

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ
LABORATUAR FÖYÜ

TOZ METALURJİSİ DENEYİ

Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK

Arş. Gör. Kürşat İCİN

EKİM/2015

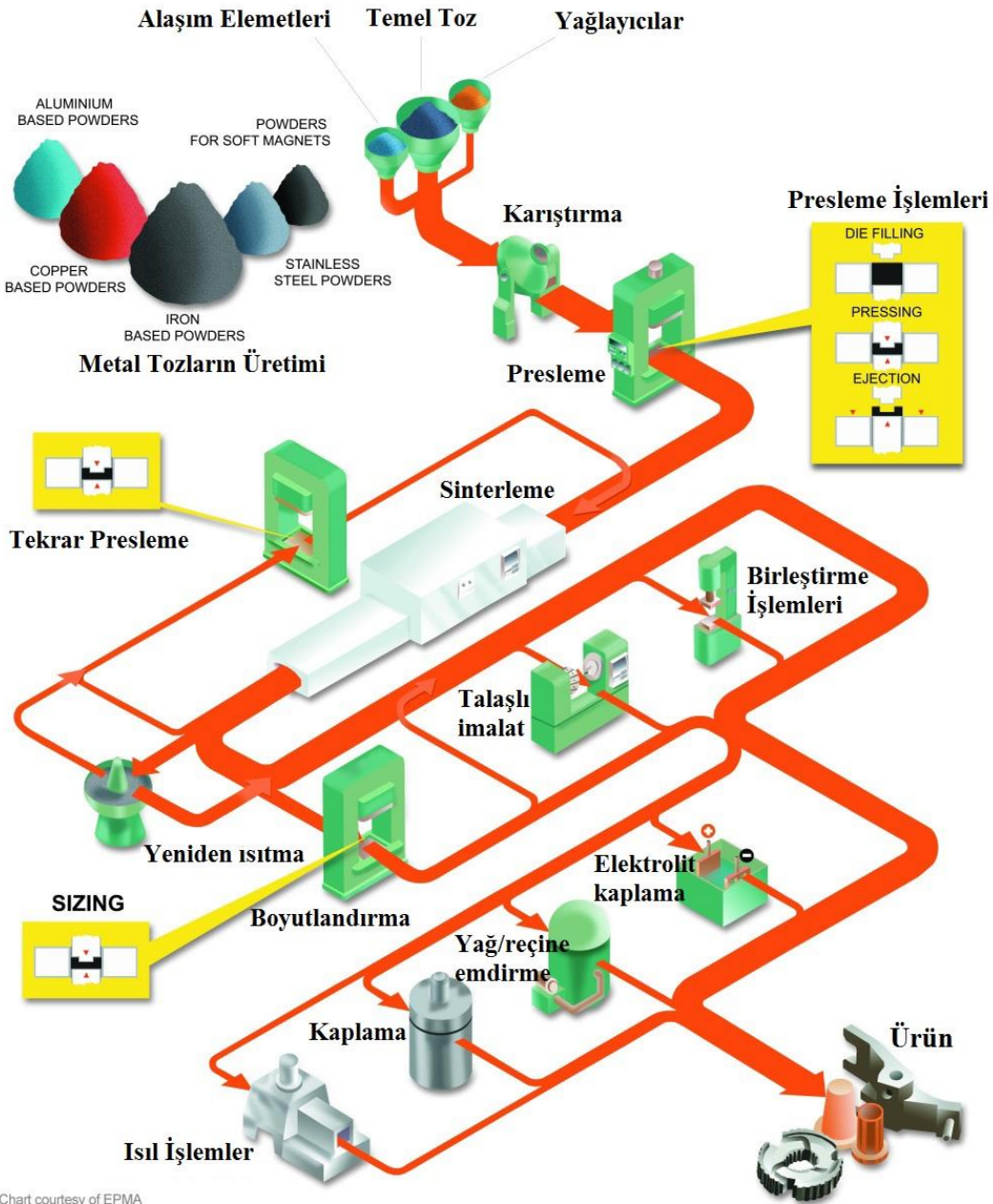
TRABZON

1. Deneyin Amacı

Toz metalurjisi üretim işlemlerinin öğrenilmesi ve toz metalurjisi kullanılarak üretilen parçanın karakterizasyonunun yapılması.

2. Teorik Bilgi

Toz metalurjisi, metal tozlarının belirli oranda karıştırılarak, oda sıcaklığında hassas kalıplarda istenilen teknik değerlere uygun basınçlarda sıkıştırılması ve sonrasında kontrollü atmosfer şartlarında sinterlenmesiyle parça üretme yöntemidir. Bu yöntem toz üretimi, üretilen tozların karıştırılması, tozların preslenmesi, sinterleme ve isteğe bağlı işlemler (infiltrasyon, yağ emdirme, çapak alma, vb.) olmak üzere belirli aşamalardan oluşur. Bu yöntemle ait imalat basamakları aşağıdaki şekilde gösterilmiştir.



Şekil 1. Toz metalurjisi yöntemiyle parka üretim akış şeması

Toz metalurjisi yönteminin diğer üretim yöntemlerine göre **üstünlükleri**;

- Talaş kaldırma işlemleri azaltılarak veya ortadan kaldırılarak hurda kayıpları azaltılır. Ergitme kayıpları yoktur.
- Dar toleranslarda ve düzgün yüzeyli parçalar üretilebilir.
- Yoğunluk ve ergime noktasındaki farklılıklar nedeniyle başka yöntemlerle imali mümkün olmayan alaşım veya karışımlar (kompozitler) imal edilebilir.
- Aşınma dayanımını arttırmak için gözeneklere yağ emdirilebilir.
- Hızlı katılaştırılmış toz üretilebilir.
- Seri imalata uygundur.

Toz metalurjisi yönteminin diğer üretim yöntemlerine göre **zayıflıkları**;

- Tozların kalıp içindeki akışı sınırlıdır. Bu nedenle üretilecek parça şekli kısıtlayıcı bir faktör olabilir.
- Karmaşık şekilli parçaların yoğunluğu her yerde aynı olmayabilir.
- Üretilen parçaların mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek için ek işlemler gerekebilir.
- Metal tozları ingot halindeki malzemelerden daha pahalıdır.
- Seri üretim yapılmazsa üretim ekonomik değildir.
- Boyut toleransları talaşlı işleme göre biraz daha kabardır.

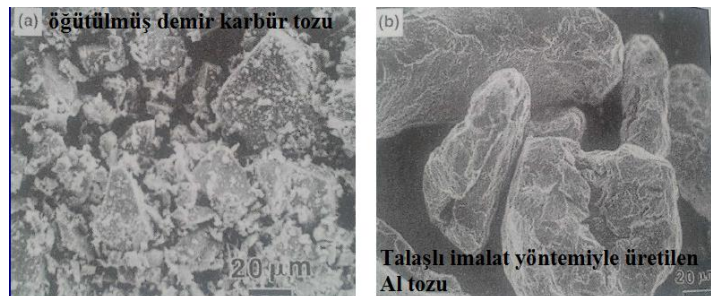
2.1. Toz Üretimi

Toz oluşumunda amaç daha fazla yüzey alanına sahip küçük boyutlu partiküllerin oluşturulmasıdır. Metalik malzemelerin ergime sıcaklarının, reaksiyon, tutuşma ve soğuma hızlarının, özgül ağırlıklarının, ısı iletkenliklerinin farklı olması farklı toz üretim yöntemlerinin ortaya çıkmasına neden olmuştur. Metalik tozların üretimleri;

- Mekanik yöntemler,
- Kimyasal yöntemler,
- Elektroliz yöntemi,
- Atomizasyon yöntemleri,

2.1.1. Mekanik Yöntemler

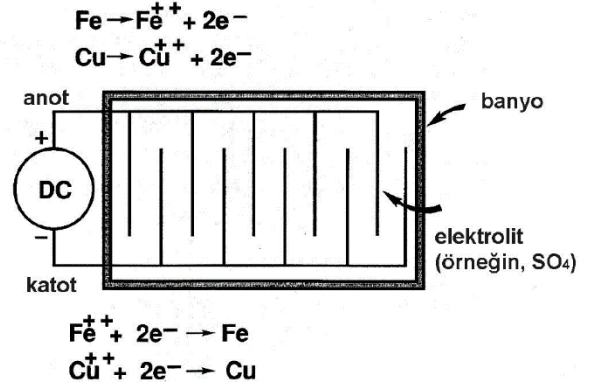
Bu yöntemle toz üretiminde genel olarak dört temel mekanizma vardır. Bunlar; darbe, sürtünme ile aşınma, kayma (kesme), basmadır. Darbe ile malzemeye ani bir kuvvet uygulanır ve böylece öncelikli olarak oluşan çatlak sonucu kırılma gerçekleşir; bunun sonucu olarak toz boyutsal bir küçülmeye uğrar. Sürtünme ile aşınmada partikül boyundaki azalma sürtme hareketinin bir sonucu olarak gerçekleşir. Kayma, kesme sonucunda malzemede klivaj kırılması oluşturur. Basma mekanizması ile daha düşük boyutlarda toz üretimi ise ana malzemenin yeteri kırılma gücüne sahip olması ile birlikte gerçekleşir. Darbe, sürtünme ile aşınma, kayma ve basma gibi mekanizmalar ile değişik boyutta ve şekilde metal esaslı tozlar elde edilebilir. Mekanik yöntemler; talaşlı imalat, öğütme, mekanik alaşımlama vb. gibi yöntemlerdir.



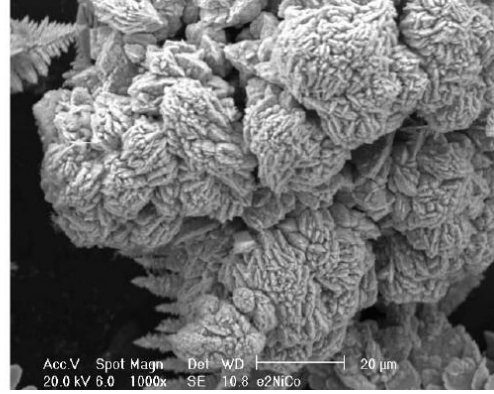
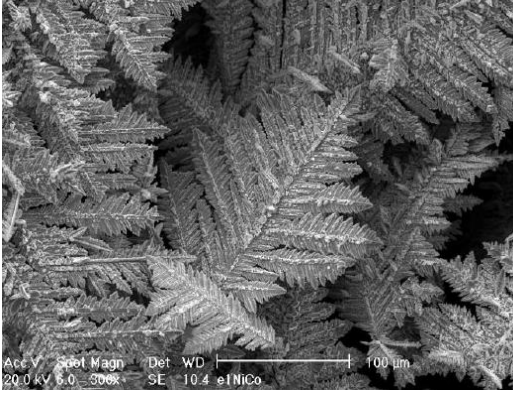
Şekil 2. Mekanik yöntemlerle üretilen metalik tozlar

2.1.2. Elektrolitik Toz Üretim Yöntemi

Bu tür bir sistemin çalışma prensibi şekilde şematik olarak gösterilmiştir. Olay, elektrolitik bir hücre içerisinde uygulanan belirli bir gerilim altında anodun çözünmesi ile başlar. İlgili şekilde anod ve katot reaksiyonları bakır ve demir reaksiyonları olarak verilmiştir. Sülfat esaslı elektrolit üzerinden gerçekleşen madde taşımını ile katot üzerinde saf halde bir çökeltme gerçekleşir. Katot üzerinde oluşan bu poroz çökeltiler daha sonrasında hazneden alınarak sırası ile yıkama, kurutma, tavlama ve öğütme işlemlerinin uygulanması ile istenilen boyutta toz haline getirilir.



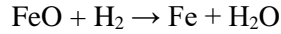
Şekil 3. Elektrolitik toz üretimde kullanılan elektroliz hücresi



Şekil 4. Elektrolit olarak üretilmiş Ni/Co tozların morfolojisi

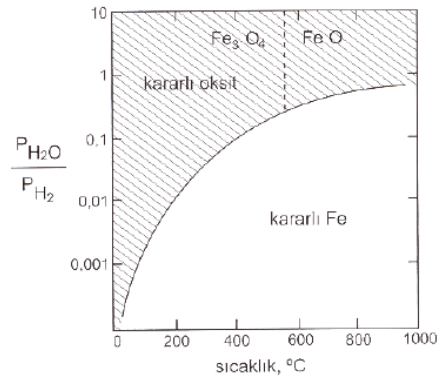
2.1.3. Kimyasal Yöntemlerle Toz Üretimi

Çok değişik kimyasal teknikler olmakla birlikte toz üretimi, genel olarak katı, sıvı ve gaz fazı reaksiyonları sonucunda gerçekleştirilir. Metal tozu üretim teknikleri arasında en klasik olanı oksit redüksiyonu ile üretimdir. Proses, manyetik separatörden geçirilmiş demir oksit (magnetit) gibi saf bir oksit ile başlar. Bu tür oksitler genel olarak öğütme ile kolayca daha küçük boyutlara indirgenir. Oksit, grafit ve kireç taşı gibi indirgeyiciler ile karıştırılır ve ısıtılır. Öğütülmüş oksit doğrudan hidrojene maruz bırakılırsa da indirgenme olayı gerçekleşir. Oksit redüksiyonu, karbonmonoksit veya hidrojen gibi redükleyici gazların kullanımı ile termokimyasal reaksiyonlar sonucunda gerçekleşir. Oksitlerin indirgenmesi hem termodinamik hem de kinetik olduğundan sıcaklık önemlidir. Termodinamik; oksidin indirgeyici gaza kararlılığı

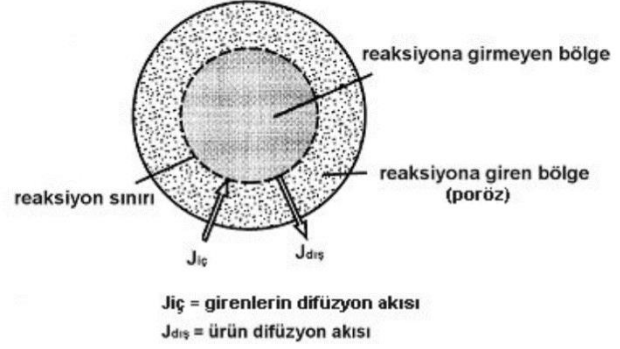


Kapalı bir sistemde ürünün indirgeyiciye son derişim oranını

Denge sabiti belirler. ($K = P_{\text{H}_2\text{O}} / P_{\text{H}_2}$) Denge çizgisinin altından metal kararlıdır ve indirgenme bu alanda olur. İçinde FeO ve H₂ bulunan kapalı ve ısıtılmış bir kapta tepkime denge noktasına kadar devam eder ve durur. Eğer ortamda oluşan su sürekli uzaklaştırılırsa FeO indirgenmesi

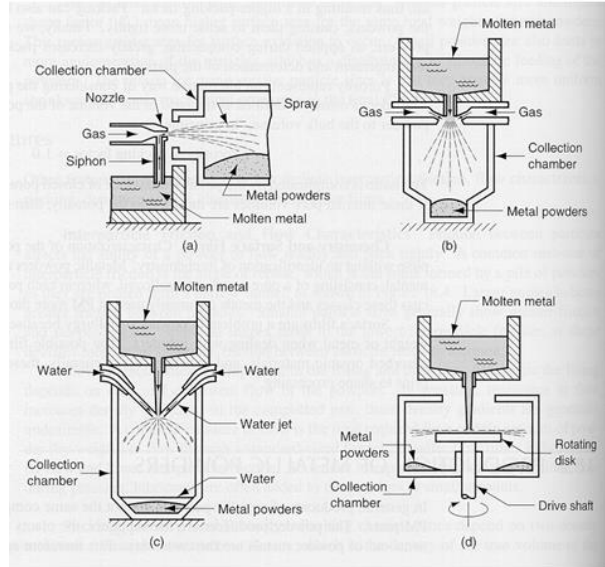


devam eder. Kinetik açısından bakıldığında redükleyici gaz redüklenen metal üzerine yavaş bir şekilde nüfuz eder. Şekilde gösterildiği gibi redüksiyon reaksiyonu eşzamanlı gerçekleşen birçok prosese bağlıdır. Saf metal oluşturmak için gazın etkileşimi ile oksit ara yüzeyi içe doğru hareket eder. Dolayısıyla gaz, oksit redüklemek için malzemenin daha iç kısmına doğru nüfuz etmelidir. Redüksiyon hızı, iç kısma difüze olan gazın hızı, dışarı doğru difüze olan ürünlerin hızı veya ara yüzeyde meydana gelen kimyasal reaksiyonun hızı ile sınırlandırılır. Genellikle difüzyon adımlarından biri reaksiyon hızını belirler. Kimyasal üretim yöntemleri; Katının gazla bozunması, ısıl bozunma, sıvıdan çökeltme, gazdan çökeltme, katı/katı tepkimeli sentez.



2.1.4. Atomizasyon Yöntemleri

Atomizasyon prosesi, sıvı hale getirilen ergiyik metalin ince damlacıklar halinde püskürtülerek küçük partiküller halinde toza dönüşümünü içerir. Elementel ve ön alaşımlı tozlar bu yöntemle kolaylıkla üretilebilir. Çoğu alaşım sistemi için uygulanabilir ve prosesin sürekli kontrol edilebilmesi bu yöntemi çekici kılan diğer unsurlardır. Atomizasyon füzyon esaslı bir proses olup bu proses ergiyik haldeki metalin saflığını ve alaşım kimyasının kontrol edilmesine olanak verir. Bir çok atomizasyon tekniği kullanılmaktadır. Bunlar; gaz atomizasyonu, sıvı veya su atomizasyonu, savurmalı atomizasyon ve plazma atomizasyon teknikleridir.



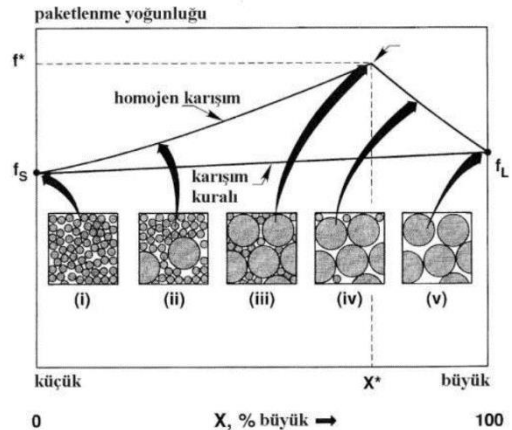
Şekil 5. Atomizasyon yöntemleri

2.2. Toz Karakterizasyonu

Partikül olarak ifade edilen kavram gerçekte daha alt bölünmesi olmayan toz birimidir. Genel olarak toz metalurjisi, dumandan (0.01- 1 μm) daha büyük ve kumdan (0,1-3 mm) daha küçük partiküller ile ilgilenir. Çoğu metal tozu boyutsal olarak insan saçının çapı (25-200 μm) kadar bir boyutta bulunur. Tarama elektron mikroskobu (SEM) gibi yüksek büyütme mikroskopları ile bu tür boyutta bulunan tozların karakteristik yapıları gözlemlenir.

2.3. Tozların Hazırlanması

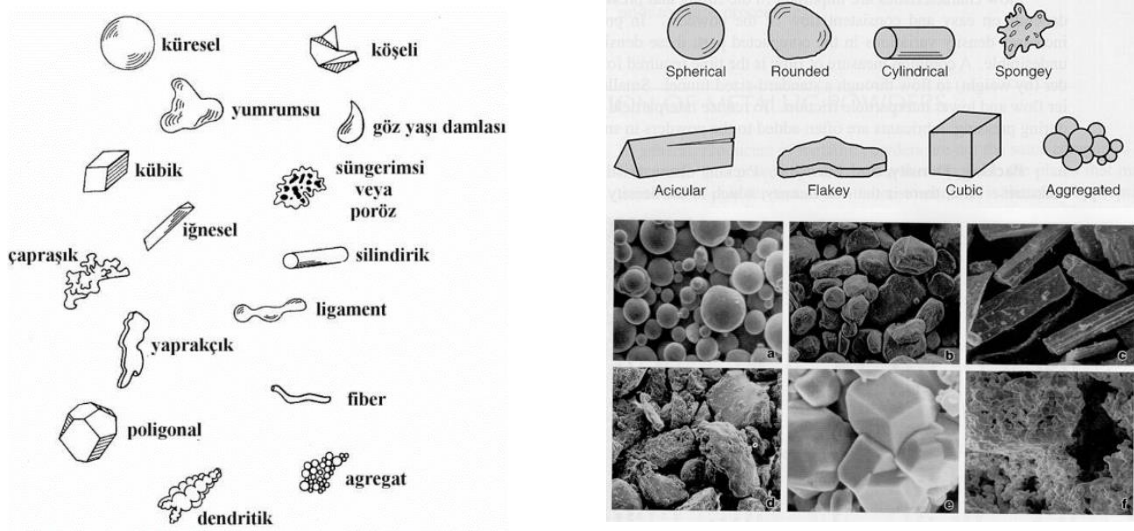
Üretimi yapılan toz yığını geniş bir boyut aralığı içerisindeydir. Optimal doldurma yoğunluğu ve preslenebilirlik elde edebilmek için belirli boyut aralıkları gerekmektedir. Üretim sonrası ham toz değişik tane boyutu fraksiyonlarına ayrılır ve buradan arzulanan boyut aralıkları alınarak karıştırılır.



Tablo 1. Bazı metallerin oksitlenme sıcaklıkları

Metal	Co	Cu	Fe	Ni	W	Mo
Sıcaklık, °C	600-700	250	700	600-700	750-800	900-1000

Redüksiyon sıcaklıkları tozlar arası topraklanmanın engellenmesi için mümkün en düşük seviyelerde seçilir. Aksi takdirde oluşan sinter kekinin (yüksek sıcaklık redüksiyonunda tozlar indirgeme sonrası boyun oluşumuyla düşük derecede sinterlenir; oluşan karışım bir kek'e benzediği için böyle anılır) öğütülmesi gerekir. Sert tozlar veya işlem sürecinde soğuk sertleşen tozlar preslenmeden önce inert gaz atmosferinde yumuşak tavlânır. Böylece preslenmede tozlar arası yeterli kontak ve mekanik soğuk kaynaklanma oluşur.



Şekil 6. Toz şekilleri

2.4. Şekillendirme

Sıkıştırma bir yük altında serbest yapıdaki toz partiküllerinin istenilen şekle dönüştürülmesi için yoğunluk kazandırma işlemi olarak tanımlanabilir. Tozların sıkıştırılmasındaki ana amaç ham yoğunluk ve dayanımın elde edilmesidir. Bu işlem için genellikle hidrolik, mekanik ve pnömatik presler kullanılmaktadır. Preslerin uyguladıkları basınç değerleri 70 ila 700 MPa arasındadır ve pratikte kullanılan basınç değerleri ise genellikle 145 – 450 MPa arasındadır. Birçok halde preslemeden önce tozlar 400 – 800 °C arasında bir ısıtmaya tabi tutulur. Böylece oksitler, rutubet, karbon, kükürt ve fosfor mümkün mertebe ortamdan uzaklaştırılmış olur. Ayrıca ısı işlem tozların sertliklerini de azaltır. Böylece tozların sıkıştırılabilme imkânı artar. Sıkıştırılabilme tavlama sıcaklığı arttıkça, oksijen azaldıkça artar.

1. Basınçsız Teknikler

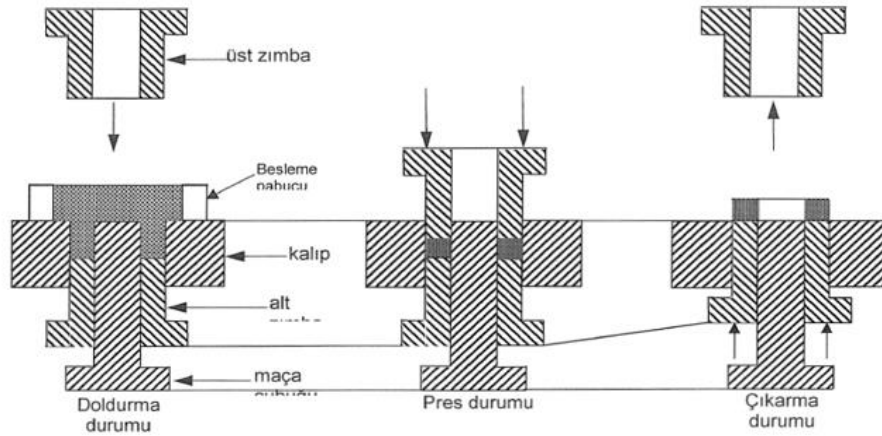
- 1.1. Bulamaç (çamur) döküm
- 1.2. Gevşek sinterleme veya yerçekimi ile şekil verme
- 1.3. Sürekli basınçsız şekillendirme

2. Basınçlı Teknikler

- 2.1. Kalıpta sıkıştırma
 - 2.1.1. Tek yönlü presleme
 - 2.1.2. Çift yönlü presleme
 - 2.1.3. Çift yönlü yüzen kalıpta presleme
 - 2.1.4. Çok hareketli kalıpta presleme
 - 2.1.5. Çok hareketli yüzen kalıpta presleme

- 2.2. İzostatik şekillendirme
 - 2.2.1. Sıcak izostatik presleme
 - 2.2.2. Soğuk izostatik presleme
- 2.3. Yüksek enerjili şekil venne
- 2.4. Toz dövme
- 2.5. Ekstrüzyon
- 2.6. Titreşimli şekillendirme
- 2.7. Sürekli şekillendirme
- 2.8. Toz enjeksiyon kalıplama

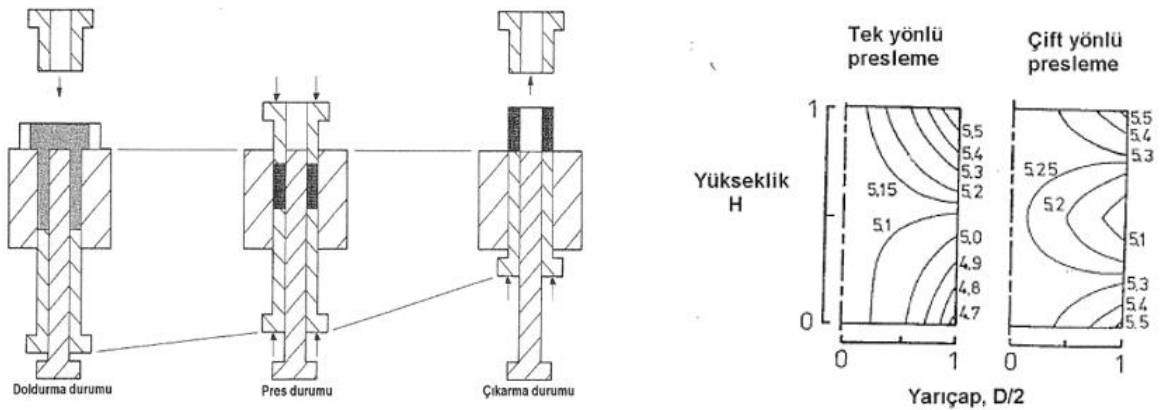
Kalıpta şekillendirme yöntemlerinden biri olan tek eksenli preslemede sadece üst zımba hareketli olup alt zımba sabittir.



Şekil 7. Tek yönlü presleme çevrimi

Çift eksenli presleme işleminde ise yukarıdan ve aşağıdan basınç uygulanır. Birinci ve ikinci sınıf parçalar üretilebilir. Homojen ham yoğunluk elde edilemez. H/D oranı 1,5’u geçmez.

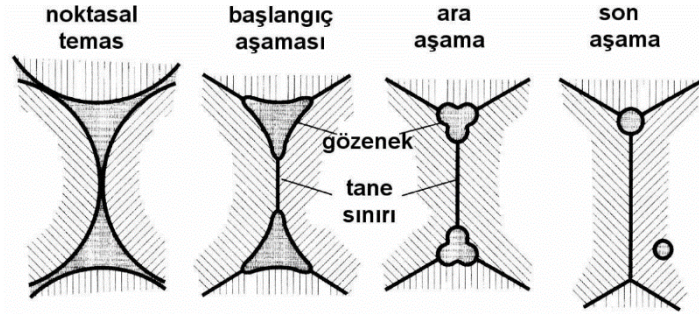
Toz parçacıkları arasındaki sürtünme, parçacıklarla ve zımbalarla kalıp yüzeyi arasındaki sürtünme nedeniyle ham kompakt içindeki yoğunluk (ham yoğunluk) dağılımı önemli farklılıklar gösterebilir. Sürtünmeyi azaltarak (yağlayıcı kullanarak) veya uygun sıkıştırma yöntemleri uygulanarak bu farklılıklar azaltılmaya çalışılır.



Şekil 8. Çift eksenli presleme ve presleme sonucu oluşan yoğunluk farklılıkları

2.5. Sinterleme

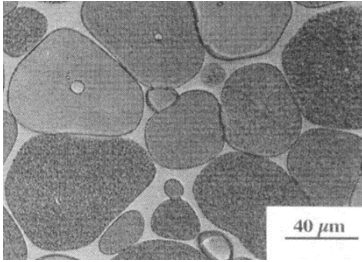
Sinterleme, parçacıkların birbirine bağlanmasını sağlayarak önemli ölçüde mukavemet artışına ve özelliklerin iyileşmesine yol açan ısıtma işlemidir. Bu bağlanma, ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleriyle olur. Bazı durumlarda az miktarda sıvı faz oluşumu sinterlemeyi kolaylaştırır. Sinterleme, yüksek sıcaklıklarda atomların yayılımı ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşir. Hatırlanacağı gibi, toz üretimi malzemeye enerji vererek yüzey alanı veya yüzey enerjisi yaratma işlemidir. Sinterleme ile bu yüzey enerjisi giderilir. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu azaldıkça arttığından küçük boyuttaki parçacıklar daha hızlı sinterlenir.



Partiküllerin noktasal temasıyla başlayan sinterleme sırasında gözenek yapısının değişimini gösteren şematik bir diyagram aşağıdaki şekilde gösterilmiştir. Boşluk hacmi giderek azalır ve boşluklar daha küresel bir hale gelir. Boşluk küreselleşmesi olurken boşlukların yerini tane sınırları alır.

Şekil 9. Gözenek yapısının değişimi

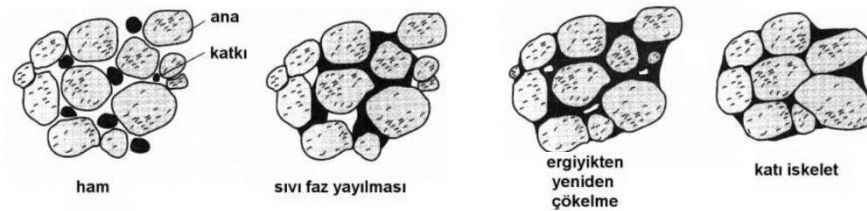
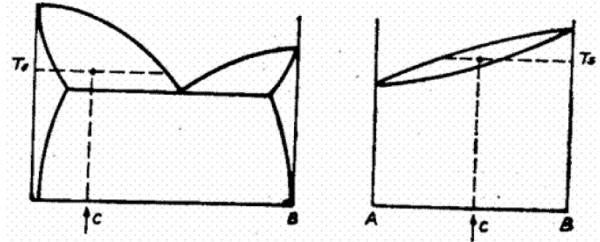
2.5.1. Sıvı Faz Sinterlemesi



Sıvı faz sinterlenmesinde sıvı faz oluşumu i.in iki ana mekanizma vardır. Bunlardan birincisi farklı kimyasal bileşimlerde toz karışımı kullanılır. Sinterleme sırasında farklı bileşimdeki tozların etkileşimi ile sıvı faz oluşur. İkincisi ise, sıvı faz toz karışımında bulunan bileşenlerden bir tanesi ergimesi veya Ötektik faz oluşumu ile oluşmasıdır. Oluşan bu sıvı faz, çözünme durumuna göre sinterleme sırasında alaşım oluşumu ile ortadan kalkabilir veya sinterleme süresince sürekli olarak

bulunabilir. Sıvı faz sinterlenmesinde yoğunlaşma meydana gelmesi için aşağıdaki koşulların sağlanması gerekir.

- Sinterleme sıcaklığında katı ve sıvı faz bir süre birlikte bulunmalıdır
- Katı fazın sıvı faz içerisinde sınırlı bir çözünürlüğü olmalıdır
- Sıvı faz miktarı boyutsal değişimi minimum tutacak kadar az; fakat istenilen yoğunluğu sağlayacak kadar fazla olmalıdır,
- Hızlı yoğunlaşmayı sağlamak için katı faz tozları oldukça küçük olmalıdır,
- Sinterlemede katı faz taneleri tamamen sıvı faz ile çevrenmelidir.



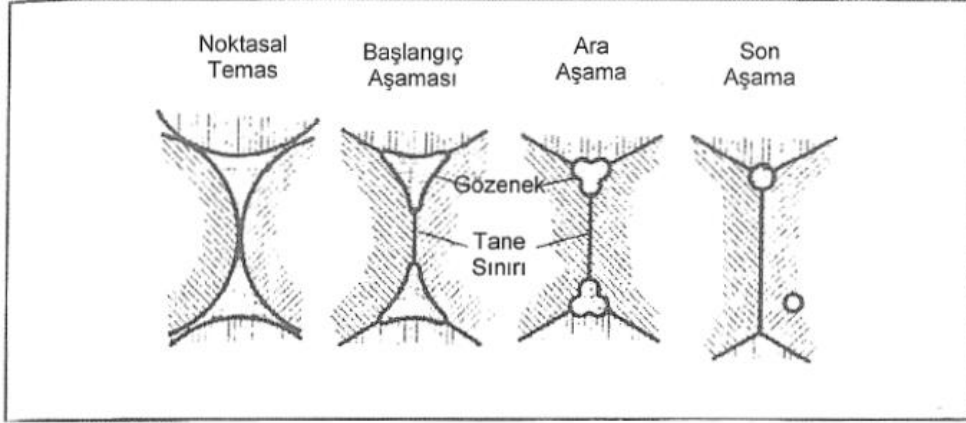
Şekil 10. Sıvı faz sinterleme işlemi aşamaları

2.5.2. Katı Faz Sinterlemesi

Katı hal sinterlemesi; katı toz taneciklerinin hiçbir ikinci sıvı faz olmadan yoğunlaşmasıdır.

Katı hal sinterlemesinin aşamaları;

- Yapışma: Tozların arasında bağ (boyun) oluşması,
- Başlangıç boyun bölgesi,
- Ara: Gözeneklerin yuvarlaklaşması ve uzaması,
- Son: Gözeneklerin küçülmesi ve yoğunlaşmasıdır



Şekil 11. Katı faz sinterlemesinin aşamaları

2.6. Sinter Atmosferleri :

Sinterleme işlemi özel koruyucu atmosfer veya vakum altında yapılır. Sinterleme sırasında kullanılan atmosferlerin görevleri şunlardır:

- Parça ve çevresi arasında (oksitleme gibi) olabilecek reaksiyonları önlemek veya azaltmak.
- Sinter parçasını absorbe edilmiş artıklardan, oksit filmlerinden, yabancı maddelerden arındırmak.
- Sinter parçası ile alaşım yaparak sinterlemeyi hızlandıracak bir veya daha fazla element sağlamak.

En çok kullanılan sinter atmosferleri şunlardır :

Hidrojen: Birçok metal oksidini indirgeyebilir. Yanıcı ve patlayıcıdır. Isı iletimi çok iyidir, ısı kayıplarını arttırdığı gibi soğuma ve ısınma hızlarını artırır.

Azot: Saf azot birçok elementle reaksiyona girebilir. Katı çözelti ve nitrür çökeltileri oluşturarak kırılganlığı artırır, Genellikle yanıcı atmosferlerin kullanımından önce ve sonra fırınların temizlenmesi için kullanılır.

Hidrojen - Azot Karışımları : Amonyakın ayrıştırılmasıyla %75 H₂ ve %25 N₂ karışımı elde edilir. İndirgeyici özelliktedir.

Hidrokarbon gazları : Yakıt nitelikli bir gazın havayla belli oranda karıştırılarak yakılmasıyla elde edilen ucuz karışımlardır. Bu reaksiyon sırasında ısı verirse ekzotermik, ısı alırsa endotermik adıyla anılırlar. Ekzotermik gaz. yakıt gazının havayla karışarak tam olarak yanmasıyla elde edilir ve %70-90 N₂, H₂, CO, CO₂ içerir, "Zengin" karışım yüksek; "Fakir" karışım ise düşük H₂ ve CO içerir, Bu gazların yanıcılığı az, ISI iletkenliği yüksek,

elde edilmeleri kolaydır. Endotermik gazlar hidrokarbon gazının bir katalizör üstünde havayla reaksiyona girmesiyle elde edilir. H₂ ve CO miktarı yüksek olduğundan indirgeyici ve yanıcıdır.

Argon ve Helyum :Asal gazlar olup fiyatları yüksektir .. Nitr atmosfer oluştururlar.

Vakum :Gazlarla bileşik yapma eğiliminde olan metal ve alaşımlar için kullanılır. Vakumda sinterlemede hava gözenekleri tam anlamıyla terk edeceğinden yüksek yoğunluk elde edilebilir. Ancak kolay buharlaşan metaller, pompa yağından veya grafit fırın ısı elemanlarından gelen karbon bir miktar kirlenmeye neden olabilir.

3. Deneyin Uygulanışı

- Karıştırılacak toz ve yağlayıcı tartılır. Yağlayıcı oranı %1 olarak alınır.
- Saat camı içine konarak 5 dakika mekanik olarak karıştırılır.
- Kalıp hazırlanır ve hazırlanan karışım kalıba doldurulur.
- Üst zımba yerleştirilir ve presleme işlemi yapılır.
- Alt zımba yardımıyla numune kalıptan çıkartılır ve gerekli hesaplamalar yapılır.
- Sinterleme işlemi yapılır ve sinterleme işleminden sonra gerekli hesaplamalar yapılır.

4. Deney Raporunda İstenen Hesaplamalar

- Teorik bölüm için deney sırasında verilecek araştırma konusu araştırılıp yazılacak,
- Ham yoğunluk-presleme basıncı çizgi grafiği çizilecek,
- Sinterlenmiş yoğunluk-presleme basıncı çizgi grafiği çizilecek,

5. Kaynaklar

- 1) German, R.M. "Powder Metallurgy Science", MPIF Princeton N.J. 1984.
- 2) Groover, M.P. "Fundamentals of Modern Manufacturing Materials, Processes and Systems" Prentice Hall Int. Inc. 1996.
- 3) Uygur, E. M. "Toz Metalurjisi Seminer Notları" SEGEM 1986.
- 4) Lenel, F. V., "Powder Metallurgy Principles and Applications" MPIF Princeton, N.J. 1980