjisi Üretim Aşamaları. <sup>1</sup>

Toz Metalurjisinin başlıca üretim aşamaları şunlardır;

Toz Üretimi  
Karıştırma  
Sıkıştırma  
Sinterleme  
Bitirme İşlemleri

<sup>1</sup> <https://kar-tes.com.tr/>

**Toz:** Parçacıkların bir araya gelmesiyle oluşan gruplardır. (Parçacıkların toplamıdır.) Metal, seramik, polimer, sermet veya intermetalik olabilirler. Hatta bazı mühendislik uygulamaları için bu tozların karışımları bile kullanılabilir.

**Parçacık (Tanecik/Partikül):** Tozların küçük, münferit bölümlerine denir. TM'de kullanılan parçacıkların Boyutları genellikle 0,1-200 µm arasındadır.

**Tozların Avantajları:**

- ✓ Yüzey alanları büyüktür.
- ✓ Katı, sıvı ve gaz özellikleri gösterebilirler.  
(Sıvılar gibi yerçekimi etkisiyle akarak kalıp boşluğunu doldururlar ve kalıbın şeklini alırlar,  
Gazlar gibi sıkıştırılabilirler,  
Katılar gibi deformasyon direnci gösterirler.)

## BÖLÜM II.

### TOZ ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Toz üretim yöntemi, üretilen tozun boyutu, şekli, saflığı gibi birçok özelliği üzerinde etkilidir. Üretilen tozun bu özellikleri de sıkıştırma, sinterleme gibi kendisinden sonra gelen aşamaları etkiler. Bu nedenle doğru toz üretim yönteminin belirlenmesi önemlidir. Hemen her malzeme toz haline getirilebilir ancak toz haline getirmek için seçilen yöntem, maliyet, tepkimeler ve üretilen tozlardan beklenen özellikler gibi çeşitli parametrelerin karışımı olmalıdır.



Şekil 2. Toz Üretim Yöntemleri <sup>2</sup>

Toz üretimi ile yeni yüzey alanı oluşturulduğu için bütün toz üretim yöntemlerinde yeni yüzey alanı oluşturmak için enerji harcanması gerekmektedir.

#### 2.1. Mekanik Yöntemler

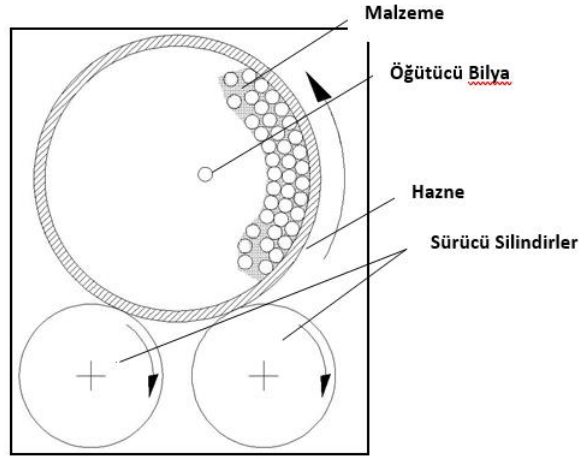
**a. Talaşlı İmalat:** Özellikle gevrek malzemelerin talaşlı imalat yöntemleriyle (torna, freze, matkap vb.) işlenmesi esnasında talaş olarak düzensiz şekilli parçacıklar oluşur. Elde edilen bu parçacıklar, temizleme ve öğütme işlemleri ile toz haline getirilerek metal parçalar için öncü olarak kullanılabilir. Ancak bu yöntemin çeşitli dezavantajları vardır:

Kesme esnasında kullanılan soğutma sıvısının neden olduğu kimyasal kirlilik,  
Üretilen parçacıkların tane boyutu ve şekli açısından düzensiz olması,  
Verimsiz ve nispeten yavaş bir yöntem olmasıdır.

Bununla birlikte, talaşlı imalatla elde edilen hurdaların değerlendirilmesi için avantajlıdır.

**b. Mekanik Öğütme:** Bu yöntemde sert bilyalar veya çubukların yardımıyla tozlara uygulanan mekanik darbenin etkisiyle toz üretilir. Özellikle gevrek malzemelerin üretilmesinde etkili bir yöntemdir. Bir hazne içerisine tozlarla birlikte yardımcı öğütücü ekipmanlar (bilya veya çubuk gibi) eklenir. Hazneye dönme hareketi verildiğinde bu yardımcı ekipmanlar sürekli olarak tozlara çarpar ve daha küçük boyutlu parçalara ayrılmasını sağlar (Şekil 3.).

<sup>2</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu



Şekil 3. Mekanik Öğütme Yönteminin Temel Prensibi.

Öğütme yöntemi ile toz üretilmesi için ihtiyaç duyulan gerilme, malzemenin sahip olduğu çatlak boyutuna (r) ve malzemenin çatlak ilerleme davranışına bağlıdır.

$$\sigma = \sqrt{\frac{2Er}{D}}$$

E: Elastiklik Modülü (N/mm<sup>2</sup>)  
r: Kusur (Çatlak) Boyutu (mm)  
D: Parçacık Boyutu (mm)

Bir tozun üretilebilmesi için gerekli olan enerji ise;

$$w = \rho \left( \frac{1}{ds^a} - \frac{1}{di^a} \right) \text{ ifadesi ile gösterilir.}$$

$\rho$ : Malzeme, yardımcı ekipmanlar ve öğütücüye bağlı bir katsayı  
a: 1-2 arasında değişen bir katsayı  
d<sub>s</sub>: Son (ulaşılacak istenilen) parçacık boyutu (mm)  
d<sub>i</sub>: İlk parçacık boyutu (mm)

**Önemli Not:** Bu formül gereğince mekanik öğütme yöntemiyle büyük tane boyutuna sahip parçacıkları öğütmek için gereken gerilme değeri küçük tane boyutuna sahip parçacıkları öğütmek için gereken gerilme değerinden daha küçüktür. Yani; formüle göre daha iri parçacıkları küçültebilmek için daha küçük gerilme uygulanması gerekir. Dolayısıyla öğütme işlemi devam ederken tane boyutu küçüldükçe ihtiyaç duyulan gerilme değeri artar ve öğütmeye devam edilmesi tane boyutunu daha fazla değiştirmez.

Yöntem genellikle sünek malzemelere uygulanamaz. Çünkü bu özellikteki malzemeler darbe etkisi altında ufalanmak yerine şekil değiştirir ve topaklanır.

Yöntemin en önemli dezavantajı elde edilen tozların düzensiz şekilli olmasıdır. Ayrıca kaynaklanan aşınma nedeniyle hazne ve bilyalardan kopan parçacıkların tozu kirletmesine engel olmak için önlem alınmalıdır.

**c. Mekanik Alaşımlandırma:** Mekanik öğütme yöntemine benzer şekilde bir hazneye yüklenmiş bilya ve tozların karışımıyla gerçekleştirilir. Parçacık takviyeli kompozitler veya intermetalikler gibi malzemelerde homojen bir karışım elde etmek için mekanik alaşımlandırma yönteminden faydalanılır. Dönme hareketinden kaynaklanan darbenin etkisiyle mikroskobik ölçekte gerçekleşen ve birbirini takip eden soğuk kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları bu toz karışımlarının üretilebilmesini sağlar (Şekil 4.). Diğer yöntemlerden farklı olarak bu iki mekanizmanın arasındaki denge bir süre sonra tane boyutunun sabit kalmasını sağlar.

Bu yöntemle homojen tane boyutu elde edebilmek için gereken süre;

$$t = C \frac{d^2}{\sqrt{N}}$$

formülüyle ifade edilir.

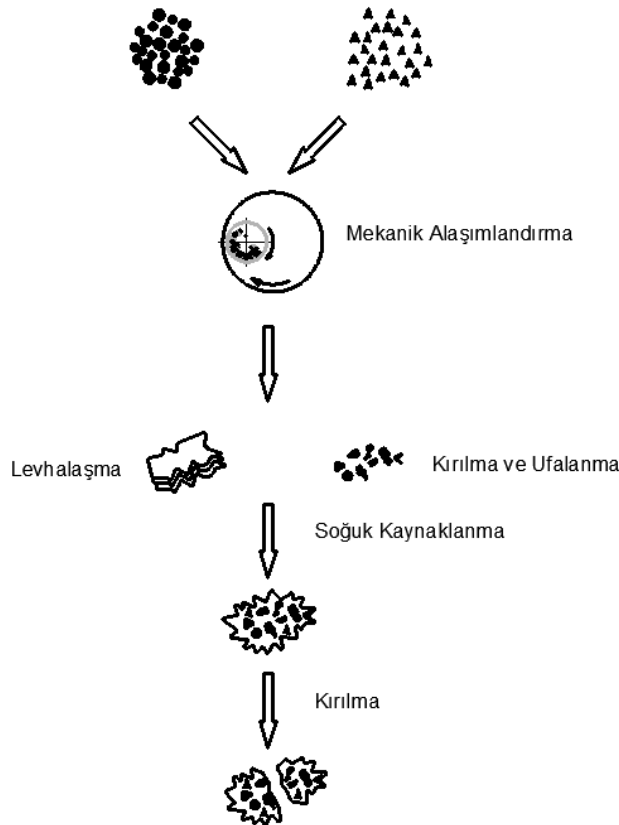
d: Öğütücü Bilya Çapı (mm)

N: Kullanılan Değirmenin Dönme Hızı (d/d)

C: Deneysel Verilerle Elde Edilen bir Sabit

Bu formüle göre bilya çapı küçüldükçe alaşımlandırma için gereken süre azalır.

**Önemli Not:** Bilyalı öğütme/alaşımlandırma yöntemlerinde en önemli parametre dönme hızı olup tozlara en yüksek darbe enerjisini aktaracak şekilde ayarlanmalıdır. Çok düşük dönme hızlarında bilyalar hazne içerisinden iç kısma yuvarlanır ve tozlara darbe uygulayamaz. Çok yüksek dönme hızlarında ise merkezkaç kuvvetinin etkisiyle aşağıya düşmeden haznenin iç yüzeylerinde dönerler.



**Şekil 4.** Mikroskobik Ölçekte Birbirini Takip Eden Soğuk Kaynaklanma ve Kırılma Mekanizmaları.

Mekanik yöntemler esnasında oksitlenmeyi engellemek için koruyucu gaz ortamları (genellikle asal gazlar) kullanılır.

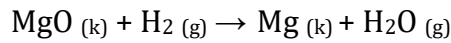
## 2.2. Elektrolizle Toz Üretimi

Toz üretimi için bir elektroliz hücresinden faydalanılır. Elektroliz hücresinin katodunda elementel tozlar biriktirilir, biriktirilen bu tozlar yıkandıktan sonra öğütme işlemi ile toz haline getirilir. Elektroliz yöntemi yüksek saflıkta tozların üretilmesine imkan sağlar.

## 2.3. Kimyasal Yöntemler

Elementel veya bileşik halindeki tozların üretilmesi için çeşitli kimyasal reaksiyonlardan faydalanılan yöntemlerdir.

**a. Katının Gazla Bozunması:** Metal tozlarının üretilmesinin en klasik yöntemlerinden bir tanesidir. Bunun için de genel olarak oksitlerin ısıtılmış hidrojen ile bozunmasından faydalanılır.

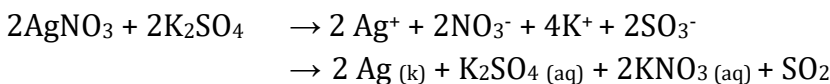


Yöntemin bir diğer uygulaması da saflaştırılmış bir oksitle grafit veya kireçtaşı gibi bir indirgeyici karıştırılır ve sisteme ısı verilir. Bu reaksiyondan ortaya çıkan CO gazı vasıtasıyla oksit indirgenir ve metal tozları üretilir.

**b. Isıl Bozunma:** Buhar bozunması ve yoğunlaştırma süreçlerinin birlikte kullanılmasıyla toz parçacıkları üretilebilir. En yaygın örnekleri  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  ve  $\text{Ni}(\text{CO})_5$  tozlarının üretilme aşamalarıdır.

Yöntem başlangıçta bir metalle CO'nin tepkimesiyle başlar. Bu tepkime için sıcaklık ve basınç eş zamanlı olarak uygulanır. Elde edilen ara bileşik karbonil olarak adlandırılır ve bileşiğin soğutularak yoğunlaşması sağlanır. Son olarak saflaştırma uygulanır. Yöntem, ihtiyaç duyulan yüksek enerji nedeniyle yaygın olarak kullanılamaz.

**c. Sıvıdan Çökeltme:** Nitrat, klorür veya sülfat gibi çözülmüş bileşikler kimyasal işleme tabi tutularak çökeltilmiş parçacıklar elde edilir.

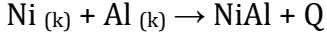


**d. Gazdan Çökeltme:** Vanadyum, niyobyum, zirkonyum, titanyum ve bakır gibi metallerin klorürleri, florürleri veya oksitleri bu yöntem için uygundur.

$\frac{1}{3} \text{CuCl}_3_{(g)} + \frac{1}{2} \text{H}_2_{(g)} \rightarrow \text{Cu}_{(k)} + \text{HCl}_{(g)}$  reaksiyonu bakır klorürden bakır elde edilmesine örnek olarak verilmiştir.



### e. Katı-Katı Tepkimeli Sentez:



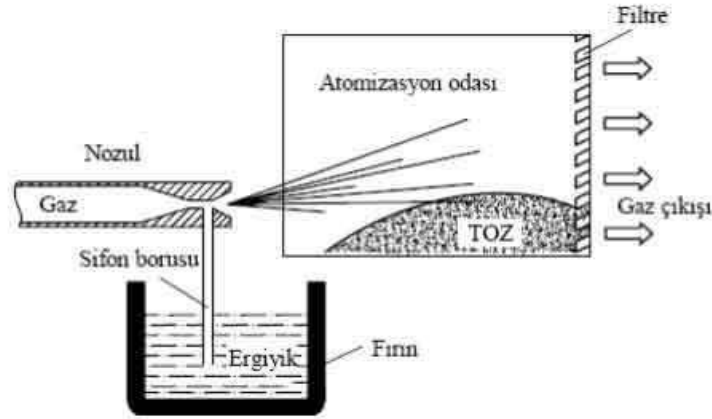
Nikel ve alüminyumun eş sayıda atom bulunduran intermetaliği olan NiAl ele alındığında Ni 1453 °C'de, Al 660 °C'de erirken bu intermetalik yaklaşık olarak 1650 °C'de ergir. Tepkime sırasında ortaya çıkan ısı kontrol edilmezse intermetaliği ergitecek kadar yükselebilir.

Bileşenler karıştırılarak gevşek bir yapı oluşturulur. Sıcaklık yavaş yavaş artırılarak kendiliğinden ilerleyen bir tepkime dalgası başlatılır. Üretilen parçacıklar genellikle küreseldir. Yöntem özellikle seramiklerin ve intermetaliklerin üretilmesinde tercih edilir.

### 2.4. Atomizasyon Yöntemleri

Atomizasyon yöntemleri ergimiş metalin damlacıklar haline parçalanması esasına dayanmaktadır. Üretilen bu damlacıklar donarak parçacıklar haline gelirler. Atomizasyon yönteminin sıvı metali parçalamak için kullanılan araca bağlı olarak farklı uygulamaları vardır.

**a. Gaz Atomizasyonu:** Ergimiş metalin parçalanması için hava, azot, argon veya helyum gibi gazların kullanılmasıdır. Gaz atomizasyonu yatay ve düşey olarak iki farklı şekilde uygulanabilir.



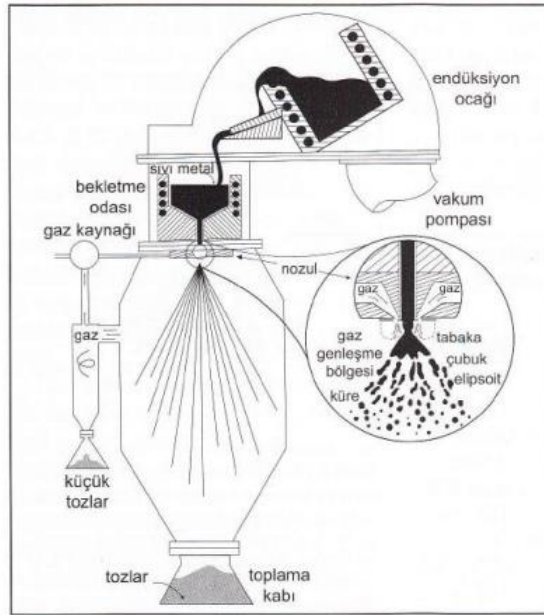
Şekil 5. Yatay atomizasyon ünitesi. <sup>3</sup>

Yatay atomizasyon üniteleri genellikle düşük sıcaklıklarda kullanılırlar (Şekil 5.). Yöntemde nozuldan çıkan gaz sifon etkisi meydana getirerek ergimiş metali yukarı çeker, püskürtülen tanecikler oda içerisinde katılaşarak çöker. Parçacıklar odanın sonundaki filtre tarafından tutulurken gaz boşluklardan dışarı gönderilir.

Gaz atomizasyonu tamamen asal gaz ortamında gerçekleştirilerek yüksek saflıkta tozların üretimi gerçekleştirilebilir. Atomizasyon yöntemleriyle üretilen tozlar genellikle küreseldir. Ancak tane boyutu 10 mikronun üzerindedir.

<sup>3</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

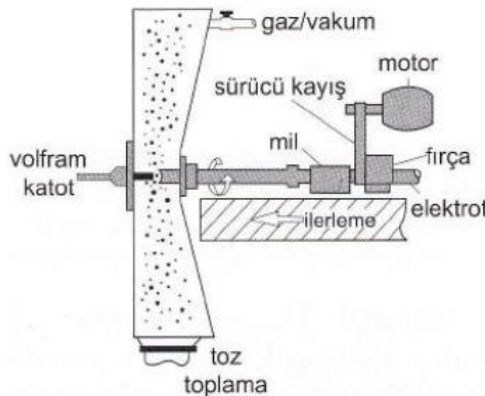
Yüksek sıcaklıkta ergiyen metaller için, tozların oksitlenmesini önlenmek amacıyla, asal gaz doldurulmuş kapalı bir oda kullanılır. Ergiyik indüksiyon ocağı ile sıvılaşıma eğrisinin çok üzerinde bir sıcaklığa (aşırı ısıtma) ısıtılarak soğuk nozula gönderilir.



Şekil 6. Düşey atomizasyon ünitesi. 4

**b. Sıvı veya Su Atomizasyonu:** Ergimiş metali püskürtmek için gaz yerine bir sıvıdan faydalanılır. Bu sıvı, su veya çeşitli sıvıların karışımı olabilir.

**c. Savurmalı Atomizasyon:** Ergiyiğin döndürülmesi ile ortaya çıkan merkezkaç kuvvetinin etkisiyle damlacıkların oluşması esasına dayanmaktadır. Oluşan damlacıklar katılaştıktan sonra toplanarak tozlar elde edilir (Şekil 7).



Şekil 7. Savurmalı Atomizasyon Ünitesi. 5

Düzenek, üretilmesi istenilen malzemeden yapılmış tükenen bir elektrottan oluşmaktadır. Elektrotun uç kısmı plazma arkı vasıtasıyla ısıtılır. Tükenen elektrot, bir motor vasıtasıyla yüksek hızlarda döndürülür. Uç kısımda ergime oluştuğunda, ergiyik metal damlacıklar halinde fırlatılır ve toplama odası içerisinde katılaşır.

<sup>4</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

<sup>5</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

**d. Plazma Atomizasyonu:** Tel veya iri tozlar halindeki metal, plazma üflecine gönderilerek ergitme veya ani hızlandırma aşamalarına maruz bırakılır. Böylece, ergimiş damlacıklar üflecine dışına püskürtülerek katılaşır.

#### **2.2.5. Buharlaştırma Teknikleri**

Buhar fazından homojen çekirdeklenme ile toz üretilmesidir. Özellikle nano boyuttaki tozların üretilmesi için uygundur. Atmosfer basıncının % 10'u civarında düşük basınçlı argon gazı içerisinde malzeme buharlaştırılır. Düşük basınç altında ısı kaynağından uzaklaştıkça sıcaklık hızla düşer. Böylece buharlaşan malzeme ısı kaynağından uzaklaştıkça soğur ve çekirdeklenir.

## BÖLÜM III.

### TOZ KARAKTERİZASYONU

Toz metalürjisi ile üretilen parçaların özellikleri parçayı oluşturan tozların özellikleri ile yakından ilgilidir. Bu nedenle elde edilen tozların boyut, şekil, yüzey alanı, kimyasal bileşim ve faz yapısı gibi özellikler açısından karakterize edilmelidir. Ayrıca sıkıştırma, sinterleme gibi takip eden üretim aşamalarında etkin üretim parametrelerini belirleyebilmek ve seri üretim yapan tesislerde ürün kalitesini sürdürebilmek için de tozların karakterizasyonu önem taşımaktadır.

Üretilen tozlar, genellikle aşağıdaki açılardan karakterize edilirler:

- ✓ Parçacık boyutu tespiti
- ✓ Parçacık şekli
- ✓ Yüzey alanı
- ✓ Kimyasal özellikler

#### 3.1. Parçacık Boyutu Karakterizasyonu

Parçacık boyutu toz metalürjisinde parça özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biridir. Teknik olarak üretilen tozu oluşturan tek bir parçacığın boyutunun belirlenmesi işlemidir.

Parçacık boyutu;

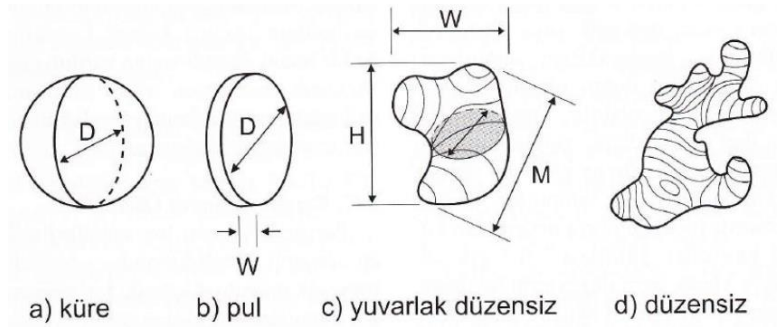
- ✓ Mikroskopla inceleme
- ✓ Eleme
- ✓ Sedimentasyon
- ✓ Işık Saçılımı ve Kırınımı
- ✓ Elektriksel Alan Algılaması
- ✓ X-Işınları Kırınımı gibi birçok farklı yöntemle ölçülebilir.

Üretilen parçacıkların boyutu bu yöntemlerden birisi veya birkaçıyla tespit edilebilir. Ancak, her bir teknikte ölçülen parametrelerdeki farklılıklardan dolayı farklı yöntemlerden farklı sonuçlar elde edilebilir. Bu yöntemlerin büyük bir çoğunluğu tek bir parametreyi ölçer ve her bir parçacığın küresel şekle sahip olduğunu kabul eder.

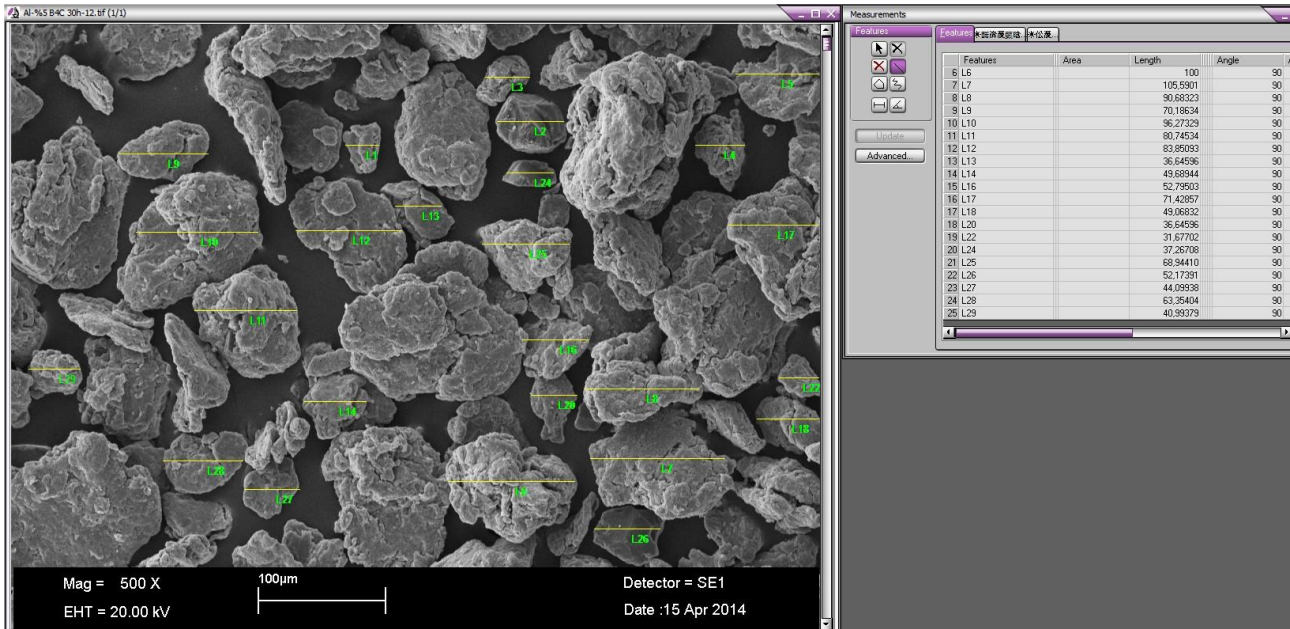
**a. Mikroskopla İnceleme:** Küresel bir parçacık için boyut, tek bir parametre olup çap olarak tanımlanır. Ancak yassı bir parçacık söz konusu olduğunda boyutu tek bir parametre ile tespit edebilmek zordur. Yani parçacık boyutunu tanımlamak için çapla birlikte genişlik değerine de ihtiyaç duyulmaktadır. Parçacık şekli daha düzensiz olduğunda ise boyut parametrelerinin sayısı artar (Şekil 8.).

Bu gibi durumlarda parçacık şekli ve boyutunu birlikte tanımlayabilmek için genellikle elektron mikroskoplarından faydalanılır. Mikroskopla tanecik boyutu tespit edilirken en temel yaklaşım, parçacık görüntülerini eşdeğer çaplardaki dairelerle örtmektir.

Bunun dışında günümüzde otomatik görüntü analizi ile tane boyutunu tespit edebilen yazılımlar da geliştirilmiştir. Bu analiz için optik mikroskop, SEM veya TEM ile alınmış görüntüler kullanılabilir (Şekil 9.).



Şekil 8. Küresel ve Düzensiz Şekli Parçacıklarda Boyut Tespiti. 6



Şekil 9. Görüntü İşleme Yazılımı Vasıtasıyla Tane Boyutu Tespiti.

## b. Eleme

Tozların tane boyutunun tespit edilmesinde kullanılan en eski yöntemlerden birisidir. Eşit aralıklı tellerden oluşan bir ızgarayla oluşturulan eleklerden faydalanılır (Şekil 10.a.). Eleğin boyutu **mesh** olarak adlandırılır ve mesh ifadesi birim uzunlukta tellerin sayısını verir. Farklı açıklıklara sahip elekler en küçük açıklığa sahip olan elek en aşağıya gelecek şekilde alt alta sıralanır (Şekil 10.b.). Toz, en üstteki eleğe tartılarak konulur ve sisteme 15 dakika süre ile titreşim verilir. Titreşim kesildikten sonra her bir elektteki toz miktarı tartılır. Bir elekten geçen tozlar (-), geçmeyen tozlar ise (+) işareti ile ifade edilir. Örneğin -50/+100 mesh olarak ifade edilen bir toz kümesi 50 mesh boyutlu elekten geçmiş ancak 100 mesh boyutlu elekten geçememiştir. Eleme işlemi sadece tane boyutunu tespit etmek için değil tozları boyutlarına göre ayırmak ve gruplandırmak için de kullanılır.

<sup>6</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

### c. Sedimentasyon

Genellikle küçük parçacıklara uygulanan bir yöntemdir. Bir akışkan (sıvı veya gaz olabilir) içerisinde çöken tozlar akışkanın viskozitesine ve parçacık boyutuna bağlı olarak bir son hıza ulaşırlar. Sedimentasyon yöntemi bu son hızdan yola çıkarak parçacık boyutunun tahmin edilmesini sağlar. Yöntem parçacıkların küresel olarak kabul edilmesi esasına dayanmaktadır.

Sedimentasyon ile parçacık boyut analizi, tozun bir çökme tüpü içerisinde dağıtılması ile başlar. Test genellikle su gibi bir akışkan içinde yapılır, fakat daha küçük parçacıklar için hava kullanılabilir. Çökme zamanına karşı, tüpün dibine çöken tozun hacim veya ağırlık ölçümleri, parçacığın boyut dağılımını hesaplamaya imkan verir.



Şekil 10. Elek Sarsma Cihazı ve Kullanılan Izgaralar. <sup>7</sup>

### d. Işık Saçılımı ve Kırınımı

Bu yöntemde tane boyutu ölçülmek istenilen parçacıklar bir akışkan içerisinde dağıtılır ve bir dedektörün üzerinden geçirilir. Bu dedektör çözeltinin ışık saçılımı, elektrik iletkenliği gibi parçacık boyutuyla ilişkisi olan değerlerini ölçer. Bu nedenle akışkan içerisinde tozun iyi bir şekilde dağılmaması veya kabarcıkların oluşması gibi süreksizlikler sonuçları etkiler. Yöntemin daha modern bir uygulamasında parçacıkların hızındaki değişim lazer yardımıyla ölçülür.

### e. Elektriksel Alan Algılaması

Parçacıkların tuzlu suda dağıtılması ve bu tuzlu suyun elektrik iletkenliğinin tespit edilmesi esasına dayanır. Tuzlu suyun elektrik iletkenliğindeki değişim içerisinde dağılan parçacıkların boyutu hakkında bilgi verir. Parçacık içeren tuzlu suyun iletkenlikteki değişim parçacık hacmi ile doğru orantılı olup eşdeğer küre yaklaşımıyla parçacıklar küresel kabul edilerek parçacık boyutu tespit edilmiş olur.

<sup>7</sup> <https://www.nukleonlab.com.tr>

## f. X-Işınları Kırınımı

X-Işınları difraksiyonu (XRD) tekniğinden elde edilen toz desenleri parçacık boyutu analizinde kullanılabilir. Yöntemin parçacık boyutu tespiti açısından farklı uygulamaları olup genellikle çok küçük parçacıkların ortalama boyutunu ölçmek için kullanılır. Bu yaklaşımlardan daha yaygın olanı çizgi genişlemesi olarak bilinir ve bir tozun XRD toz deseninde bulunan pikin (tepenin) genişlemesi esasına dayanır. Söz konusu pikte meydana gelen genişlemenin en önemli nedeni kristal boyutundaki değişimdir. Bir toz kümesinin parçacık boyutu bu pik genişlemesinden yola çıkarak, Bragg ve Scherrer eşitlikleri kullanılarak tespit edilebilir.

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \text{ (Bragg Kanunu)}$$

$\lambda$ : XRD analizinde kullanılan ışığın dalga boyu

$d_{hkl}$ : hkl düzlemleri arasındaki mesafe

$\theta$ : Kırınım Açısı

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta} \text{ (Scherrer Eşitliği)}$$

D: Parçacık boyutu

B: Pik genişlemesi

$\theta$ : Kırınım Açısı

## 3.2. Parçacık Şekli Karakterizasyonu

Parçacıkların şekli, tozun paketleme ve sıkıştırılabilme gibi özelliklerini doğrudan etkiler.



Şekil 11. Sıklıkla Karşılaşılan Parçacık Şekilleri. <sup>8</sup>

<sup>8</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

Ancak parçacık şeklini sayısal olarak ölçmek ve ifade etmek mümkün değildir. Bu nedenle niteliksel tamamlayıcılar kullanılır. En basit tamamlayıcı ifade, ölçülen en büyük parçacık boyutunun en küçük parçacık boyutuna bölünmesi ile tanımlanabilir. Şekil 11’ de sıklıkla karşılaşılan parçacık şekilleri gösterilmiştir. Örneğin bir küre için boyut oranı 1 iken pul şeklindeki bir parçacık için 200 gibi çok yüksek bir değere sahip olabilir.

### 3.3. Yüzey Alanı Karakterizasyonu

Yüzey alanı çok sayıdaki parçacığın dış yüzeyinin ortalama ölçüsüdür. Bu parametre malzemenin paketleme, katalitik ve sinterleme davranışlarıyla ve kimyasal reaktivitesi ile ilgili bilgi verebilmesi açısından önemlidir. Genellikle özgül yüzey alanı ile tanımlanır.

**Özgül Yüzey Alanı:** Birim kütle başına düşen alan olarak tanımlanır.

Tek boyutlu küresel bir parçacık için;

Küre Yüzey Alanı,  $A = \pi D^2$ ,

Küre Hacim,  $V = \frac{\pi}{6} D^3$  olduğundan

Birim hacim başına ağırlık  $= \frac{V}{A} = \frac{6}{D}$  olur.

Ayrıca katı parçacığın ağırlığı  $W$ ,

Katı parçacığın teorik yoğunluğu  $\rho_m$ ,

Özgül yüzey alanı  $S = \frac{A}{W}$  olmak üzere;

$W = \rho_m V$

Buradan;  $S = \frac{6}{\rho_m D}$ ’ye eşittir.

Özgül yüzey alanı, gaz adsorpsiyonu ve gaz geçirgenliği olarak iki farklı yöntemle tespit edilebilir.

**a. Gaz Adsorpsiyonu ile Yüzey Alanı Ölçümü:** Temiz bir yüzey elde etmek için tozun vakumda ısıtılması esasına dayanır. Vakumlanmış toz daha sonra farklı basınçlardaki adsorpsiyon buharlarına maruz bırakılır. Toz yüzeyinde adsorbe edilen gaz miktarına karşı kısmi basınç ölçümü yapılır. Her bir gaz molekülünün belirli bir alanı kapsadığı kabul edilerek tozun yüzey alanı adsorpsiyon davranışından hesaplanabilir. Ölçüm genellikle BET özgül yüzey alanı olarak tanımlanır. Yöntemde sıvı içeren cam bir kap sıvı azot gibi bir akışkan içerisine daldırılır. Adsorpsiyonu başlatmak için sıcaklık ayarlanır. Gaz test hanesine girerken gerekli basınç kontrol edilir. Adsorpsiyon işlemi için azot, karbon monoksit ve karbon dioksit gibi gazlar kullanılabilir.

**b. Gaz geçirgenliği ile Yüzey Alanı Ölçümü:** Gaz geçirgenliği ile yüzey alanı analizi yöntemi çoğunlukla Fisher Elek Altı Boyutu (FSSS) olarak tanımlanır. Ağırlığı bilinen bir miktar toz sabit bir akış hızına maruz bırakılır ve geçirgenliği belirlemek için basınçtaki düşüş tespit edilir.



Gözeneklilik ve teorik yoğunluk biliniyorsa özgül yüzey alanı hesaplanabilir. 0,5-50 µm aralığındaki parçacıklara uygulanır ve elde edilen sonuçlar eşdeğer küresel çapa çevrilir. Kapalı gözeneklerin hesaba katılmaması yöntemin dezavantajıdır.

### 3.4. Kimyasal Karakterizasyon

Tozlar kimyasal açıdan elementel tozlar, ön karışımli tozlar ve tamamen bileşik haline getirilen tozlar olarak üç gruba ayrılır.

**i. Elementel tozlar:** Tek fazlı, daha yüksek saflıktaki tozlardır ve yapılan kimyasal analiz genellikle bunların saflık dereceleri ve saflıklarını etkileyen diğer element ve bileşikler üzerine yoğunlaşır. Öncelikli olarak analiz edilen karbon, oksijen ve azot seviyeleri yanma teknikleri ile kolaylıkla ölçülebilir.

**ii. Ön karışımli tozlar:** İki veya daha fazla tozun birleştirilmiş halidir. Safsızlık seviyeleri ve karışımın uygun şekilde bir bileşik hale getirilmesi bu tozlarla ilgili kimyasal analizlerin temelini oluşturur.

**iii. Tamamen bileşik haline getirilen tozlar:** Tek bir parçacığı oluşturan bileşenlerin tamamını içerirler ve bileşimin bütünlüğü ve safsızlık açısından test edilmeleri önemlidir.

Klasik analitik kimya teknikleri bütün tozların karakterizasyonu açısından uygundur. Bir tozun kimyasal karakterizasyonu istenilen hassasiyete bağlı olarak yaş analiz, emisyon spektroskopisi, atomik absorpsiyon, X-Işını kırınımı veya X-Işını floresan teknikleri ile gerçekleştirilebilir.

## BÖLÜM IV.

### TOZ ŞEKİLLENDİRME

#### 4.1. Şekillendirme Öncesi İşlemler

Önceki bölümlerde bahsedilen yöntemlerden herhangi birisi ile üretilen tozların efektif bir şekilde taşınması, depolanması ve sinterlenmesi için belirli özellikleri taşıması gerekir. Şekillendirme ve yoğunlaştırma öncesi işlemlerin temel amacı budur.

Üretilen tozlar öncelikle elek veya hava sınıflandırıcısı kullanılarak belirli boyut oranlarında ayrıştırılır. Bu işlem, sonraki işlemler için toz kalitesinin artırılmasına yardımcı olur. Örneğin, safsızlıkların (saflığı bozan elemanların) küçük parçacık boyutlarına daha yoğun şekilde bulunduğu bilinmektedir. Bu nedenle, toz kümesinden küçük parçacıkların ayrıştırılması toz saflığını artırır.

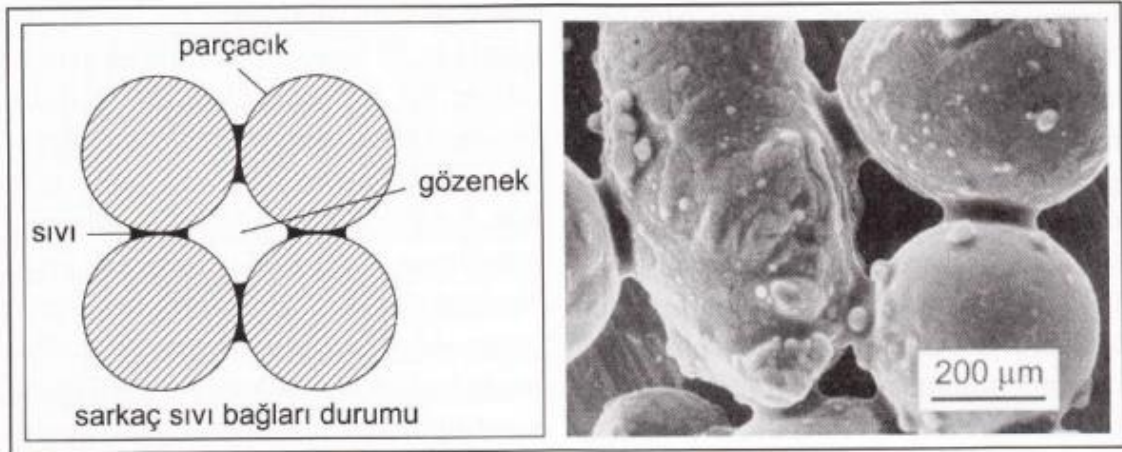
Bütün bunlara ek olarak bazı tozlar kullanıcı sağlığı açısından zararlı etkilere sahiptir. Toz metalürjisi işlemlerinde kullanılan parçacıkların vücutta biriktiği bölgeler tozun tane boyutu ile ilişkilidir. Parçacık boyutu 10 µm'un üzerinde olan tozlar genellikle akciğerlere ulaşmadan genizdeki mukoza tabakası tarafından yakalanırlar. Ancak boyutu 10 µm'dan daha küçük parçacıklar akciğerlere ulaşarak vücut içerisinde çözünebilir.

Kullanıcı sağlığı açısından en fazla dikkat edilmesi gereken parçacıklar toksit yani zehirli olanlardır. Örneğin kullanıcılar toz haldeki kurşun gibi malzemelerle temastan mümkün olduğunca kaçınmalıdır. Zehirli olmasa bile tozların akciğerde bulunması tahrişe yol açabilir. Bu nedenle, tozların solunmaması için çalışmalar esnasında gerekli tedbirler alınmalıdır. Bunun dışında nano ölçekli tozlar ise büyüyen insan hücrelerini içlerine almaları nedeniyle daha fazla dikkat gerektirmektedir.

Toz metalürjisi üzerinde çalışmanın bir diğer tehlikesi ise oksijen ve azotun bulunduğu ortamlarda çalışmasıdır. Küçük parçacıklar cam kaplar içerisinde korunsalar bile zamanla oksitlenirler. Herhangi bir koruma veya koruyucu atmosfer olmadan tozlar havada yanabilir. Bu noktada bileşim oluşturan tozların bir arada bulunması özel bir dikkat gerektirmektedir. Özellikle egzotermik tepkimelerle oluşan bileşikler yanma ve patlama açısından potansiyel risk taşımaktadır.

**Topaklanma ve Topakların Dağıtılması:** Topaklanma, yoğunlaşmış sıvı veya ısıнын neden olduğu sinterleme bağlarından kaynaklanır. Neticede, paketlenme, akma, karıştırma, sıkıştırma ve sinterleme işlemlerini olumsuz yönde etkiler. Topaklanmanın diğer bir nedeni de öğütme ve karıştırma esnasında parçacıkların soğuk kaynaklanmasıdır. Özellikle küçük parçacıklar topaklanma nedeniyle zorluk çıkartır. Topaklanma yüksek yüzey alanı ve zayıf kuvvetler etkisiyle oluşur.

Topaklanma genelde ıslatma sıvısındaki nemden kaynaklanır. Su, parçacık temas noktalarında yoğunlaşarak sarkaç bağlar olarak tanımlanan kılcal köprüler oluşturur. Emilen nemden kaynaklanan topaklanma 100 µm'dan daha küçük parçacıklar için önemli bir sorundur. 1 µm'un altındaki tozlar ise kuru da olsalar kendiliğinden topaklanmaya uğrarlar.



Şekil 12. Parçacıklar Arasında Topaklanmaya Neden Olan Sarkaç Sıvı Bağları. <sup>9</sup>

Topakların dağılması kurutma, öğütme ve yüzey işlemleriyle sağlanır. Bilyalar veya çubuklarla kuru atmosferde yapılan hafif öğütme toprak dağılmasına karşı kullanılır. Burada istenilen durum parçacıkların kırılması değil, topaklanmış yapının darbe ile ayrılmasıdır.

**Parçacık Değişiklikleri:** Parçacıklar arası sürtünme, parçacık yüzeyindeki pürüzlülük veya düzensizliklerden kaynaklanır. Bir toz kümesinin yüzey alanı ve pürüzlülüğü ne kadar yüksekse, parçacık şekli ne kadar düzensizse, paketlenme yoğunluğu o derece düşük olur. Böyle tozların yığılma açısı yüksektir yani toz akışı yavaştır.

Safsızlıklar toz yüzeyinde yoğunlaşma eğilimi gösterir. Bu kirlenmelerin son ürüne taşınmasını engellemek için bazen sıkıştırma öncesi yüzeylerin temizlenmesi gerekebilir. Oksitler tavlama işleminin bir parçası olarak, hidrojen, parçalanmış amonyak veya karbon monoksit içeren indirgeyici atmosfer ortamında ısıtılarak indirgenir. Tavlama işlemlerinin büyük bölümü metalin mutlak ergime sıcaklığının yarısının altındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilir.

Elde olmayan nedenlerden dolayı oluşan kalıntıların uzaklaştırılmaları için toz; hava, elektrostatik ayırma veya manyetik ayırma ile temizlenir. Hava ile sınıflandırma, yüksek oranda safsızlık içeren küçük parçacıkların uzaklaştırılmasında faydalı olur. Bu toz temizleme işlemleri, özellikle gaz atomizasyonu ile üretilen tozlardan oluşturulan süper alaşım parçalarının yorulma ömrünü artırır. Ayrıca bazı durumlarda, gaz atomizasyonu ile üretilen tozlardaki atomizasyon gazları, vakum ortamında yapılan gaz giderme işlemleri ile atılır.

**Paketleme Yapıları:** Parçacık paketlenmesi, kalıbın doldurulması, bağlayıcı miktarı ve sinterlemedeki çekmeyi etkilemesi açısından önemlidir. Tek boyutlu küresel parçacıklar bir kalıba döküldüğünde kısmi yoğunluk 0,60'dan (doldurma esnasında tozların temas etmesini kolaylaştıracak şekilde titreşim verilirse) 0,64'e kadar değişim gösterebilir. Bu her parçacık için 6-7 temas noktasına karşılık gelir. Bir tozun paketlenme yoğunluğu, tozun özelliklerine, yani toz boyutu, şekli ve adsorbe edilmiş neme bağlıdır. Düzensiz şekilli tozlar içinse paketlenme yoğunluğu % 30 teorik yoğunluğa yakınken, bu değer süngerimsi yapıdaki tozlar için çok daha düşük olabilir.

<sup>9</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

Düşük paketleme yoğunlukları, genellikle parçacıklar arası sürtünme nedeniyle parçacıkların birbiri üzerinden kolayca kayamadığını gösterir. Yüzey alanı ne kadar büyük, toz şeklinin düzensizliği ne kadar fazla ise paketleme yoğunluğu da o kadar düşük olur.

Paketleme yoğunlukları parçacıkların eş eksenli ve düzgün şekillere yaklaşması durumunda artar. Kübik veya dikdörtgenler prizması şeklindeki parçacıklar düzenli olmaları durumunda % 100 yoğunluğa kadar paketlenabilir.

**Polimer Katkılar:** Üretilen ve karakterize edilen tozlar şekillendirme işlemine tabi tutulurlar. Şekillendirme işlemini kolaylaştırmak amacıyla tozlara çeşitli polimerler belirli miktarlarda karıştırılır.

- Çözücüler - su gibi, katkı maddesinin dağılması için kullanılan geçici sıvı
- Dağıtıcılar - amonyak poliakrilat gibi, parçacıkların ayrışmasında kullanılır
- Plastikleştiriciler - gliserin gibi, karışımının viskozitesini düşürmekte kullanılır
- Yüzey aktif maddeler - stearik asit gibi, bağlayıcı-toz ıslatmasını artırmada kullanılır
- Kalınlaştırıcılar-guar zamkı gibi, toz-bağlayıcı karışımının viskozitesini artırmada kullanılır
- Bağlayıcılar , parafin gibi, tozlara ham dayanım sağlamak için kullanılır.
- Yağlayıcılar - çinko stearat gibi, takım aşınmasını azaltmak için kullanılır.

Bazı polimerler birden fazla amaç için kullanılabilir. Bu katkılar arasında dört grup yoğun olarak kullanılmaktadır.

**i. Yağlayıcılar:** Şekillendirme esnasında toz karışımının kalıba yapışmasına engel olmak için çeşitli yüzey aktif polimerlerden faydalanılır.

Toz ve şekillendirme kalıbı arasındaki sürtünme temel bir sorundur. Bu sürtünme ne kadar fazla ise kalıp ömrü kadar kısa olur. Ayrıca sinterleme sonrası ürünlerdeki boyutsal değişim ve kusur oranı da o kadar fazladır. Kalıpla preslemede sıkıştırılmış ham parçanın kalıp içerisinden itilerek çıkartılması kalıp duvarının yağlanmasına bağlıdır. Bu nedenle kalıp aşınmasını en aza indirmek ve kalıptan çıkartmayı kolaylaştırmak için yağlayıcı polimerler kullanılır.

Yağlama, yağlayıcının kalıp duvarına sürülmesi veya doğrudan preslenecek toza katılması şeklinde uygulanır. Teorik olarak kalıp duvarının yağlaması tercih edilir, ancak karmaşık şekilli parçaların seri üretiminde bu durumun sağlanması kolay değildir. Bu nedenle yağlayıcılar genellikle presleme öncesi tozun içerisine ilave edilir. Şekillendirme esnasında yağlayıcı, takıma karşı viskoz bir tabaka oluşturarak sürtünmeyi azaltır. Yağ gibi düşük vizkoziteli yağlayıcılar, preslemede kullanılan yüksek basınçtan dolayı takım ile toz temas noktalarından sızarak uzaklaşmasından dolayı etkili değildir.

Yağlayıcı miktarları genellikle ağırlıkça % 0,4-1,5 oranında kullanılır. Genellikle stearatlar bu amaca uygundur.

**ii. Bağlayıcılar:** Soğuk izostatik presleme, kalıpta sıkıştırma, enjeksiyon kalıplama, şerit döküm ve slip döküm gibi işlemlerde kullanılır. Bağlayıcılar etkili yapıştırıcılar olup ham

kütlenin dayanımının artırılmasını sağlar. Yağlayıcılardan farklı olarak dökülmüş kütlenin ham dayanımını artırır. Ayrıca sert parçacıklar için, şekillendirme açısından büyük önem taşırlar.

Ucuz olmaları ve ısıl ergime ile kolayca uzaklaştırılmaları nedeniyle genelde basit mum benzeri polimerler kullanılır. Başarılı bağlayıcılar kolay dağılma, kararlı viskozite, tozlara yapışma ve şekillendirilmiş parçalara iyi dayanım sağlama gibi şartları sağlar.

**iii. Dağıtıcılar:** Küçük parçacık boyutu yüksek yüzey alanına sahip olması nedeni ile paketlenmeyi ve akmayı azaltır. İsteyerek yapılan topaklanma, toz işlemlerini kolaylaştıran bir seçenektir. Aksine bazen bir dağıtıcı, parçacıklar arası kuvvetleri dengeleyerek, daha yüksek paketlenme yoğunluğuna ve daha iyi akmaya yardımcı olur. Yaklaşık tüm dağılım küçük bir tozun sıvı içinde çalkalanması ile yapılır. Sıvı, yüzey gerilmesini azaltmaktadır. Ultrasonik çalkalama dağılım sağlamanın bir yoludur. Dağılım yüzey aktif polimerlerin toz yüzeyine tutunmasını ve böylece parçacıkların birbirini itmesini gerektirir.

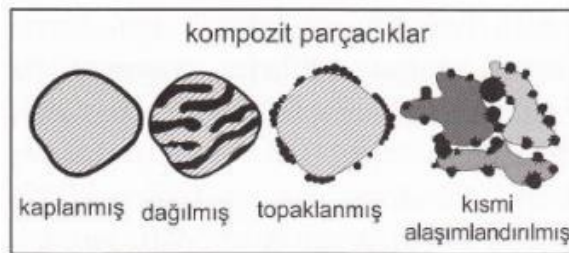
Dağılım sağlamanın en iyi yöntemlerinden birisi de tozların üretimi esnasında yüzeylerinin polimer ile kaplanmasıdır. Bu, topaklanmaların oluşumunu önleyecek ve böylece depolama sonrası tozların kullanılma aşamasında dağıtılmalarına gerek duyulmayacaktır. Bu işlem temiz toz yüzeyi üzerine kendiliğinden polimerize olan uçucu moleküllerle gerçekleşir.

**iv. Topaklayıcılar:** Küçük tozlar, küresel şekil kazandırmak ve böylece kalıp boşluğunu hızlı ve homojen şekilde doldurmak amacı ile kasıtlı bir şekilde topaklaştırılır. Bu tür özellikler yüksek hızda yapılan imalat işlemlerinde önemlidir. Bu nedenle, küçük tozlar çoğunlukla püskürtülerek kurutma veya elektrostatik yöntemlerle topaklaştırılır.

Topaklanma için çoğunlukla polivinil alkol, polietilen glikol, parafin gibi çeşitli polimerler/mumlar kullanılır. Bu topaklayıcıları çözmek için genellikle su kullanılır. Su uzaklaştığında toz bağlanarak küresel şekilde topaklaşır.

Bahsedilen söz konusu katkılar sinterleme sıcaklığına kadar yapılan ısıtma işlemleri esnasında yakılarak üretilen parçadan uzaklaştırılır.

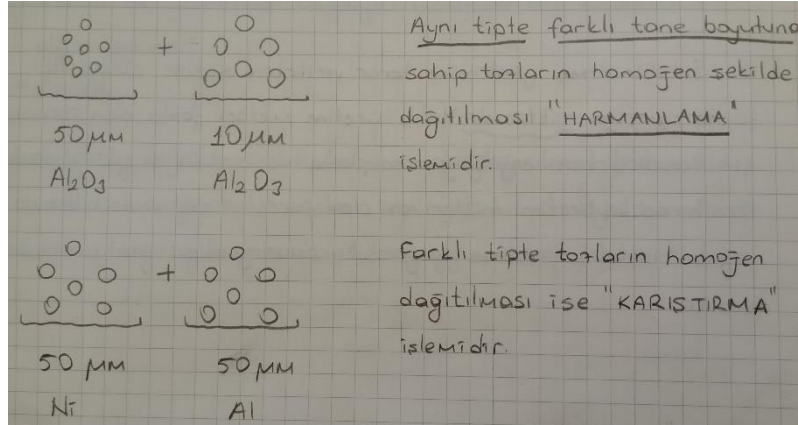
**Kaplanmış ve Bağlanmış Tozlar:** Kompozit bir parçacık görüldüğü gibi iki veya daha fazla faz içerir. İkinci faz, kaplama veya yapı içerisinde mevcut olabilir. Kompozit parçacıklar, yüksek performanslı çelik oluşumunda olduğu gibi, birçok durumda kullanışlıdır.



Şekil 13. Parçacıklar İşlem Görerek Kompozitler Haline Getirilebilir. <sup>10</sup>

<sup>10</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

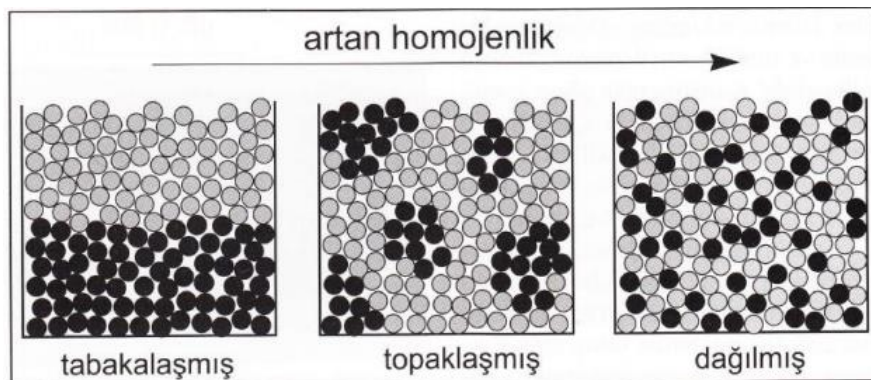
**Karıştırma ve Harmanlama:** Tozların homojen olarak bir araya gelmesine katkıda bulunurlar. **Harmanlama**, farklı boyutlarda ancak aynı bileşime sahip tozların karıştırılması olarak tanımlanabilir. **Karıştırma** işlemi ise farklı bileşime sahip tozların bir araya getirilmesidir. Karıştırma ayrıca toz kümelerinin şekillendirmeyi kolaylaştırıcı bağlayıcılar, presleme sonrası ham gövdeyi (green compact) kalıptan çıkarmayı kolaylaştırıcı yağlayıcılar gibi polimer katkılarıyla homojen şekilde birleştirilmesi için de gereklidir (Şekil 12).



**Şekil 14.** Karıştırma ve Harmanlama.

Karıştırma ve harmanlama işlemleri; özel parçacık boyut dağılımı hazırlanması, sinterleme esnasında yeni alaşımların oluşturulması amacıyla tozların birleştirilmesi, sıkıştırma için yağlayıcıların eklenmesi ve şekillendirme için toz-bağlayıcı karışımının hazırlanması için gereklidir. Tozların harmanlanmasının ana sebebi genel olarak taşıma esnasında titreşimler ile oluşan ayrışmanın engellenmesidir. Ayrışmanın üç nedeni olmasına rağmen (parçacık boyutu, yoğunluk ve şekildeki farklılıklar), boyut farkından ileri gelen ayrışma en baskın olanıdır

**Karışımın Homojenliği:** Karışımın homojenliği, belirli noktalardan alınan yoğunluk, ısı kapasitesi, elektrik iletkenliği, vizkosite ve hatta renk testleri kullanılarak bileşim farklılıklarının ölçümü ile belirlenir. Karışımın kalitesi geniş aralıkta alınmış numunelerin karşılaştırılması ile değerlendirilir. 3 farklı düzeyde homojenlik vardır. Bunlar büyük ölçekli ayrışarak tabakalaşmış yapılar kısmi homojenlik içeren topaklanmış yapılar ve iyi dağılmış ideal homojen yapılardır.



**Şekil 15.** İşlemlere Göre Değişen Homojenlik. <sup>11</sup>

<sup>11</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

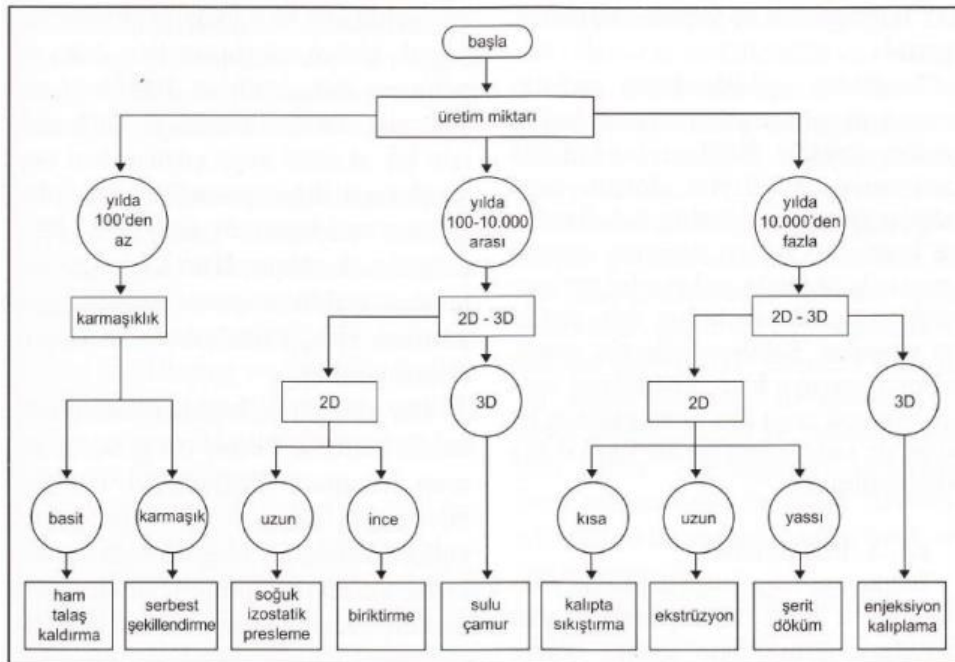
**Peletleme ve Taneleme:** Seramikler (alümina gibi), intermetalikler (nikel alüminit, NiAl gibi), sıcaklığa dayanıklı metaller (volfram W veya molibden Mo) ve bileşikler (volfram karbür WC veya titanyum diborür TiB<sub>2</sub>) gibi küçük sert parçacıklar, serbest akmazlar ve görünür yoğunlukları düşüktür. Bu nedenle bu tozların preslenmesi zordur. Ayrıca, küçük tozlarda görünen parçacıklar arası yüksek sürtünme, işlenmelerini de zorlaştırır. Bu nedenle akmayı sağlamak için kasıtlı olarak büyük topaklanmalar oluşturulur. Toz bulamaç hale getirilmek için organik ve uçucu maddelerle karıştırılır. Bulamaç püskürtülerek veya merkezkaç atomizasyonu ile ısıtılmış serbest halde düşebileceği bir hazne içine gönderilerek, damlacıkların yüzey gerilmesinin de yardımı ile küresel topaklar oluşturması sağlanır.

#### 4.2. Toz Şekillendirme

Toz metalürjisinde parça, temel olarak 4 farklı yaklaşımla şekillendirilir.

- Gözeneklerin sulu çamurda bağlayıcılar ile doldurulduğu yöntemler (Toz enjeksiyon kalıplama vb.)
- Yüksek basınç etkisi ile parçacıkların bağlanması ve ham kütlelerin oluşturulması
- Basınç ve sıcaklığın aynı anda uygulanmasıyla tozların sıkıştırılması (sıcak izostatik presleme)
- Serbest şekillendirme teknikleri / Sinterleme ile şekillendirme

Tozun hangi yöntemle şekillendirileceği seçilirken iki faktör dikkate alınmalıdır. İlk faktör yıllık üretim miktarıdır. Bir parçanın yılda 10.000'den fazla üretimi yapılacaksa kalıpta sıkıştırma, enjeksiyon kalıplama ve ekstrüzyon gibi yöntemler tercih edilir. Ancak, yılda 100 parçadan daha az üretim gerçekleştirilecekse sulu çamur, soğuk izostatik presleme ve sıcak yoğunlaştırma yöntemleri daha ekonomiktir.



Şekil 16. Uygun Toz Şekillendirme Yöntemini Seçebilmek İçin Gereken Akış Diyagramı. <sup>12</sup>

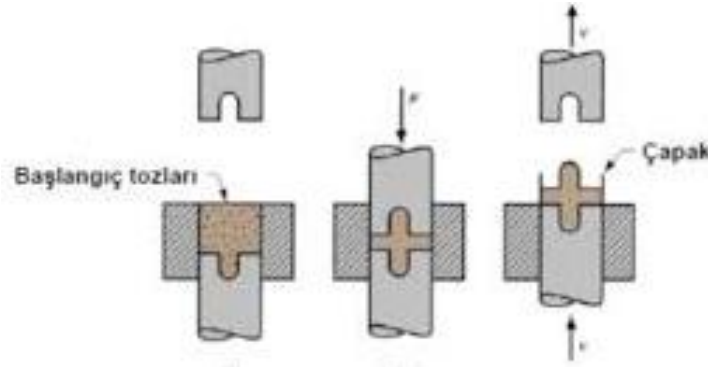
<sup>12</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu



Yöntem seçiminde ikinci parametre ise parçanın geometrisi yani karmaşıklığıdır. İki boyutlu (2D) şekiller, uzunlukları boyunca aynı profile sahip olup uzunluk-kalınlık veya çap-uzunluk gibi iki boyut ile tanımlanırlar. Üç boyutlu (3D) şekiller ise her üç eksen boyunca tanımlanması gereken karmaşık parçalardır. Üretim miktarına bağlı olarak serbest şekillendirme, sulu çamur veya enjeksiyon kalıplama teknikleri birçok özellik gerektiren karmaşık şekilli üç boyutlu parçaların üretilmesi için oldukça uygundur. Diğer şekillendirme teknikleri üretilecek parçanın boyut oranına bağlıdır.

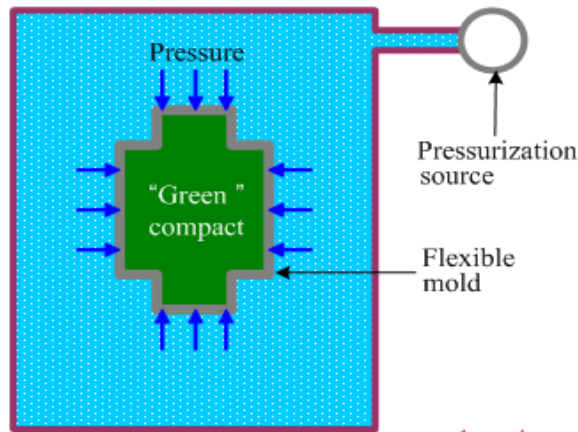
Şekil 16, en uygun toz şekillendirme yöntemini seçebilmek için gereken akış diyagramını göstermektedir.

**A. Tek Eksende Presleme:** İki rijit plaka arasında kalıp içerisine yerleştirilmiş tozun tek eksenli bir basınç altında sıkıştırılması yöntemidir (Şekil 17.). Tek eksenli kalıp sıkıştırma, kolay ve ekonomik bir yöntem olup kesme uçları, aşındırma ve kesme diskleri gibi basit şekilli parçaların seri üretimi için uygundur.



Şekil 17. Tek Eksenli Presleme.

**B. İzostatik Presleme:** Sıkıştırılmış tozları çevreleyen bir sıvı ya da gaz ortam içinde birden fazla yönden gelen basınç uygulayarak elde edilen toz sıkıştırma yöntemidir. Esnek poliüretan bir kalıbın basınçlı bir akışkan ortam içerisine daldırılması ile elde edilir. Yöntemin uygulama sıcaklığına bağlı olarak soğuk ve sıcak izostatik presleme adı verilen iki farklı uygulaması vardır.



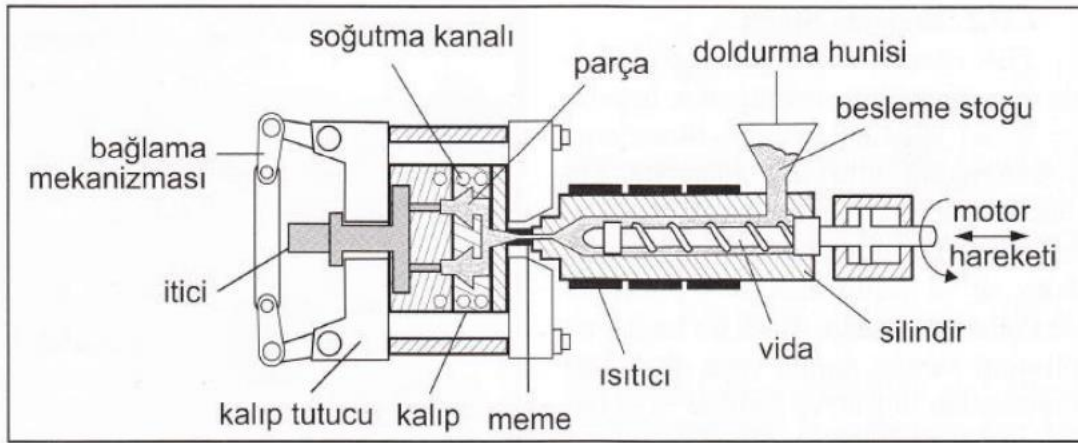
Şekil 18. İzostatik Preslemenin Şematik Görünüşü.



Soğuk izostatik presleme oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Sıcak izostatik presleme (HIP) ise yüksek sıcaklıklarda yapılır. Basınç ortamı olarak, bir gaz (Azot veya argon) kullanılır. Sıcak izostatik presleme yönteminde uygulanan çalışma basınçları, 44,000 psi (100 Mpa 300 MPa) 15.000 psi arasında değişmektedir.

HIP yönteminde presleme ve sinterleme birlikte gerçekleştiği için toz parçacıkların gözenek ve boşluklarının iyileşmesine neden olur.

**C. Enjeksiyonla Kalıplama:** İşlem tozların ve uygun bağlayıcıların karıştırılması ile başlar. Yüksek sinterleme yoğunluğuna ulaşabilmek için genellikle küresel şekle yakın ve ortalama çapı 20 µm'un altında olan parçacıklar kullanılır. Kullanılan bağlayıcılar termoplastik karışımlardır ve akış özelliklerine yardım ederek tozun kalıbı doldurmasına yardımcı olur. Tozlar kalıplandıktan sonra bağlayıcı uzaklaştırılır ve yapı sinterlenir.



Şekil 19. Enjeksiyon Kalıplama Makinesi. 13

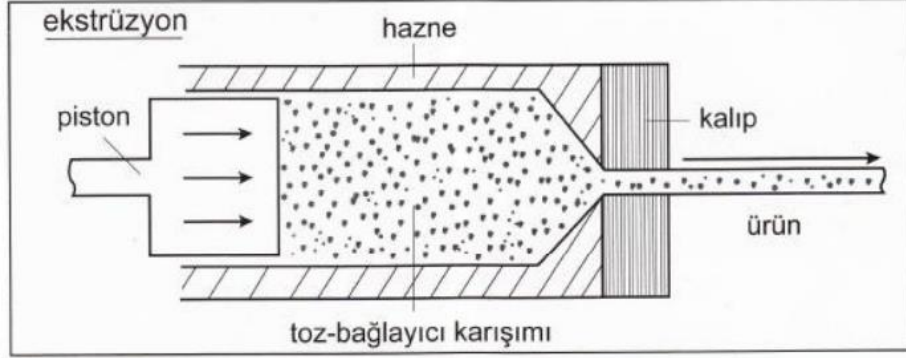
Enjeksiyonla kalıplama yöntemi genellikle polimer şekillendirme amacıyla kullanılır. Toz metalürjisi amacıyla kullanılan cihazlar da aynı cihazlardır. Yöntemin en önemli avantajı seri üretime uygun olması ve diğer yöntemlerle kalıplanamayacak kadar karmaşık parçaların kalıplanmasına imkan tanımasıdır.

**ÖNEMLİ NOT:** Kalıplamadan sonra bağlayıcı parçadan (HAM GÖVDEDEN) "bağlayıcı uzaklaştırma" denilen bir işlem ile uzaklaştırılır. Bağlayıcı uzaklaştırma için ısı, çözücü ve kılcal yöntemler başta olmak üzere pek çok seçenek vardır. Isıl bağlayıcı uzaklaştırma yöntemi en sık kullanılan yöntem olup, parça yavaş yavaş 600 'C'nin üzerine ısıtılarak bağlayıcı ayrıştırılır. Bir diğer alternatif ise, parçayı bir çözücü içerisine daldırmaktır. Böylece bağlayıcı bileşenlerinden birisi çözünerek uzaklaştırılır. Kılcal yöntemde ise kılcal kuvvetler sıvı bağlayıcının büyük gözeneklerden daha küçüklere yavaş yavaş hareket etmesine neden olur. Yöntemin başarılı olabilmesi için bağlayıcı moleküllerinin kılcal boşluklardan küçük olması gerekir.

**D. Ekstrüzyonla Kalıplama:** Çubuklar, tüpler ve matkap uçları gibi ince uzun şekilli parçaların kalıplanmasında ekstrüzyon yöntemi tercih edilir. Toz-bağlayıcı karışımı ısıtılmış hazneye yerleştirilir ve bir piston yardımıyla sıkıştırılır. Şekil verme kalıbı haznenin çıkışındadır.

<sup>13</sup> Toz Metalürjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

Ürünün şekli ekstrüzyon kalıbına bağlıdır. Basit durumlarda şekil dairesel bir deliktir, ancak çoğu zaman üretilecek parçada merkezi delikler, kayar kama yerleri veya diğer geometrilerin bulunması gerekir. Bal petekleri gibi şekillerin oluşturulmasında kalıp merkezine maça oluşturmak için ızgaralar kullanılır.



Şekil 20. Ekstrüzyonla Kalıplama. <sup>14</sup>

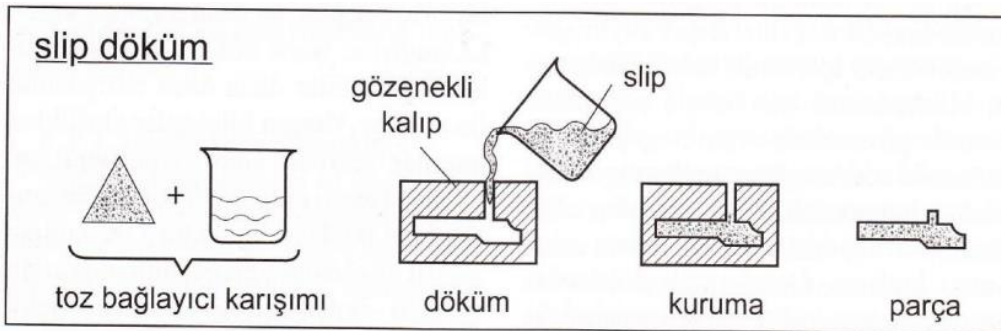
Genellikle parçanın içerisinde hava kabarcıkları kalmasını engellemek için besleme stoğu içerisindeki hava, karıştırma işlemi esnasında alınır. Bağlayıcı katılaştıktan sonra yapıştırıcı gibi davranıp parçacıkları üretim esnasında bir arada tutar ve sinterlemeden önce daha önce de bahsedildiği gibi uzaklaştırılır.

Kapasitörler, mikro-elektronik altlıklar, kaynak çubukları gibi parçalar ekstrüzyon yöntemi ile şekillendirilir.

#### D. Sulu Çamur Teknikleri

Sulu çamur yöntemlerinde kullanılan karışımın (toz+katkılar) viskozitesi enjeksiyon kalıplama ve ekstrüzyon kalıplama yöntemlerinde kullanılan karışıma göre düşüktür.

**i. Slip (Sıyırma) Döküm:** Yöntemde üretilmek istenilen toz ve katkı elemanlarından (genellikle bağlayıcı) hazırlanan çamur gözenekli bir kalıp içerisine dökülür (Şekil 21.). Kalıp içerisindeki gözenekler, karışım içerisindeki suyu gözenekler yardımıyla kılcal etkiyle uzaklaştırır. Parça doğal kurumaya bırakılır.



Şekil 21. Slip Döküm İşleminin Şematik Gösterimi. <sup>15</sup>

<sup>14</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

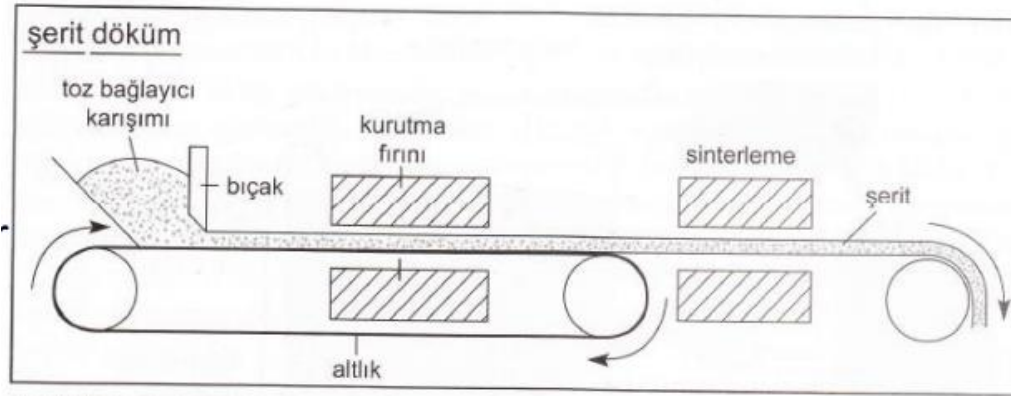
<sup>15</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

Slip dökümde kullanılan kalıbın gözenek büyüklüğü yaklaşık 0,1 µm'dur. Parçanın kalıp içerisinde kuruma süresi parça kalınlığına bağlı olarak birkaç dakikadan 24 saate kadar olabilir. Bu süre, kalıbın dışına vakum uygulayarak, sulu çamuru sıkıştırarak veya kalıbı dönme kuvvetlerinin etkisine maruz bırakarak kısaltılabilir.

Sıyırma döküm porselen, lavabo gibi sıhhi tesisat elemanlarının yapımında sıklıkla uygulanır.

**ii. Şerit Döküm:** Bu yöntemde düşük viskoziteli toz- çözücü-polimer karışımlarını kullanılır. Ancak, oluşum basamağı, hareket eden bir plastik tabaka üzerinde karışımın çökelerek birikmesidir.

Burada toz-bağlayıcı çamuru hareket eden bir plastik tabaka üzerine sürekli beslenir ve ardından küçük bir aralıktan geçer. Çamur bir neşter vasıtasıyla sabit kalınlıkta tabaka haline getirilir. Daha sonra, çözücü buharlaştırılır, geride kalan bağlayıcı tozları birbirine bağlar ve taşıma mukavemeti kazandırılır.



Şekil 22. Slip Döküm İşleminin Şematik Gösterimi. <sup>16</sup>

“Doctor-blade” prosesi olarak da ifade edilen bu yöntem öncelikle fotoğraf filmi elde edilmesinde uygulanmıştır. 1970li yıllardan beri de seramik üretimi ile toz metalürjisinde yer almaktadır. Toz karışımının hareket eden ve yapışma özeliği olmayan bir bantın üzerine, duran bir sıyırıcı yardımıyla aynı kalınlıkta dağıtılması ve akabinde dispersiyon sıvısının kontrollü bir şekilde buharlaştırılması veya sinterlenmesi yöntemin temel prensibini oluşturmaktadır.

Şerit döküm pil elektrotları, lehimleme tabakaları, mikroelettronik altlıklar, kaplamalar ve ince folyoların üretiminde kullanılır.

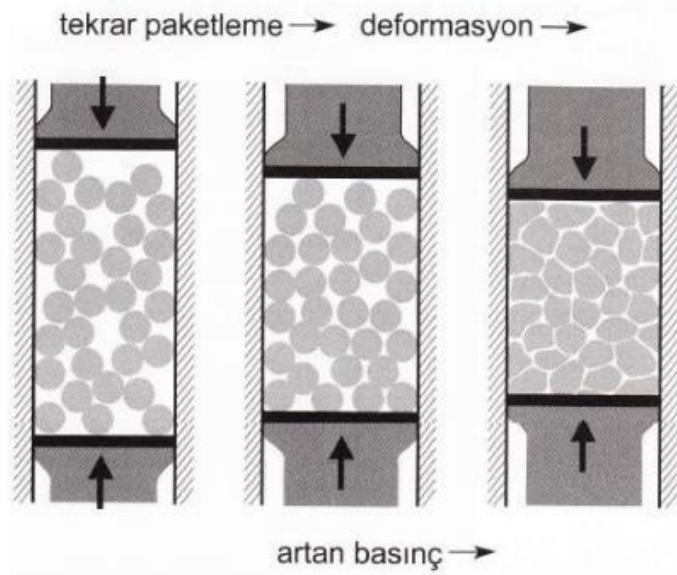
<sup>16</sup> Toz Metalürjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

## BÖLÜM V.

### TOZUN SIKIŞTIRILMASI

Tozlara en yaygın şekillendirme ve yoğunluk kazandırma yöntemi kalıpta sıkıştırma yöntemidir. Kalıpta sıkıştırma, tozu istenilen şekile preslemek için alt ve üst zımbalar yardımıyla basınç uygulanmasıdır. Sıkıştırma sonrasında parça kayda değer bir mukavemet değerine ulaşmış olsa da, asıl mukavemetine sinterlemeden sonra ulaşır. Sıkıştırma kalıpları toz, pres ve istenilen parça şekli dikkate alınarak tasarlanır. Kalıp yüzeyindeki sürtünmeler, sıkıştırılmış tozda yoğunluk farklılıkları meydana getirir, bu da sıkıştırma presleme yönünde ince olan parçalarla sınırlar.

Tozlar, basınç uygulandığında; önce parçacıkların birbiri üzerinden kayması ile daha sonra da yüksek basınçlarda parçacığın şekil değiştirmesiyle yoğunlaştırılırlar. Yoğunluk artması düşük basınçlarda önce hızlıdır, fakat gözenekler kapandıkça toz yoğunlaşmaya karşı artarak direnç gösterir (Şekil 23).



Şekil 23. Toz Sıkıştırma Kademeleri. <sup>17</sup>

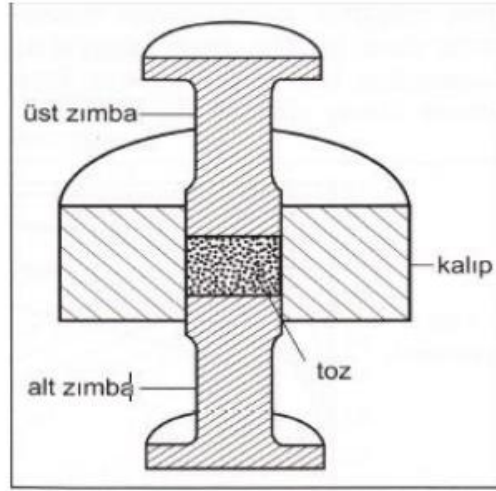
Sıkıştırılan tozun sertliği basınca karar vermede önemli bir parametredir. Sıkıştırma öncesi toz görünür yoğunluktadır, her bir parçacık 4-6 komşusu ile temas halindedir. Bu aşamada tozun herhangi bir bağ mukavemeti yoktur.

Basınç uygulandıkça parçacıklar yerleşir, şekil değiştirir ve bağ oluşturur. Şekil değiştirme parçacıkların sertliğini artırdığından, sıkıştırma devam ettirmek için daha yüksek basınç gerekir. Neticede malzeme geri dönüşü olmayan bir noktaya kadar sertleşir.

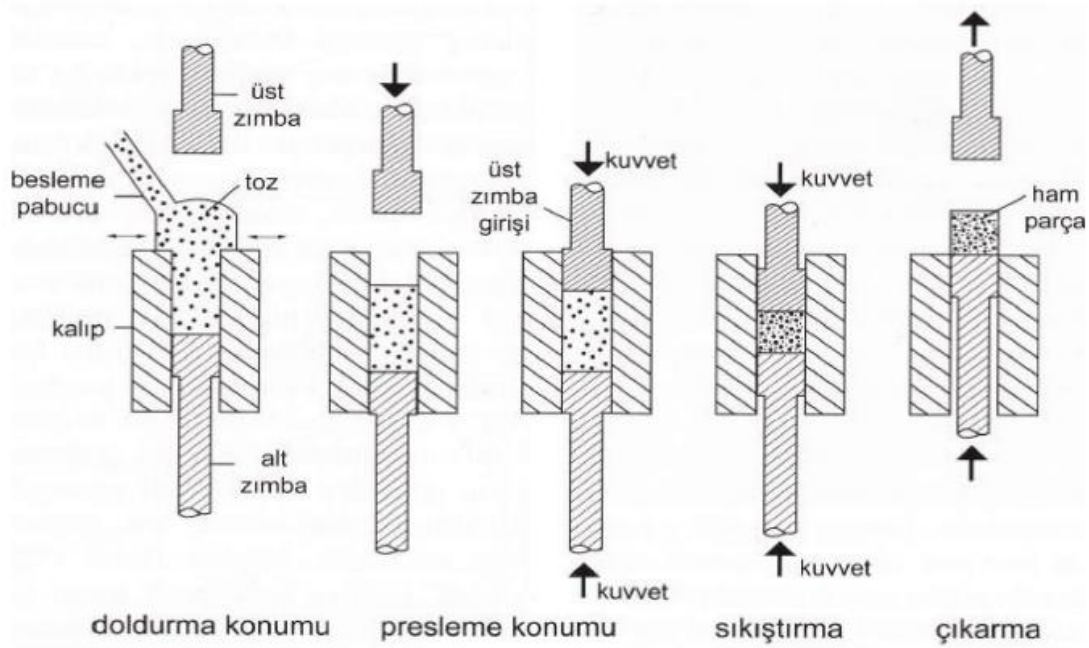
Tek eksenli sıkıştırma durumunda kalıp Şekil 24'te görüldüğü gibi tasarlanır. Alt zımbanın konumu dolum esnasında kalıba ne kadar toz doldurulacağını belirler. Daha sonra toz, kalıp boşluğuna doldurulur. Yoğunlaştırma, zımbaların kuvvet altında kalıp merkezine doğru

<sup>17</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

hareket etmesiyle sağlanır. Sonunda üst zimba geri çekilir ve alt zimba hareket ettirilerek parça çıkarılır (Şekil 25).



Şekil 24. Toz Sıkırtmada Kullanılan Zimba-Kalıp Seti. <sup>18</sup>



Şekil 25. Kalıpta Sıkıştırma Aşamaları <sup>19</sup>

Sıkıştırılmış toza ham parça veya ham gövde adı verilir. Presleme sonrasında, sinterlemeden önce parçanın sahip olduğu yoğunluk ham yoğunluk, mukavemet ise ham mukavemet olarak adlandırılır. Ham mukavemet, ham parçanın eğilme testine maruz bırakılmasıyla belirlenir; koordinasyon sayısı, temas büyüklüğü, kısmi yoğunluk ve parçacıkların temas kalitesine bağlıdır.

<sup>18</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş,Nuri Durlu

<sup>19</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş,Nuri Durlu

Sıkıştırma esnasında kuvvet daha fazla parçacığa yayıldığı için koordinasyon sayısı artar. Buna bağlı olarak, ham yoğunluğu artırmak için daha fazla basınç gerekir.

Tozun sıkıştırılmamış halinde koordinasyon sayısı 4-6 arasında başlar. Sıkıştırma sırasında  $N_c$  koordinasyon sayısının yoğunluk ile ilişkisi;

$$N_c = 14 - 10 (1 - \rho)^{2/5}$$

formülasyonu ile ifade edilir. Tam yoğunlukta koordinasyon sayısı 14'e kadar yükselebilir.

Sıkıştırma aşamaları düşük basınçlarda toz kümesini oluşturan parçacıkların yer değiştirmesi ile başlar. Bu aşamada yoğunlaşma miktarı azdır. Sonraki aşamada sünek tozlar görünür şekilde deformasyona uğrar. Sert malzemeler ise 1GPa'ı aşan yüksek basınçlarda preslenirler. Küçük parçacıklar ise sıkıştırma esnasında hızla sertleştiklerinden sıkıştırılmaya karşı direnç gösterirler ve böyle parçacıkların sıkıştırılmaları daha zordur. Buna ek olarak, iç yapılarında gözenek içeren sünger şekilli tozlar, bu gözeneklerin direnç göstermesinden dolayı zor sıkıştırılırlar. Sıkıştırılabilmeye etki eden faktörlerden bir diğeri de malzeme yapısıdır. Alaşımlama mukavemeti artırır ancak sıkıştırılabilirliği azaltır.

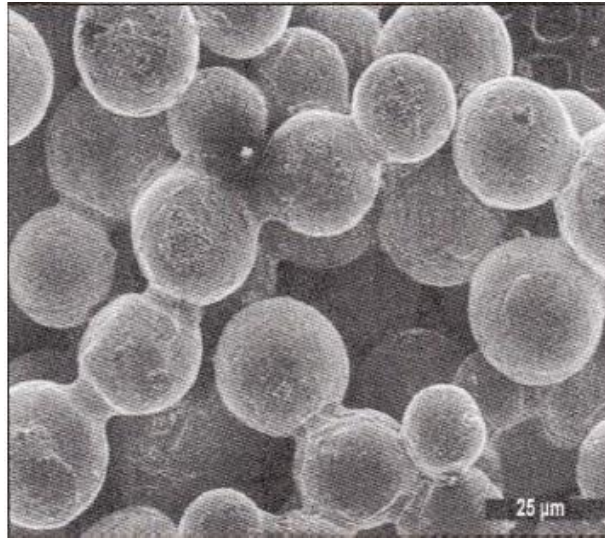


## BÖLÜM VI.

### SİNERLEME

Sinterleme, parçacıkların birbirlerine bağlanmasını sağlayarak önemli derecede mukavemet artışına ve özelliklerin iyileşmesine neden olan pişirme adıımıdır. Sinterleme, birbirine temas eden parçacıkların yüksek sıcaklıklarda birbirine bağlanmasını sağlar. Bu bağlanma, ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleriyle veya sıvı fazda oluşabilir.

Sinterleme, mikroyapıda temas eden parçacıklar arasında boyun verme ile gözlenebilir. Şekil 26'da küresel parçacıklar arasında katı halde boyun oluşumu görülmektedir. Bu boyunlaşma mukavemetin ham mukavemete oranla artmasını ve diğer birçok özelliğin iyileşmesini sağlar.



Şekil 26. Sinterleme Esnasında Boyun Oluşumu. <sup>20</sup>

Sinterleme, yüksek sıcaklıkta atomların yayınıını ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşir. Toz üretimi, malzemeye enerji vererek yüzey alanı veya yüzey enerjisi oluşturma işlemidir. Sinterleme ile bu yüzey enerjisi giderilir. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu ile ters orantılıdır. Bu nedenle, daha yüksek özgül yüzey alanına sahip olan küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahiptir ve daha hızlı sinterlenir. Fakat, yüzey enerjisinin tamamı sinterlemeye harcanmaz. Kristal yapıli katılarda, hemen hemen bütün parçacık temas noktaları sınırlarını enerjisine sahip olan tane sınırı oluşturur. Böylece boyun büyümesi yüzey enerjisini azaltırken, tane sınırı enerjisini de artırır. Doğal olarak, bu sadece yüzey enerjisindeki azalmanın tane sınırı enerjisindeki artıştan yüksek olması durumunda meydana gelir.

**Polimer Yakma:** Sinterleme öncesi, bağlayıcı veya yağlayıcı olarak kullanılan polimerler uzaklaştırılmalıdır. Polimer yakma işlemi, ham parçanın polimerin kararlılığını kaybedip buharlaşarak bileşenlerine ayrıştığı sıcaklıklara ısıtılması sırasında gerçekleşir. Isı, polimeri önce ergitir ve daha sonra molekül bağlarını kopararak ham parçadan buharlaşarak ayrılan küçük moleküllerin oluşmasını sağlar.

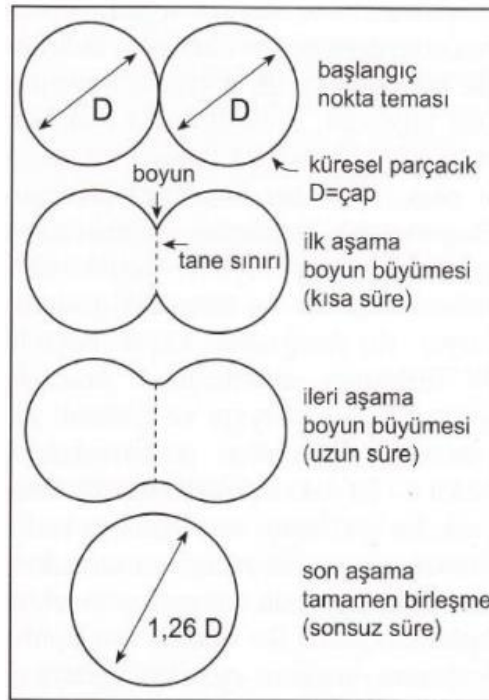
<sup>20</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

Toz metalurjisinde kullanılan polimerlerin çoğu karbon-karbon, karbon-oksijen ve karbon-hidrojen bağı gibi aynı tür temel bağları içerir. Bu nedenle, polimerlerin çoğu aynı sıcaklık aralığında yanar. Buharlaşan moleküller metan, karbondioksit, karbon monoksit, su ve diğer yanma yan ürünlerinin karışımından oluşur. Polimer yanması fırın atmosferine oksijen gibi aktif elementlerin katılmasıyla hızlandırılabilir. Argon gibi nötr atmosferler bütün ayrışma ürünlerinin doğrudan polimerden oluşmasını gerektirir. Oksijen ve hidrojen yetersizliği kurum oluşumuna ve karbon kirlenmesine yol açar.

### 6.1. Katı Fazda Sinterleme

Sinterlemenin itici gücü yüzey enerjisinin azaltılmasıdır. Rastgele atom hareketleri sırasında, atomlar mikroyapıdaki boşlukları doldurur. Kavisli yüzeylerin atom yerleşmeleri üzerine etkisini göstermenin bir yolu gerilmeye bakmaktır.

Şekil 27'de gösterildiği gibi birbiriyle temas halinde olan iki küresel parçacığı esas alacak olursak, ham parça içerisinde her bir parçacık üzerinde bu türde birçok temas noktası vardır. Sinterleme işlemi ilerledikçe birbirine temas eden parçacıklar arasındaki bağ büyür ve birleşir. Her temas noktasında bir tane sınırı büyür ve katı-buhar ara yüzeyinin yerini alır. Uzun süre sinterleme, iki parçacığın birleşerek tek küresel parçacık oluşturmasını sağlar.



Şekil 27. Sinterlemede Parçacıklar Arası Bağ Oluşumu. <sup>21</sup>

Sinterlemenin ilk aşaması, her parçacık üzerinde birkaç noktada boyun büyümesidir. Sıkıştırma olmadan parçacıklarda temas küçük noktalar ile başlar. Başlangıçta gözenekler düzensiz ve köşeli şekildedir. Boyun zamanla dışbükey bölgedeki atomlar tarafından doldurulan bir içbükeyliği temsil eder. Boyun büyüdükçe kavis azalır ve işlem yavaşlar. Sinterlemenin ara

<sup>21</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

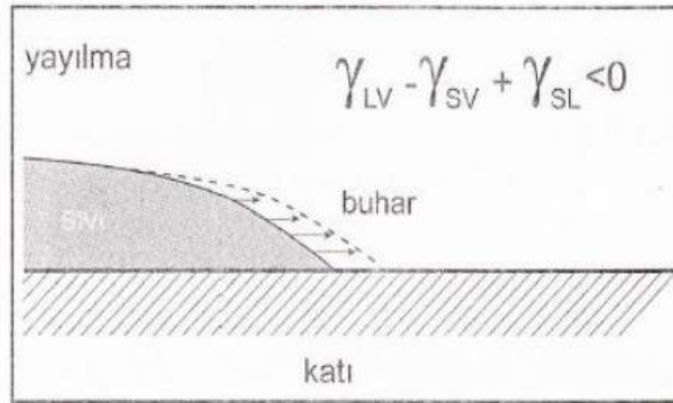


aşamasında gözenekler yuvarlaklaşır, fakat gözeneklerin etrafındaki kavis kütle transferi için itici güç oluşturmaya devam ederek içbükey bölgeleri doldurur. Sinterlemenin ara aşamasında, boyunlar birbiri ile etkileşecek ve örtüşecek ölçüde büyümüştür. Her ne kadar gözenekler yuvarlaklaşıp düzgün hale gelse de hala dışa açıktırlar. Diğer bir ifade ile, akışkanlar ham parça içine girip çıkabilir. Sinterlemenin ilerlemesiyle taneler büyür ve gözenekler küçülür. Sinterlemenin son aşamasında gözenekler kapalı ve küreseldir.

Tam yoğunluğa yaklaşılrken tane sınırı hareketini zorlaştıran gözenek sayısı azaldığından tane büyümesi hızlanır. Gözenekler, sadece önemli oranda bulunduklarında tane büyümesine engel oluşturur.

## 6.2. Sıvı Fazda Sinterleme

Sıvı fazda sinterleme sırasında sıvı faz oluşumu sinterleme hızını büyük ölçüde artırır. Esas olarak sıvı faz, taneleri birbirine bağlayan ve içinde hızlı yayınının olduğu lehimi oluşturur. Sıvı faz sinterleme için temel gereksinim ıslatmadır (Şekil 28). Yani, sıvı faz katı tanesinin üzerine yayılmasıdır. Islatan bir sıvı, küçük temas açısına sahiptir. Temas açısı yüzey enerjilerinin dengesi ile tanımlanır. Genellikle, ıslatma katının sıvı içinde çözündüğü durumlarda gerçekleşir. Bunlara ilave olarak bu çözünürlük katının sıvı içinden yayınabilmesini sağlar. Bu şartlardaki yayılım hızları olası katı hal yayınımdan çok daha fazladır.



Şekil 28. Sıvı Fazda Sinterlemede Katı Parçacıkların Sıvı ile Islatılması. <sup>22</sup>

$$\gamma_{sv} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos \Theta$$

$\gamma_{sv}$ : Katı-Buhar Yüzey Enerjisi

$\gamma_{SL}$ : Katı-Sıvı Yüzey Enerjisi

$\gamma_{LV}$ : Sıvı-Buhar Yüzey Enerjisi

## 6.3. Sinterlemenin Uygulanışı

**i. Gereksinimler:** Sinterleme işlemi, ham toz parçayı istenilen kalite, şekil ve boyuta sahip bir ürüne dönüştürür. Sinterleme döngüsünü tanımlarken, göz önüne alınması gereken ilk husus,

<sup>22</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

sinter bağının istenilen seviyeye getirilmesidir. Parçacıklar arası bağ oluşturma yanında sinterleme döngülerinin oksit giderme gibi ikincil amaçları da vardır.

**ii. Sinterleme Atmosferi:** Sinterleme atmosferinin en önemli görevi, yüksek sıcaklıktaki kimyasal tepkimeleri kontrol etmektir. Ayrıca atmosfer, bağlayıcı veya yağlayıcı giderme, numunelere ısı yayılımını, zararlı katkıların oluşumunun engellenmesi ile karbon ve azot seviyeleri gibi son kimyasal bileşiminin kontrol edilmesinde önemlidir.

Preslenmiş ham parça, etrafındaki atmosfer ile kimyasal etkileşime girer ve bazı durumlarda atmosferden gaz emer. Karbürleme ve nitrürleme tepkimeleri son ürünün ağırlığını artıran örneklerdir. Buna karşılık oksit indirgeme atmosfere gaz transferine sebep olur. Böylece oksitlenme ve indirgeme, karbürleme-karbon yanması ve benzer tepkimeler sinterlemenin bir parçasıdır. Atmosferin bileşimi, malzeme ve istenilen kimyasal tepkimelere bağlıdır.

Oksit seramikler genellikle hava ortamında sinterlenir, ancak yüksek performanslı malzemelerin çoğu için koruyucu atmosfer gereklidir. Bu durum oksitler için de geçerlidir. Metallerin sinterlenme sırasında oksitlenmeden korunması ve absorbe edilen oksijen ve nemin ham parçadan uzaklaştırılması gereklidir. Metallerin sinterlenmesi için genellikle indirgeyici atmosfer gereklidir.

Bir toz metal parça sinterleme sıcaklığına ısıtılırken, parçacıklar nem veya oksijen absorbe ettiğinden dolayı ilk önce oksitleyici ortama maruz kalır ve gözenekler hava ile dolar. Yüksek sıcaklıkta parça ve atmosfer indirgeyici kısımda bulunur. Fakat soğuma sırasında, parça oksitlenme-indirgenme bölgesini geçerek oksitlenir. Bu durum yüksek sıcaklıkta gerçekleşirse, parça önemli ölçüde etkilenir. Bu bakımdan sinterleme sıcaklığından soğutma sırasındaki atmosfer kalitesi çok önemlidir. Soğutma esnasında temiz atmosferin sağlanması fırın tasarımında en önemli noktadır. İndirgenmeye benzer şekilde, sinterleme sırasında karbon veya azot gibi türler eklemek veya çıkarmak için atmosferler kullanılır. Karbon ilavesi genellikle metan ( $\text{CH}_4$ ) gazı, azot ise molekül  $\text{N}_2$  veya amonyak  $\text{NH}_3$  gazları ile yapılır.

Sinterleme atmosferi olarak hava, azot, argon, oksijen, hidrojen ve çeşitli gaz karışımları kullanılır. Tüm kimyasal tepkimeleri kontrol etmek için, atmosferdeki safsızlık seviyesinin bilinmesi önemlidir. Sinterleme sırasında ne olacağını oksijen, karbon monoksit, metan, karbon dioksit ve su buharı gibi gazların miktarı belirler.

Sinterleme için çeşitli atmosfer koşulları mümkündür:

- Oksitleyici (karbon dioksit, su veya oksijen)
- Nötr (argon, helyum veya vakum)
- İndirgeyici (hidrojen veya karbon monoksit)
- Hidritleyici (hidrojen veya amonyak)
- Hidrit giderici (vakum veya argon)
- Nitrürleyici (azot veya amonyak)
- Karbürleyici (metan veya propan)
- Karbon giderici (karbondioksit, su veya oksijen)

Bu atmosfer şartları tek değildir. Mesela hidrojen ve metan karışımı ile hem indirgeyici hem de karbürleyici ortam oluşturulabilir.

**Vakumlama İşlemi:** Vakum işlem, atmosferinin yokluğunu ifade eder. Vakum sinterleme için iyi izole edilmiş fırına ve ortaya çıkan buharı sürekli olarak dışarıya atan pompa düzeneğine ihtiyaç vardır. Bu bakımdan vakum altında sinterleme bir parti sinterleme işlemidir. Vakum sinterleme düşük basınçta sinterlemedir. Çünkü işlem atmosferindeki tüm gaz moleküllerini gidermek, uzayda bile mümkün değildir. Basınç genellikle normal atmosfer basıncı civarındadır. Vakum sinterleme sırasında düşük oksijen basıncı, oksitin çözünmesine ve indirgenmesine yol açar.

**iii. Polimer Yakma:** Sinterleme sıcaklığına ısıtma sırasında ilk işlem şekillendirmede kullanılan polimerin giderilmesidir. Eğer polimer fırının yüksek sıcaklık kısmına taşınırsa, safsızlıklar parçanın bileşimini, özelliklerini ve boyutlarını değiştirir.

**iv. Isı Kaynakları ve Isı Transferi:** Elektrik ile ısıtma sinterleme fırınları için en çok kullanılan yöntemdir. Fakat bazı durumlarda, özellikle seramik sinterlemede gaz-yakıtlı fırınlar kullanılmaktadır. Elektrikle ısıtma elemanı işlem atmosferi ve maksimum sıcaklığa bağlı olarak seçilir. Yüksek sıcaklıklar için en çok kullanılan ısıtıcı elemanlar grafit, volfram, molibden, molibden disilisit ve silisyum karbürdür. Grafit, düşük maliyetli olup vakum sinterleme için çok kullanılır. Grafit sinterleme sırasında atmosferdeki oksijen ile tepkimeye girerek indirgeyici karbon monoksit gazı oluşturur.

Silisyum karbür, hava ortamında kullanıldığında verimlidir, bu nedenle ısıtıcıların sinterleme atmosferi ile teması koruyucularla önlenir. Molibden ve volframın hava ile teması engellenmelidir. Böylece, ısıya dayanıklı metal ısıtıcılı fırınlar iki kısımdan oluşabilir; biri iş parçasını ve işlem atmosferini içerir, dış kısım ise ısıtıcıları korur.

## 6.4. Modern Sinterleme Yöntemleri

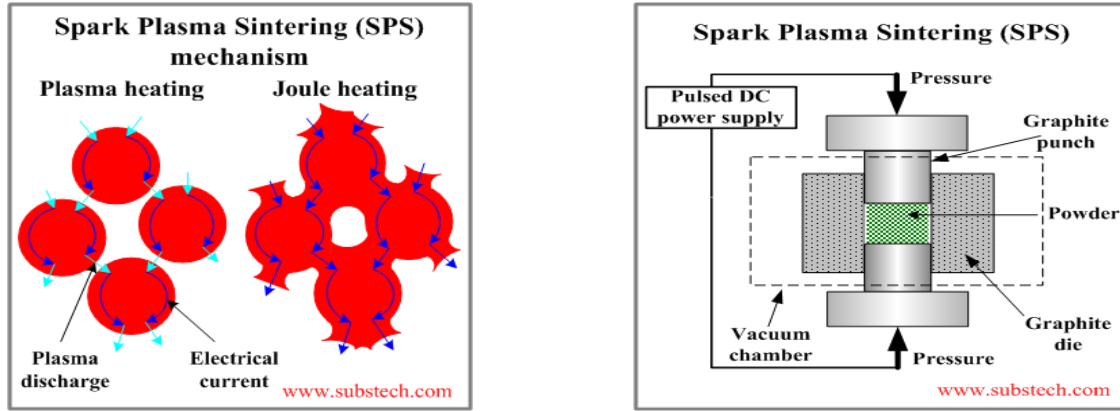
### a) Plazma Ark Sinterleme (Spark Plasma Sintering-SPS)

Ark plazma sinterleme veya değişken akımlı (on/off) elektrik sinterleme yöntemi, düşük basınç altında ve seramik toz partiküllerin hızlı bir şekilde yoğunlaştırılması için uygulanan tek eksenli bir sinterleme yöntemidir. Ark plazma sinterleme yöntemi için en kabul gören mekanizma komşu partiküller arasında ki boşlukta oluşan mikro arkın partiküllerin sinterlenmesinde etkin olduğu görüşüdür.

**i. Plazma ısıtma:** Plazma ark sonucunda komşu partiküller arasında birkaç santigrat dereceye varan bölgesel ısılar açığa çıkar. Mikroplazma arkının tüm hacim boyunca üniform olması nedeni ile açığa çıkan ısı da üniformdur. Bu sayede partikül yüzeylerindeki organik kontaminasyonlarda buharlaşarak yüzeylerin temizlenmesi sağlanır. Saflaşmış ve temizlenmiş partikül yüzeyleri bu sayede daha kolay eriyip birbiri içerisine difüze olur ve partiküller arasında standart boyun oluşumuna imkan verir.

**ii. Joule ısınma:** Bu aşamada DC akımı (pulsed on-off) bir partikülden diğerine boyun vasıtası ile geçer. Bu aşamada geçen elektrik akımı joule ısınmasına neden olur. Oluşan joule ısınması

atom ve moleküllerin boyun bölgesindeki difüzyon hızını artırarak tanelerin büyümesine neden olur. Bölgesel ısının karakteri ve üniform olması nedeni ile hızlı ısınma ve soğuma birlikte gerçekleşir. Bunun sonucu olarak tane sınırlarının aşırı büyümesi engellenmiştir.



Şekil 29. Plazma Ark Sinterleme Yönteminin Şematik Gösterimi.

**iii. Plastik deformasyon:** Isınan malzeme daha sonra yumuşar ve tek akslı kuvvet altında plastik deformasyona uğrar. Plastik deformasyon ve difüzyon neticesinde bu yöntemde teorik olarak % 99 üzerinde bir yoğunluk elde edilebilir.

Plazma ark sinterleme yöntemi grafit bir kalıp içerisinde gerçekleştirilir. Mekanik olarak tek akslı presleme yöntemi de benzerdir. Yük (15.000 psi/100 MPa) genel olarak toz gövdeye üst presleme plakası tarafından aktarılır. DC akım üst ve alt plakalara/elektrodlara monte edilmiştir.

Yöntemin Avantajları;

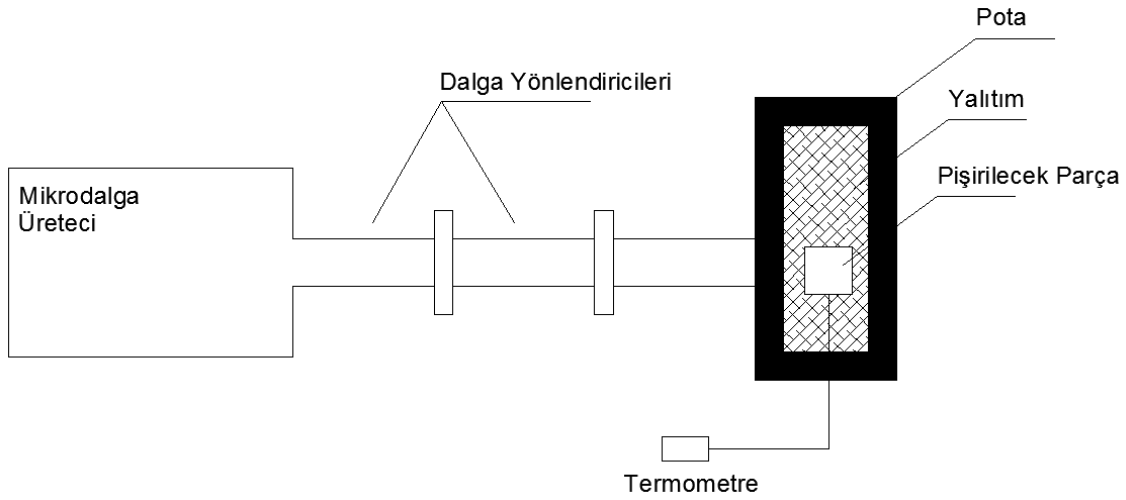
- Hızlı sinterleme işlemi
- Düzgün sinterleme
- Düşük tane büyümesi (nano-tahıl malzemeler hazırlanmış olabilir)
- Sıkıştırma ve sinterleme tek bir işlemle birleştirilir
- Bağlayıcılar gerekli değildir
- Daha iyi temizleme ve toz parçacıkları yüzeylerin aktivasyonu
- Farklı malzemeler (Metal, seramik, kompozit) işlenebilir
- Yüksek enerji verimliliği
- Kolay kullanım.

Yöntemin Dezavantajları;

- Sadece basit şekilli parçalar
- Pahalıdır, darbeli DC üretici gereklidir.

## b) Mikrodalga Sinterleme

Mikrodalga sinterleme genellikle geleneksel sinterlemenin aksine büyük oranda homojen ısıtma ve yüksek ısıtma hızları sağlar. Ayrıca seramik parçaların içerden başlayarak ısınmasını sağlar. Bu nedenle özellikle homojen mikroyapı ve özelliklere sahip olması gereken büyük seramik parçaların sinterlenmesine imkân tanır. Ancak bölgesel ısıtma nedeniyle çatlama ve ergime gibi riskler yöntemin dezavantajlarıdır.



Şekil 30. Mikrodalga Sinterleme Yönteminin Şematik Gösterimi.

Mikrodalgalar, mikroyapıdaki farklı bileşenlerin farklı mikrodalga soğurma özellikleri nedeniyle bunları seçici olarak ısıtabilir. Bu nedenle kompozit malzemelerin yapısında bulunan iğnecik, lif veya tanecik gibi ikincil fazların ana fazdan farklı olarak ısıtılmasını sağlar.

## BÖLÜM VII.

### TAM YOĞUNLUK İŞLEMLERİ

Toz Metalurjisinin (TM) uzay ve havacılık, biyomedikal, petrokimya, bilgisayar, savunma sanayi ve elektronik uygulamalarındaki kullanımı gözeneksiz mikroyapılar gerektirir. Sinterleme işlemi gözeneksiz yapılar için tek başına yeterli olmayabilir. Bu nedenle tam yoğunluğa ulaşmak için basınç ve sıcaklık aynı anda uygulanır.

Eğer ön şekillendirilmiş yapıdaki gözenekler büyük ve gaz dolu ise gözeneklerin sinterleme ile giderilmesi oldukça zordur. Böyle durumlarda bir dış basınç gözeneklerin kapanmasına yardımcı olur. Ancak işlem ek maliyet gerektirir.

Tam yoğunluk işlemleri gerilme (basınç) ve sıcaklığın farklı bileşimleriyle gerçekleşir ve 4 grupta sınıflandırılabilir;

- Sinterleme gibi difüzyon kontrollü işlemlerin etkin olduğu, yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen düşük gerilmeli teknikler.
- Sıcak İzostatik Presleme gibi orta sıcaklıklarda gerçekleşen orta gerilmeli teknikler,
- Toz dövme işlemi gibi düşük sıcaklıklarda plastik akma ile gerçekleşen yüksek gerilmeli teknikler,
- Patlamalı sıkıştırma gibi oda sıcaklığında tam yoğunluğa ulaşan çok yüksek gerilmeli teknikler.

Sıcaklık ve basınca ek olarak parçacık boyutu, ham yoğunluk ve parça mukavemeti gibi birçok parametreye bakılarak uygun tam yoğunluk işlemi tespit edilir. Tam yoğunluk işlemleri için en yaygın uygulama ergime sıcaklığına yakın sıcaklıklarda sinterlemedir. Diğer bir yaygın yoğunlaştırma tekniği ise sinterleme esnasında gözeneklerin ergimiş metal ile doldurulmasıdır. Emdirme olarak bilinen bu işlemde etkin mekanizma olan kılcal basınç, P, gözenek büyüklüğü ile değişir.

$$\Delta P = \frac{2 \gamma \cos \theta}{dp}$$

- P : Kılcal Basınç  
γ : Sıvının Yüzey Enerjisi  
θ : Temas Açısı  
dp : Gözenek Büyüklüğü

Emdirme işleminin en bilinen örneği çeliğe bakır emdirilmesidir. 1100 °C'de ergimiş bakır kılcal basınçlarla çeliğin gözeneklerine dolar.

Emdirme işlemi esnasında sıvı metal katıyı çözebilir, erozyonla yüzeyi aşındırabilir. Ayrıca eğer katı ve sıvı tepkimeye girerse parçada şişme olabilir. Bu nedenle emdirmenin süresi boyut değişimlerini azaltmak için kısa tutulur.

Sinterleme ve emdirmenin teknikleri büyük parçacıklar ve yüksek performans malzemeleri için yeterli kadar etkili değildir.

## Yoğunlaştırma İşleminin Avantajları

Yoğunlaştırma işlemi doğru olarak uygulandığında mikroyapıda kusur kalmaz. Bu nedenle diğer üretim yöntemleri ile kıyaslandığında mikroyapı kontrolü parça özellikleri açısından önemli avantaj sağlar. Bu özellikler; mukavemet, sertlik, süneklik, kırılma tokluğu, optik geçirgenlik ve aşınma direnci gibi özelliklerdir. Özelliklerin iyileşmesinin yanı sıra homojenizasyonu da tam yoğunluk işlemlerinin avantajıdır. Böylece parçanın anizotropik özellik göstermesi engellenmiş olur. Buna ek olarak TM ve tam yoğunluk işlemlerinin birlikte uygulanması mikroyapı tasarımına izin verir.

Ayrıca özel malzemelerin bir kez üretildikten sonra işlenmeleri zordur. Pahalı oldukları için işleme sonucu ortaya çıkan hurda malzeme maliyetini artırır. Dolayısıyla tam yoğunluk işlemlerinin çoğunda sağlanan son ölçülerde net şekillendirme önemli ekonomik kazanım sağlar.

## Tam Yoğunluk İşlemleri

**A) Tek Eksenli Sıcak Presleme:** İşlem tek eksenli sıkıştırma uygulanarak bir kalıp içerisinde yapılır. Grafit, Mo alaşımları gibi refrakter metaller ile alümina ve silisyum karbür gibi seramikler önemli kalıp malzemeleridir. Uygulanabilecek en yüksek sıcaklık kalıp malzemesine bağlıdır ve 2200 °C' ye kadar çıkabilir. Uygulanabilecek en yüksek 50 MPa civarındadır. Kirlenmeyi azaltmak için çoğunlukla işlem ortamı olarak vakum kullanılır.

**B) Kıvılcım (Ark) Sinterleme:** Sinterlemenin modern bir uygulamasıdır. Sıkıştırma esnasında zımbalar ve kalıp doğrudan dirençle ısıtılır. Elektrik akımı ile ısıtma fırın ihtiyacını ortadan kaldırır. Akım yoğunluğu 300 A/cm<sup>2</sup> 'ye kadar ulaşabilir. 2700 °C kadar sıcaklığa ulaşılabilir. Yoğunlaştırma için temas noktalarına basınç uygulanır.

Kalıp grafitten imal edilmiştir. Toz parça ile kalıp arasındaki boşluklar grafit kürecikler ile doldurulur. Akım, zımba yardımı ile toz parçadan geçer ve aynı zamanda toz yüzeyindeki kirliliklerin giderilmesine yardımcı olur. 500 MPa'a kadar basınç uygulanır. İşlem süresi oldukça kısadır.

**C) Sıcak İzostatik Presleme:** Tek eksenli sıcak presleme ve kıvılcım (ark) sinterlemenin aksine basıncı bütün yönlerden aynı anda uygular. Toz, doğrudan sıkıştırma için gaz sızdırmaz esnek bir kalıp içerisine konur. Kalıp, sıkıştırma sıcaklığında yumuşak ve deforme edilebilir cam, çelik, paslanmaz çelik, titanyum ve tantalum gibi herhangi bir malzemeden yapılabilir. 2200 °C'ye kadar sıcaklıklar ve 200 MPa'a kadar basınç kullanmak mümkündür.

**D) Toz Dövme:** Yüksek sıcaklıklarda malzemeler daha yumuşaktır ve daha kolay deforme edilir. Bir tozun oda sıcaklığında deformasyonu daha yüksek gerilmeler gerektirir. Toz dövme işlemi de sıcak presleme gibi tek eksenli bir sıkıştırma tekniğidir. Ancak sıcak presleme işlemi genellikle gevşek toz ile başlarken toz dövme işlemi sinterlenmiş ön taslak ile başlar. Ayrıca toz dövmede yanal sınırlayıcı yoktur. Bu nedenle şişme olayı gözlenebilir ve çatlamaya neden olabilir.

## BÖLÜM VIII.

### BİTİRME İŞLEMLERİ

Toz metalurjisi, sinterleme veya yoğunlaştırma işlemleri ile sona ermez ve üründen beklenen özellikleri sağlamak için genellikle ek işlemlerin yapılması gerekir. Toz, preslenip sinterlendikten sonra ürünün son şeklini alması için ek işlemler gerekebilir. Toz metalürjisi ile üretilen parçalara uygulanan başlıca bitirme işlemleri ve amaçları şöyle sıralanabilir:

**a. Yeniden Sıkıştırma:** Büyük şekil değişiklikleri olmadan son boyutları ve yoğunluğu ayarlamak için yapılan yeniden düzenleme işlemidir. Sinterlenmiş parça, kapalı bir kalıp içine yerleştirilir ve yüksek gerinim hızlarında küçük gerinimlere tabi tutulur. Presleme basıncı ilk sıkıştırma basıncından fazladır.

**b. Boyutlandırma:** Son ürün boyutlarını ayarlamak için kullanılan düşük gerinim seçeneğidir. Yaygın kullanımına örnek olarak boyut özellikleri ile uyumlu burç yapmak için hassas bir delik çapı elde etmek verilebilir. Boyutlandırmanın kullanılması, üretim basamaklarını artırmasına rağmen, oldukça yüksek doğrulukta son boyutlara ve düzgün yüzeylere ulaşmak için etkili bir yoldur.

**c. Talaşlı İmalat ve Taşlama:** Delik delme, vida açma, çapak alma, kaba yüzeyleri düzeltme gibi işlemlerdir. Çünkü bu işlemlerin toz metalürjisi süreçleri esnasında gerçekleştirilmesi zordur. Bunların yanında, sinterleme sonrası taşlama veya talaşlı imalat ile boyut sapması azaltılır ve yüzey kalitesi iyileştirilir. Bu yüzey düzeltme işlemleri yüksek hız, düşük ilerleme ile talaş kaldırılarak gerçekleştirilir

**d. Damgalama:** Sinterlenmiş taslak parçada yüzey baskıları oluşturulması işlemidir. Günümüzde lazerle markalama daha yaygın olarak kullanılmaktadır.

Sinterlenmiş malzemelerin damgalanabilmesi için üç özelliği taşınmalıdır;

- Sinterlenmiş malzeme sünek olmalıdır.
- Takım yağlanmalı ve hassas şekilde ayarlanmalıdır.
- Parça gözenekli olmalıdır.

**e. Isıl İşlem:** Sinterleme işleminden sonra fazları, mikroyapıyı ve alaşım elementlerinin dağılımını düzenleme amacıyla yapılır. TM ile üretilen parçalara uygulanan başlıca ısı işlemleri şunlardır;

- Tavlama
- Karbürleme
- Nitrürleme
- Gerilme Giderme
- Menevişleme
- Çökelme Sertleşmesi





Şekil 31. Damgalama İşlemi. <sup>23</sup>

**f. Birleştirme ve Montaj:** Toz metalürjisi ile üretim yapılırken özel bir montaj seçeneği ham parçaların birleştirildikten sonra sinterleme esnasında difüzyon ile bağlanmasıdır. Ancak bu durumda çarpılma riski ortaya çıkabilir. Bu nedenle sinterleme esnasında birleştirilemeye uygun olmayan parçalar sinterlemeden sonra da çeşitli birleştirme işlemleri ile birleştirilebilir.

Bunun için;

- Yapıştırma
- Ark Kaynağı
- Difüzyon Kaynağı
- Sert Lehim
- Sıkı Geçme gibi yöntemler kullanılabilir.

**g. Kaplama ve Yüzey İşlemleri:** Sinterleme esnasında yüzey özelliklerini iyileştirmek veya ürünü estetik açıdan iyileştirmek için uygulanan işlemlerdir. Metal parçalara yapılan elektrokaplama (korozyona karşı Cr, Ni kaplama gibi) ve kesici takımlara yapılan buhar birikimli kaplama (PVD, CVD) yöntemleri kaplama yöntemlerinin en önemlilerindendir.

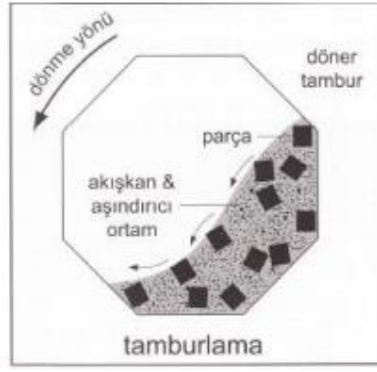
En iyi bilinen kaplama, kesici takımlar üzerine uygulanan altın renkli, kararlı titanyum nitrür fiziksel buhar birikimi işlemidir.

Toz metalürjisi ile üretilmiş parçalar kaplanırken kaplanmış katmanın altına herhangi bir kimyasalın girmesini önlemek için gözenekleri bir polimerle doldurmak bir seçenektir.

**h. Parlatma:** Özellikle keskin kenarları ve yüzeydeki düzensizlikleri gidermek için etkili bir yöntemdir. Tamburlama ve titreşim ile gerçekleştirilir.

---

<sup>23</sup> Toz Metalürjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu



Şekil 32. Tamburlama ile Parlatma İşlemi. <sup>24</sup>

**i. Emdirme ve İnfiltrasyon:** Yüzey gözeneklerini kapatma teknikleridir. Emdirme işleminde bir polimer kullanılır ve bu yolla korozyon direnci iyileştirilmesine rağmen mekanik özelliklerde çok az değişiklik olur. Emdirme işlemi, parçayı hafif ısıttıktan sonra boşaltılmış gözeneklere reçinenin doldurulması ile gerçekleştirilir. Isı, akışkan viskozitesini düşürür ve böylece akışkan daha derin gözeneklere girebilir.

İnfiltrasyon ise genellikle sinterlemeden sonra ayrı bir basamak olarak yapılır, fakat bazı durumlarda sinterleme çevrimiyle birleştirilir. Gözenekleri doldurmak için sıvı metal kullanılır ve bu işlem mekanik özellikleri önemli ölçüde iyileştirebilir. Soğutma esnasında sıvı katılaşarak çift fazlı kompozit oluşturur.

**j. Perdahlama:** Yüzey deformasyonunu oluşturmak için yüksek kesme hadde kuvvetinin uygulanmasını kapsar. Perdahlama bazen boyutları düzeltmek ve özellikle deliklerde kullanılır. Bu işlem dişli çarklarda yuvarlanma temaslı yorulma ömrünü iyileştirme için de kullanılır ve %40 yük artışına imkan tanır. Perdahlamanın, büyük bir çevrim yerine birkaç küçük deformasyon çevrimi ile uygulanması daha etkilidir.

**k. Lazer Sırlama:** Parçanın korozyon direncini iyileştirmek için kullanılan bir diğer yüzey işlemidir. Lazer ışını, alaşımı bölgesel ergitmek için parça yüzeyine uygulanır. Ergiyik yüzeyi altındaki malzeme kütlesi ısıtılmadığından, ergiyik hızlı bir şekilde soğur ve yüzey sırtı oluşturur. Bazı durumlarda, soğutma işlemi amorf kaplama oluşturacak kadar hızlıdır.

<sup>24</sup> Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş, Nuri Durlu

## BÖLÜM IX.

### PARÇA KARAKTERİZASYONU

Üretilen parçaların beklenen özellikleri taşıyıp taşımadıklarını anlayabilmek için toz metalürjisi ile üretilen parçalar birçok açıdan karakterize edilmelidir.

#### 9.1. Mikroyapı Karakterizasyonu

Bir malzemenin mikroyapısı o malzemenin özelliklerini belirler. Bu nedenle, mikroyapı karakterizasyonu bir TM ürününün özelliklerinin anlaşılabilmesi açısından önemlidir. Tamamlanmış parçadan uygun şekilde alınan ve hazırlanan numuneler, parçanın tane boyutu ve gözenek miktarı hakkında bilgi verir.

TM ile üretilen parçalar için mikroyapı karakterizasyonu dört önemli özellik için gerçekleştirilir; tane boyutu, fazlar, kusurlar ve gözenek büyüklüğü.

##### 9.1.1. Tane Büyüklüğü Karakterizasyonu

Atomik yapının ortak bir yönelim gösterdiği bölgeler olan kristal kümelerinin büyüklüğünü tespit etmek için yapılır. Tane sınırları, farklı kristal yönelimlerinin karşılaştığı ince ve düzensiz bölgelerdir.

Parlatılan ve dağlanan numunelerden alınan görüntüler mikroskop altında incelenerek tane büyüklüğü tahmin edilir. Parlatma işlemi esnasında kullanılan aşındırıcılar taneleri boydan boya rastgele kestiği için tanelerin çoğu gerçek boyutundan daha küçük görünür. En basit tane büyüklüğü ölçüsü, görüntü üzerinde iki boyutlu bir test çizgisi veya çemberi tarafından kesilen tane sınırı sayısına bakılarak tespit edilir.

$$G_{2D} = \frac{L \rho}{N M}$$

$G_{2D}$  : Ortalama iki boyutlu tane büyüklüğü

$L$  : Toplam test çizgisi uzunluğu

$N$  : Kesişen tane sınırı sayısı

$M$  : Büyütme oranı

$\rho$  : Kısmi yoğunluk

Kesit düzlemi taneler boyunca rastgele bir dilim oluşturduğundan gerçek üç boyutlu tane büyüklüğü ( $G_{3D}$ ) iki boyutlu mikroskop incelemesinde gözlenen tane büyüklüğünden ( $G_{2D}$ ) daha büyüktür. Genellikle  $G_{3D} = 1,5 (G_{2D})$  kabulü yapılır.

Tane büyüklüğünü ölçmek için kullanılan bir diğer seçenek ise tek bir tanenin alanının ölçülmesidir. Daha sonra, eşdeğer alana sahip dairenin (tanenin) çapı elde edilir.

### **9.1.2. Faz Karakterizasyonu**

Uygulanan mikroyapı çalışmaları ile kalıntılar, ikinci fazlar ve faz dönüşüm ürünleri detaylı bir şekilde incelenebilir. Üretilen parçanın birçok özelliği mikroyapıdaki fazların miktarı ve düzeni ile ilgilidir. Bu özellikler, mikroskop çalışmaları ile analiz edilebilir.

Örneğin yalıtkan ve iletken parçacıkların bir arada bulunduğu bir Kompozit yapı düşünelim. Bu yapı, faz dağılımına bağlı olarak iletken veya yalıtkan olabilir. İletken fazlar birbiriyle bağlantılı ise yapı iletken değilse yalıtkan olur.

### **9.1.3. Gözenek Karakterizasyonu**

Toplam hacmin boşluk olan kısmı gözenek olarak tanımlanır. Gözenek miktarı, basit geometriye sahip parçalar için ağırlık ve boyutlar yardımıyla hesap edilen yoğunluk ile teorik yoğunluğun karşılaştırılmasıyla tespit edilir. Daha karmaşık şekiller veya homojen olmayan yapılar içinse gözenekliliğin tespitinde mikroskobik inceleme yöntemlerinin uygulanması gerekebilir. Ancak, mikroskop için numune hazırlama aşamalarının (zımparalama, parlatma ve dağlama) neden olduğu şekilsel bozulmalar, gözeneklerin büyüklüğünün ve miktarının analizi esnasında yanıltıcı olabilir. Buna engel olmak için yüzeydeki gözeneklere epoksi emdirme yöntemi tercih edilebilir. Epoksi sertleştikten sonra numune tekrar parlatılır, dağlanır ve tekrar epoksi emdirilir. Son olarak, hafif parlatma ve dağlama mikroyapı hakkında en doğru bilginin alınmasına yardımcı olur.

Gözenek ölçümünün bir diğer yolu ise nokta saymadır. Bu ölçüm, gözenek miktarını tahmin etmek için standart bir ızgara kullanarak, ızgaradaki noktaların görüntüdeki gözeneklerle çakışmasını esas alır.

Optik ve elektron mikroskopları kullanılarak alınan görüntüler gözenek yapısının belirlenmesinde tamamlayıcı görevi görürler.

### **9.1.4. Kusurlar**

Bütün yoğunlaştırma işlemlerine rağmen sinterlenmiş parçalarda kusurlar bulunur. Görünmeyen ham çatlaklar sinterlemeden sonra büyüyerek mikroskop altında tespit edilebilirler. Bu tarz hatalar malzemenin özelliklerini kötü etkiler ve hasarın beklenenden daha önce oluşmasına neden olur. Hasar tahmini için bu kusurların mikroskop altında tespit edilmesi önemlidir.

## **9.2. Gözenek Yapısının Karakterizasyonu**

### **9.2.1. Gözeneklilik**

Gözeneklilik, gözenek yapısının bir ölçüsüdür. Ancak parçaların gözenek analizi için tek başına yeterli değildir. Farklı gözenek büyüklükleri, gözenek boyutları, gözenek şekilleri ve gözenek bağlanabilirlikleri mümkündür.

Gözenekliliğin bir birimi yoktur. Ölçülen yoğunluk ve teorik yoğunluk arasındaki fark esas alınarak hesaplanır. Basit geometriye sahip parçalarda, teorik yoğunluk parçanın boyutlarının ölçülerek hacminin hesaplanması ve kütlesinin ölçülmesi ile kolaylıkla hesaplanabilir. Bilindiği gibi birim hacim başına düşen kütle yoğunluğu ifade eder. Karmaşık geometrilerde ise Arşimet suya daldırma tekniği hacmin belirlenmesi için kullanılabilir (Bir katıya etki eden kaldırma kuvvet, hacmi ile orantılıdır. Bu nedenle bir malzemenin su içerisinde ve havada ölçülen ağırlıklarının karşılaştırılması o malzemenin hacmine dair bilgi verir). Kısmi yoğunluk ise ölçülen yoğunluğun, gözeneksiz haldeki (teorik) yoğunluğa oranıdır. Dolayısıyla gözeneklilik oranı  $(1-\rho)$  olarak ifade edilebilir.

### 9.2.2. Gözenek Büyüklüğü ve Şekli

Gözenek büyüklüğünün ölçümünde kabarcık oluşumu noktası ve civalı gözenek ölçer gibi iki yöntem kullanılır. Bu yöntemlerin her ikisi de ıslatma esasına dayanır ve her iki yaklaşımın da temeli Washburn eşitliğidir.

$$P = - \frac{4\gamma \cos \theta}{d_p}$$

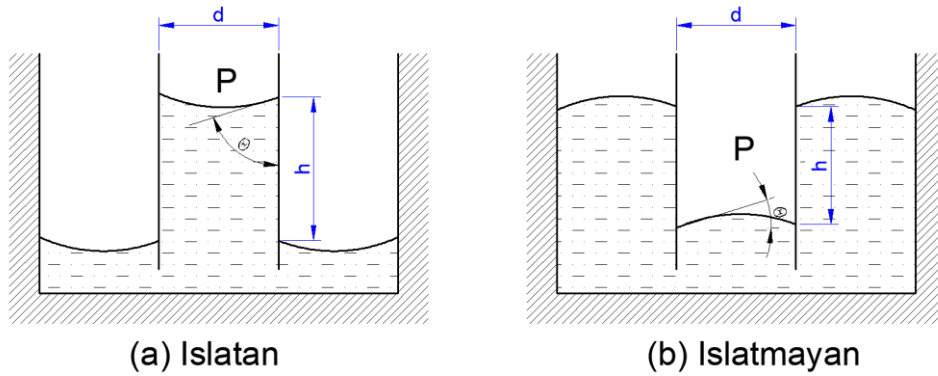
P: Kılcal Basınç

$d_p$  : Gözenek Boyutu

$\theta$ : Temas Açısı

$\gamma$ : Katı-Sıvı Yüzey Enerjisi

Islatan bir sıvı kılcal boru içerisinde, kılcal basınçla belirlenen bir denge yüksekliğine (h) kadar çıkar. Islatmama durumunda ise sıvı yükselme etkisine karşı direnç gösterir ve yüzeyden (h) kadar aşağıda kalır (Şekil 33).



Şekil 33. Islatma ve Islatmama Durumlarının Şematik Gösterimi.

Kabarcık oluşum noktası ile gözenek ölçümünde ıslatan bir sıvı kullanılır. Yani  $\theta=0^\circ$  olur ve basınç sıvıyı kendiliğinden gözeneklerin içerisine çeker. Bu durumda, sıvıyı gözeneklerden dışarı çıkaracak kadar karşı basınca ihtiyaç duyulur ve bu basınç değeri küçük gözenekler için daha yüksektir. Uygulanan basınç, gözenek büyüklüğü ile ters orantılıdır.

Kabarcık oluşum noktası deneyi, açık gözenekler için birbirleri ile bağlantılı en büyük gözenek gözenek büyüklüğünü ölçer.

Civalı gözenek ölçerler ise 1 nm'ye kadar küçük, açık gözenekler için gözenek büyüklüğü dağılımı tahmininde kullanılan yaygın bir yaklaşımdır. Civa ıslatma açısı 130 ° olan, ıslatmayan bir sıvıdır. Yani civayı gözeneklere girmeye zorlamak için pozitif bir basınca ihtiyaç duyulmaktadır. Civanın nispeten daha küçük gözeneklere girmesi için basıncın kademeli olarak artırılması gerekmektedir. Uygulanan basınca karşılık malzemeye giren civa miktarı gözenek büyüklüğü dağılımının hesaplanmasını sağlar. Bu hesaplamalar yapılırken genellikle gözeneklerin silindirik olduğu kabul edilir.

Deneyin başlangıcında gözeneklerin içerisindeki hava boşaltılır ve numune civa içerisine yerleştirilir. Civayı açık gözeneklere girmeye zorlamak için basınç uygulanır. Uygulanan basınca karşılık civanın hacmi tespit edilerek hacimsel gözenek büyüklüğü dağılımı hesaplanır.

### 9.2.3. Geçirgenlik

Bir akışkanın gözenekli bir malzeme içerisindeki akışı, geçirgenlik katsayısı olarak adlandırılan ve Darcy Kanunu ile belirlenen açık gözenek yapısı hakkında bilgi verir.

$$Q = \frac{\alpha A}{\mu L} \frac{P_1^2 - P_2^2}{2 P_2}$$

Q: Akış Hızı (m<sup>3</sup>/s)

$\alpha$ : Geçirgenlik Katsayısı

A: Malzemenin Kesit Alanı

L: Malzeme Uzunluğu

$\mu$ : Akışkanın Viskozitesi

P<sub>1</sub>: Alt Tarafa Doğru Basınç

P<sub>2</sub>: Üst Tarafa Doğru Basınç

Geçirgenlik katsayısı, artan gözenek boyutu ve gözenek miktarı ile artar. Yani, bir malzemenin geçirgenliği onun gözenek yapısı hakkında bilgi verir.

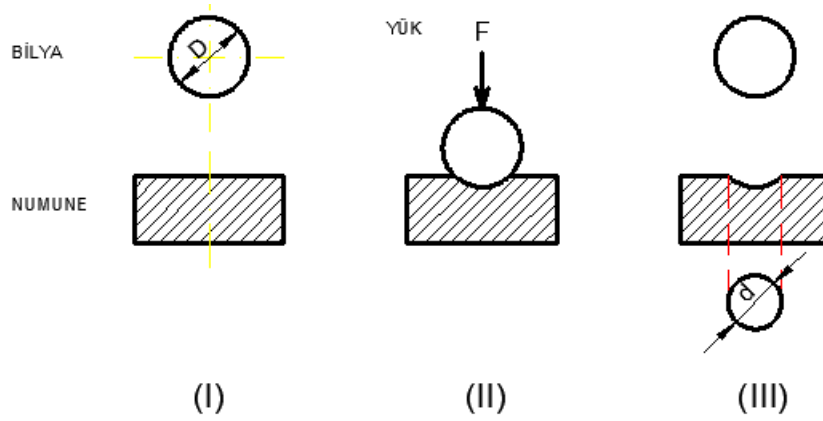
### 9.3. Mekanik Özelliklerin Karakterizasyonu

Toz metalürjisi ile üretilen parçalarda gözeneklerin varlığı genellikle mekanik özellikleri düşürür. Bu nedenle mekanik özellikler hakkında bilgi sahibi olmak için malzemelerin gerçek kullanım şartlarında denenmesi genel mekanik davranışları hakkında geçerli bilgiler verir.

#### 9.3.1. Sertlik

Sertlik bir malzemenin kendisinden daha sert bir malzemenin batmasına karşı gösterdiği dirençtir. TM ile üretilen malzemelere uygulanan sertlik testleri geleneksel malzemelere uygulanana benzer şekilde, malzeme yüzeyine batırılan bir uç ile ölçülür. Sertlik ölçüm testlerinde batıcı uç olarak bilyalar veya konik şekilli uçlar kullanılır.

Sabit yük altında uç, malzeme yüzeyine belirli bir süre boyunca batırılır. Yük kaldırıldıktan sonra ucun malzeme yüzeyinde bıraktığı izin boyutları ölçülür. Oluşan izin boyutları malzemenin sertliği ile ters orantılıdır (Şekil 34).



Şekil 34. Sertlik Ölçümünün Şematik Gösterimi.

Günümüzde sertlik ölçüm cihazlarının çoğu yükü otomatik olarak uygular ve oluşan izin boyutlarını (batma izinin çapı veya derinliği) ölçerek malzeme sertliğini hesaplar.

Sertlik ölçüm yöntemleri kullanılan ucun türü, büyüklüğü, uygulanan yükün şiddeti ve oluşan izin değerlendirilmesi açısından birçok türe (Brinell, Vickers, Rockwell, Knoop vb.) ayrılmaktadır. Farklı sertlik ölçüm yöntemleri arasında dönüşümler bulunmaktadır. Ancak TM ile üretilen malzemelerin yapısı gözenekli olduğu için bu dönüşümler hassas sonuçlar vermezler.

### 9.3.2. Elastik Özellikler

Diğer birçok özellik gibi elastik özellikler de malzeme yoğunluğuna bağlıdır. Elastiklik modülü, kısmi yoğunluğa bağlı olarak;

$E = E_0 \rho^Y$  şeklinde değişim gösterir.

$E_0$ : Tam Yoğunluktaki Elastiklik Modülü

Y: Gözenek Yapısına Bağlı Olarak (0,3-4 arasında) Değişen Bir Katsayı

Benzer şekilde malzemenin gerilme altında şekil değiştirmesinin bir ölçüsü olan poisson oranı da kısmi yoğunluğa bağlıdır. Bu parametre çekme etkisi altındaki gerinimi çekmeye dik doğrultudaki gerinimle ilişkilendirir. Malzemedeki gözenekler bu ilişkiyi etkiler.

$$\nu = 0,068 e^{1,37\rho}$$

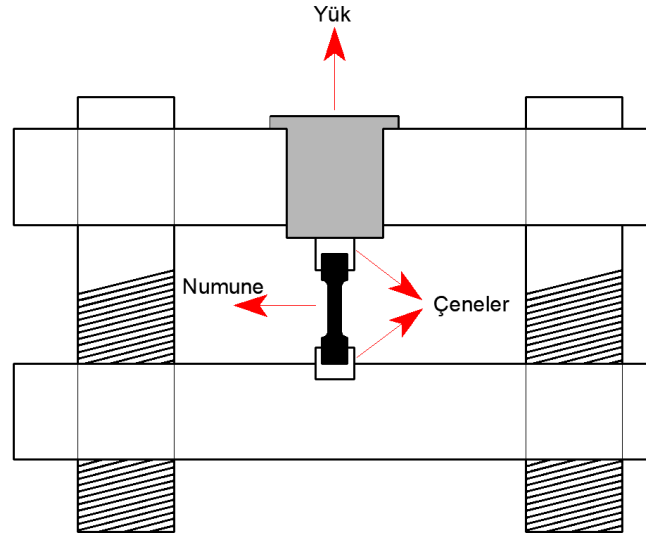
### 9.3.3. Dayanım

Dayanım (mukavemet) değerlerinin ölçülebilmesi için ham gövdeye ve sinterlenmiş numuneye çekme, basma, eğme, yorulma veya sürünme testleri gibi birçok test yapılabilir. Ancak TM yöntemi ile üretilen parçalar söz konusu olduğunda dayanım ile kastedilen genellikle basma dayanımıdır. Bunun nedeni, malzeme yapısında bulunan düzensizliklerin basma yükü altında korunması nedeniyle böyle parçaların basma dayanımının çekme dayanımından çok daha yüksek olmasıdır.

### a. Çekme Dayanımı

Çekme deneyi sinterlenmiş sünek malzemelere, malzeme kırılncaya kadar artan çekme kuvveti uygulanarak gerçekleştirilir. Deney boyunca kuvvete karşılık malzemede meydana gelen uzama kaydedilir (Şekil 35).

Malzemenin çekme dayanımı malzemeye uygulanan en yüksek kuvvetin ( $F_m$ ) malzeme kesti alanına bölünmesi ile elde edilir ( $\sigma = \frac{F_m}{A}$ ). Çekme deneyi için silindirik veya yassı numuneler kullanılabilir. Ancak TM ile üretilen parçalar söz konusu olduğunda talaşlı imalat gerektirmediği için genellikle yassı numuneler tercih edilir.



Şekil 35. Çekme Testi.

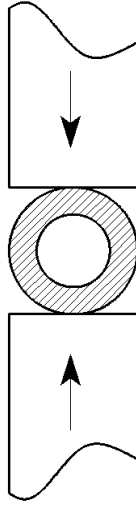
### b. Basma Dayanımı

TM ile üretilen bir parçanın basma dayanımı uygulanırken iki farklı yöntem uygulanabilir. Bu deneyler malzemenin sünek veya gevrek özellikte olmasına göre farklılıklar gösterir.

**i. Radyal Yöntem:** Deneyde içi boş, silindir şeklinde standart deney numuneleri kullanılır. Bu silindir şeklindeki numune kırılncaya kadar alt ve üst yüzeylerinden sıkıştırılır (Şekil 36). Numunenin basma dayanımı, kırılma noktasına kadar taşıdığı en büyük kuvvet değerinin numunenin kesit alanına bölünmesi ile hesaplanır ( $\sigma = \frac{F}{A}$ ).

Radyal basma testi özellikle yatak gibi sinterlenmiş silindirik numunelerin mekanik karakterizasyonu için kullanılır.





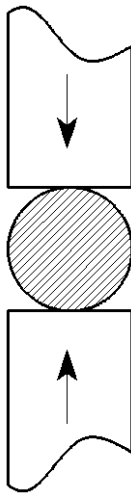
Şekil 36. Radyal Kırılma Dayanımı Testi.

**ii. Brezilyalı Yöntemi:** Gevrek malzemeler için radyal basma testine benzer bir şekilde uygulanır. Katı silindirik bir numune iki paralel plaka arasında yüklenir ve kırılma noktasına kadar teste devam edilir. Testin sonucunda kırılmaya neden olan en büyük kuvvet ( $F_B$ ), numune kalınlığı ( $t$ ) ve numune çapına ( $D$ ) bağlı olarak dayanım değeri hesaplanır.

$$\sigma = \frac{2F_B}{\pi D t}$$

Brezilyalı deneyinde kullanılan numuneler 5-7 mm kalınlığa ve bu kalınlık değerinin 2-4 katı arasında çap değerlerine sahiptir.

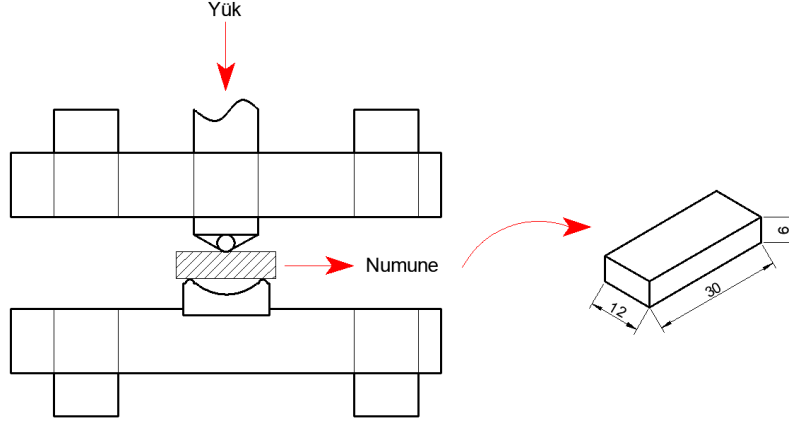
Radyal kırılma ve Brezilyalı deneylerinin uygulama prensibi birbirine benzer olmakla birlikte bazı temel farklar vardır. Örneğin radyal kırılma testinde içi boş ve uzun bir silindirik numune kullanılırken, Brezilyalı deneyinde ise içi dolu ve kısa numuneler kullanılmaktadır. Bu iki deneyden elde edilen basma dayanımı değerleri genellikle basit basma testinden elde edilen değerlerden daha düşüktür.



Şekil 37. Brezilyalı Testi

### c. 3 Nokta Eğme Testi (Çapraz Kırma Dayanımı)

Genellikle TM ile üretilen malzemelerin ham dayanımlarının tespit edilmesi için, düşük süneklığe sahip malzemelere uygulanır. Çapraz kırılma dayanımını tespit edebilmek için dikdörtgen kesite sahip bir numuneye üç noktadan eğme uygulanarak hesaplanır (Şekil 38).



Şekil 38. Çapraz Kırma Dayanımı Testi.

Kırılma, numunenin yük uygulanan yüzeyine ters yönde oluşur. Çapraz kırılma dayanımı ( $\sigma_T$ ) ise numunenin boyutları ve kırılmaya neden olan en büyük yük ( $F_B$ ) değeri kullanılarak hesaplanır.

$$\sigma_T = \frac{3F_B L}{2WT^2}$$

Burada, W ve T sırasıyla numunenin genişliği ve kalınlığı; L ise alt destek çubukları arasındaki mesafedir. Standart numune boyutları Şekil 38’de verilmiştir. Buna bağlı olarak hesaplamalarda kullanılan değerler standart olarak W=12, T=6 ve L=25 mm’dir.

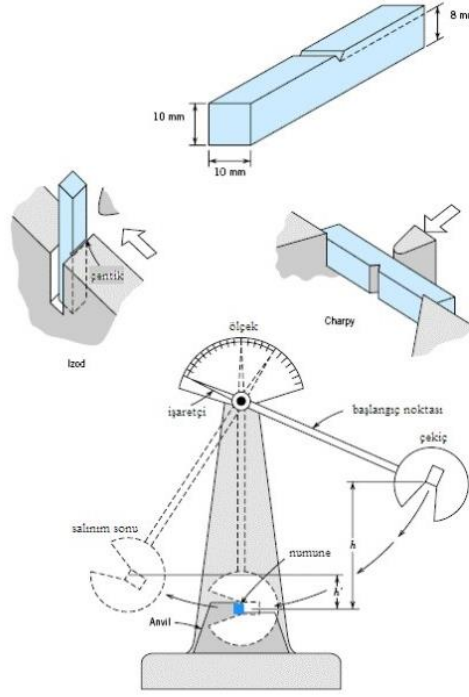
#### 9.3.4. Dinamik Özelliklerin Karakterizasyonu

Dinamik özellikler aslında mekanik özelliklerin bir alt grubu olup statik yükleme yerine dinamik yani hızlı veya çevrimsel yükleme koşullarını içerir. Bazı istisnalar dışında TM ile üretilmiş malzemeler de bu anlamda diğer malzemeler benzer şekilde test edilir.

**a. Darbe Deneyi:** Standart çentikli Charpy test numunesi kullanılarak gerçekleştirilir. Bu numunenin boyutları 10 x 10 x 55 mm boyutlarında olup tam ortasında 2 mm derinliğinde 45 ° lik bir çentik taşımaktadır. Bu çentiğin amacı malzeme içerisinde ve yüzeyinde bulunan kusurların/boşlukların oluşturduğu gerilme odağını malzeme yüzeyinde temsil etmektir.

Gözeneklerin varlığı malzemenin tokluğunu düşürdüğü için, TM ile üretilmiş parçalar test edilirken çoğunlukla bu numunelere çentik açılmaz.

Şekil 39’da çentik darbe deneyi şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 39. Çentik Darbe Testi.

**b. Yorulma Deneyi:** Yorulma, tekrarlı gerilmeler altında çalışan malzemelerde meydana gelen bir mekanik zorlanmadır. Yorulma, malzemede herhangi bir plastik deformasyon olmadan tamamen elastik deformasyon şartlarında meydana gelir. Bu elastik deformasyon malzemenin dayanımının çok altında kalsa da sürekli olarak tekrarlandığında zamanla malzemenin atomları arası bağların zayıflamasına ve kırılmaya neden olmaktadır. Özellikle döner elemanlarda (krank mili, kam mili vb.) yorulmaya oldukça sık rastlanmaktadır.

Yorulma deneyi hem eksenel hem de çapraz yükleme esasına dayanmaktadır. Malzeme pratikte mevcut olan şartlar dikkate alınarak test edilmelidir.

### 9.3.5. Yüzey Özelliklerinin Karakterizasyonu

#### a. Korozyon ve Oksitlenme Direnci

TM ile üretilmiş parçaların yüzeylerindeki gözenekler bu malzemelerin çevresel etkilere karşı dirençlerini düşürürler. Bunun nedeni, gözenekli malzemelerde korozyon ve/veya oksitlenme için daha fazla yüzey alanının bulunmasıdır. Örneğin, korozyona yol açan bir akışkanla temas eden bir parçada, gözeneklerin içerisindeki tercihli çökeltme zamana bağlı olarak korozyon ürünlerinin birikmesine neden olur. Gözeneklerden uzakta kalan akışkanın büyük kısmı etkilenmeksizin kalırken gözenek içerisindeki akışkan kimyasal bileşimini değiştirdiğinden bu noktalarda korozyon hızlanır. Bölgesel olarak kimyasal yapıdaki bu değişim pil etkisi oluşturarak dar aralıklarda daha hızlı bir etki ortaya çıkarır. Bu nedenle sinterlenmiş bir parça orta seviyede gözenek içeriyorsa korozyon hız kazanır. Yüksek yoğunluklarda ise gözenekler genellikle kapalıdır ve korozyon açısından tehlike oluşturmazlar. Sinterleme sonrası yüksek yoğunluk korozyon direncini iyileştirir.

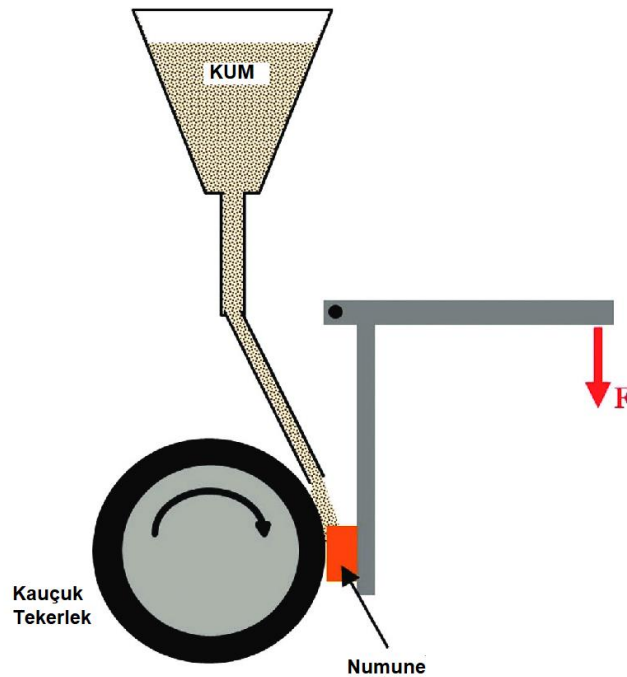
Buna ilave olarak azot gibi kirlilikler korozyon direncini düşürür. En yüksek korozyon dayanımı için ise sinterleme atmosferi hidrojen olmalıdır.

Korozyon direncini artırmak için bazı kimyasallar toz karışımına ilave edilebilir.

## b. Aşınma Direnci

Aşınma, birlikte çalışan makine elemanlarında zamanla meydana gelen kütle ve/veya hacim kaybıdır. Korozyona benzer şekilde aşınma da gözeneklerin varlığına karşı duyarlı bir özelliktir.

Bir malzemenin aşınma özelliklerini tespit etmek için farklı birçok aşınma deneyi mevcuttur. Bu aşınma testlerinden en yaygın olarak kullanılanı standart numune üzerine basan ve dönen bir kauçuk disk ile gerçekleştirilir (Şekil 40). Ara yüzeydeki aşınmayı hızlandırmak için kauçuk disk üzerine sürekli olarak kum beslenir. Deney, genellikle lastik diskin önceden belirlenmiş olan devir sayısına ulaşmasına kadar devam ettirilir. Daha sonra malzemedeki kayıp ölçülür. Deney sonunda malzemedeki kütle/hacim kaybı ne kadar yüksekse malzemenin aşınma direnci o kadar düşüktür.



Şekil 40. Düşen Kum Aşınma Cihazı.

Genel olarak, sertliği yüksek olan malzemelerin aşınma direnci de yüksektir.

### 9.3.6. Elektriksel Özelliklerin Karakterizasyonu

Toz metalurjisi ile üretilen parçaların elektronikte devre anahtarı, iletken mürekkepler gibi birçok alanda uygulamaları bulunmaktadır. Bu nedenle bu parçaların elektriksel özelliklerinin doğru anlaşılması önemlidir.

Gözenekler veya iletken olmayan fazlar elektrik iletkenliğini düşürürler. Parçanın elektrik iletkenliğini kısmi yoğunluğa bağlı olarak ifade eden, en çok kabul gören denklem;

$$\psi = \psi_0 \frac{\rho}{1+x\varepsilon^2} \text{ şeklindedir.}$$

Burada;  $\psi$  iletkenlik,  $\psi_0$  tam yoğun malzemenin iletkenliği,  $\varepsilon$  yalıtkan fazın veya gözeneklerin kısmi miktarıdır. X sabiti ise ikinci faz veya gözeneklere karşı hassasiyeti ifade eder.

Elektrik iletkenliği çoğunlukla dört nokta tekniği kullanılarak gerçekleştirilir. İki dış temas noktası elektrik akımını sağlar, iki iç temas noktası arasından ise gerilim değeri ölçülür.

### 9.3.7. Isıl (Termal) Özelliklerin Karakterizasyonu

Bir malzemenin ergime sıcaklığı ve ısı kapasitesi gibi temel termal özellikleri TM işlemlerinden etkilenmez. Bununla birlikte ısı iletkenlik ve ısı genleşme katsayısı gibi özellikler kalıcı gözenekliliğe karşı çok hassastır.

#### a. Isıl İletkenlik

Isıl iletkenlik birim zamanda, birim alan ve sıcaklık düşüşü başına enerji miktarı esas alınarak hesaplanır.

Bakır gibi metaller sinterlendikten sonra yüksek ısı iletkenlik gerektiren uygulamalarda kullanılırken, sinterlenmiş oksit seramikleri ise ısı yalıtkan olarak kullanılırlar. İkinci fazlar ve gözenekler göz önüne alındığında ısı iletkenlik de elektrik iletkenliğine benzediğinden elektriksel iletkenlik için verilen denklem ısı iletkenlik için de geçerlidir.

#### b. Isıl Genleşme Katsayısı

Isıl genleşme atomlar arası bağlar ve titreşimlerden kaynaklanır. Gözeneklerin varlığı parçanın kütlesini azaltır. Ancak, artan sıcaklıkla birlikte atom bağının uzamasını değiştirmez. Eğer malzeme çok rijit ise ısı genleşme değeri tam yoğun malzemeninki ile aynıdır. Ancak yüksek gözeneklilik seviyelerinde ısı genleşme katsayısı;

$$C_T = C_0 \rho^{1/3} \text{ denklemiyle ifade edilir.}$$

Burada;  $C_T$  etkin ısı genleşme katsayısı,  $C_0$  malzemenin ısı genleşme katsayısı,  $\rho$  ise kısmi yoğunluktur.

### 9.3.7. Magnetik Özelliklerin Karakterizasyonu

Malzemelerin magnetik özellikleri genel olarak toroid geometrisi ile elde edilen histerisis döngüsü ile belirlenir.

TM ile üretilen parçalarda gözeneklerin ve safsızlıkların varlığı genel olarak magnetik özelliklerde düşüşe neden olur.

### **9.3.8. Optik Özelliklerin Karakterizasyonu**

TM ile üretilen bir parça karakterize edilirken dikkate alınan optik özellikler yüzey kalitesi, renk ve saydamlıktır.

Yüzey kalitesi parçacık boyutu ve sinterleme derecesi ile belirlenir. Yüksek yoğunluğa kadar sinterlenmiş ince tozlar daha düzgün yüzeyler verir. Pürüzlülük, yüzeydeki girinti ve çıkıntıları kaydeden bir ucun yüzey üzerinde gezdirilmesi ile ölçülür. Bunun yanı sıra çoğu sinterlenmiş yüzey mat görünüşlüdür.

Renk ölçümleri ise optik spektrum ve renk terimlerini üç koordinatta ifade eden tamamlayıcı küreler kullanılarak yapılır.

## Kaynakça

1. Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Süleyman Sarıtaş,Nuri Durlu.
2. Seramik Bilimi ve Mühendisliği, Murat Bengisu.
3. <https://kar-tes.com.tr/>
4. <https://www.nukleonlab.com.tr>
5. [www.substech.com](http://www.substech.com)