



POLİTEKNİK DERGİSİ

*JOURNAL of POLYTECHNIC*

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.org.tr/politeknik>



# Çinko stearat ve ön sıkıştırma basıncının Alumix123 tozun sinterlenmesine etkisi

*Effect of zinc stearate and pre-compaction  
pressure on sintering of Alumix123 powder*

Yazar(lar) (Author(s)): Tuğçe ŞAHİN<sup>1</sup>, Yusuf ÖZÇATALBAŞ<sup>2</sup>

ORCID<sup>1</sup>: 0000-0002-6908-2310

ORCID<sup>2</sup>: 0000-0002-4256-8492

**Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article):** Şahin T., Özçatalbaş Y., “Çinko stearat ve ön sıkıştırma basıncının Alumix123 tozun sinterlenmesine etkisi”, *Politeknik Dergisi*, 24(2): 703-710, (2021).

**Erişim linki (To link to this article):** <http://dergipark.org.tr/politeknik/archive>

**DOI:** 10.2339/politeknik.745113

# Çinko Stearat ve Ön Sıkıştırma Basıncının Alumix123 Tozun Sinterlenmesine Etkisi

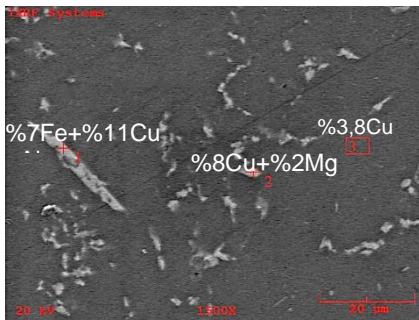
## Effect of Zinc Stearate and Pre-Compaction Pressure on Sintering of Alumix123 Powder

### Önemli noktalar (Highlights)

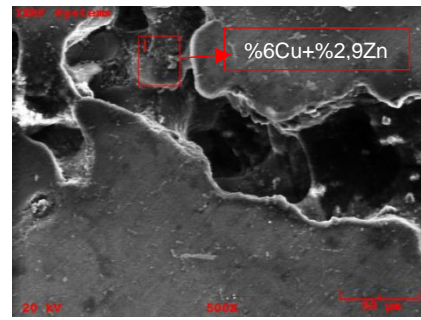
- ❖ Ön sıkıştırma basıncı ve çinko stearatın giderilmesi/ Pre-compression pressure and removal of zinc stearate.
- ❖ T/M malzemenin sinterlenmesinde yağlayıcı etkisi/ The effect of lubricant on sintering of P/M material.
- ❖ Çinko stearat ve T/M malzeme mikroyapısı/ Zinc stearate and P/M material microstructure.
- ❖ Ön karışımli Alumix 123 tozu ve Al-Cu alaşımlanması/ Pre-mixed Alumix 123 powder and Al-Cu alloying.
- ❖ Çinko stearat ve T/M malzeme özellikleri/ Zinc stearate and P/M material properties.

### Grafik Özet (Graphical Abstract)

Artan ön sıkıştırma basıncıyla birlikte T/M malzemenin özellikle yüzeyindeki yoğunluk artışı, çinko stearatın giderilmesini güçleştirmiş ve sinterlenmiş malzemede gözeneklere sebep olmuştur (Şekil 1)./ With the increasing pre-compression pressure, the density increase especially on the surface of the T/M material, made it difficult to remove zinc stearate and caused pores in the sintered material. (Figure 1).



Yağlayıcısız/500MPa



Yağlayıcıli/500MPa

Şekil 1. T/M malzemelerin difüzyon tavi sonrası mikroyapılarının SEM görüntüleri / Figure 1. SEM images of microstructures of lubricant-free and containing P/M materials with diffusion annealing.

### Amaç (Aim)

Yağlayıcı katkısı ve farklı ön sıkıştırma basınçlarının toz metal parçaların özelliklerine etkilerinin araştırılması./ Investigation of the effects of lubricant additive and different pre-compression pressures on properties of powder metal parts.

### Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Yağlayıcısız ön karışımli Alumix123 tozu ve ağırlıkça %1,5 çinko stearat yağlayıcı ilave edilerek hazırlanan tozlar kullanılmıştır. Üç farklı basınçta ön sıkıştırılan tozlar, yağlayıcı giderme işlemi ve devamında sıcak presleme ile T/M malzemeler üretilmiştir./ The pre-mixed Alumix 123 powder without lubricant and powders prepared by adding 1.5% zinc stearate lubricant by weight were used. After pre-compaction at three different pressures, P/M materials were produced by applying lubricant removal heat treatment and subsequently hot pressing.

### Özgünlük (Originality)

Yağlayıcı içeren ön karışımli tozların kullanılmasıyla üretilen T/M malzemelerin mikroyapısı ve fiziksel özelliklerindeki olumsuzluklara ön sıkıştırma basıncının etkisini belirten yeterli çalışmaya rastlanmamıştır./ Sufficient studies indicating the effect of pre-compression pressure on the defects of microstructure and physical properties of P/M materials produced using of premixed powders containing lubricant have not been found.

### Bulgular (Findings)

Yüksek ön sıkıştırma basıncı, yağlayıcı giderme işlemi sürecinde çözünen çinko stearatın gaz fazında T/M parça yüzeyine taşınımına engel olabilmektedir / High pre-compression pressure can prevent the diffusion of decomposed zinc stearate onto the P/M part surface in the gas phase during the debinding process.

### Sonuç (Conclusion)

Artan ön sıkıştırma basıncıyla yağlayıcıli üretilen numunelerin yoğunlukları, sertlikleri ve alaşım oranının daha düşük olduğu tespit edilmiştir. / It has been determined that the density, hardness and alloying rate of the samples produced with lubricant with increased pre-compression pressure are lower.

### Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

# Çinko Stearat ve Ön Sıkıştırma Basıncının Alumix123 Tozun Sinterlenmesine Etkisi

*Araştırma Makalesi / Research Article*

Tuğçe ŞAHİN<sup>1\*</sup>, Yusuf ÖZÇATALBAŞ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Hidromek, OSB, Sincan, Türkiye

<sup>2</sup>Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Gazi Üniversitesi, Beşevler, Ankara/Türkiye

(Geliş/Received : 29.05.2020 ; Kabul/Accepted : 18.09.2020)

## ÖZ

Toz metalurjisi yönteminde (TM) kullanılan yağlayıcılar, metal tozların sıkıştırılabilirliğini, akıcılığını, görünür, ham ve sinter parçaların yoğunluğunu ve mukavemetlerini önemli miktarda etkilemektedir. Bu çalışmada, ön karışımli Alumix 123 tozuna ilave edilen ağırlıkça % 1,5 çinko stearat (ZnSt) yağlayıcı katkılı karışım tozun sıcak preslenmesi ile toz metal (T/M) malzemeler üretilmiştir. Yağlayıcı katkılı ön karışımli Alumix 123 tozlar, üç boyutlu karıştırma cihazında 40 dakika süreyle karıştırılmış ve 100, 300 ve 500 MPa basınçlarda ön sıkıştırma gerçekleştirilmiştir. Daha sonra 300-450 °C arasında kalıp sıcaklığı 50 °C artırılıp 15 dakika sürelerle bekletilerek toplam 1 saat yağlayıcı giderme işlemi yapılmıştır. Devamında, 540 °C sıcaklıkta 50 MPa basınç altında 30 dakika süreyle sıcak presleme aktif sinterleme işlemi uygulanmıştır. Yağlayıcı katkısız ön karışımli Alumix 123 tozlarına da karıştırma süreci hariç aynı işlemler uygulanmıştır. Üretilen T/M malzemelere ötektik sıcaklık değişimli (548°C±10°C) difüzyon tavlama (DT) uygulanmıştır. T/M malzemelerin Arşimed prensibine göre yoğunluk ölçümleri ve sertlik ölçümleri yapılmıştır. Aynı zamanda üretilen bu parçaların metalografik inceleme yapılarak optik mikroskop, Taramalı Elektron Mikroskop (SEM/XRF) ve X-Işınları Kırınımı (XRD) analizleri gerçekleştirilmiştir. Yağlayıcı T/M malzemelerde ön sıkıştırma basıncının artması, gözenek yoğunluğunu azaltarak bağıl yoğunluğu artırmıştır. Ancak yağlayıcı içeren numunelerde artan ön sıkıştırma basıncıyla azalan yağlayıcı giderme etkisi, T/M malzemelerde gözenek miktarını artırarak bağıl yoğunluğu düşürmüştür. Yağlayıcı üretilen numunelerin yoğunlukları, sertlikleri ve alaşımlanma oranının yağlayıcı malzemelerden daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Ön karışımli Alumix 123, toz metalurjisi yöntemi, ön sıkıştırma, sinterleme, çinko stearat.

## Effect of Zinc Stearate and Pre-Compaction Pressure on Sintering of Alumix123 Powder

### ABSTRACT

Lubricants used in the Powder Metallurgy (PM) method significantly affect the compressibility, flowability and apparent density of metal powder and also strength of sinter parts. In this study, sintered powder metal (P/M) materials were produced by hot pressing of pre-mixed Alumix 123 powder with w.t. 1.5% zinc stearate (ZnSt) lubricant. The pre-mixed Alumix 123 powder with lubricant were mixed for 40 minutes in the three-dimensional mixing device and pre-compression was carried out at pressures of 100, 300 and 500 MPa. Then, the die temperature was increased by 50°C and kept for 15 minutes in between 300-450°C. By this way, a total of 1 hour lubricant removal process was performed. Subsequently, hot pressing active sintering was applied for 30 minutes under a pressure of 50 MPa at 540°C. The same processes were applied to the pre-mixed Alumix123 powders without lubricant, except the mixing process. Diffusion annealing (DA) with eutectic temperature change (548°C±10°C) was applied to the produced P/M materials. Density measurements according to Archimedes principle and hardness measurements of P/M materials were made. Metallographic examinations of these produced parts were carried out. At the same time optical microscopy, Scanning Electron Microscopy (SEM/XRF) and also X-Ray Diffraction (XRD) analyzes were performed. Increasing the pre-compression pressure in lubricant-free P/M materials decreased the pore density and increased the relative density. The lubricant removal effect with increasing pre-compression pressure and the relative density of P/M materials reduced. It has been determined that the density, hardness and alloying rate of the samples produced without lubricant are higher than those with lubricant.

**Keywords:** Alumix 123, powder metallurgy, pre-compaction, sintering, zinc stearate.

### 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Toz metalurjisi yöntemi (TM), endüstriyel üretiminde halen gelişen ve yaygınlaşan bir üretim yöntemidir. Geleneksel üretim yöntemlerine göre avantajları sebebiyle, toz metal (T/M) malzemeler endüstrinin bir-

çok alanında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemle üretilen parçaların çoğunlukla talaşlı işlem gerektirmeksizin nihai ürün şeklini alması nedeniyle dişli, mıknatıs, biyel kolu, krank mili, kesici takım uçları gibi yüksek yoğunluklu parçaların dışında, gözenekliliğinden dolayı filtre veya kendinden yağlamalı yüksek gözenekli sürtünmeli yatak malzemelerinin üretilmesi açısından da önemlidir. Bununla birlikte, T/M parçalar otomotiv endüstrisi başta olmak üzere, havacılık, gıda sektörleri ve spor malzemeleri gibi pek

\*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)  
e-posta : Tuğçe.Sahin@hidromek.com.tr

çok alanda kullanılmaktadır [1-4]. T/M malzemelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri; sinterleme sıcaklığına/süresine, presleme basıncına, sinterleme sonrası yapılan ısı işlemlere, fazların kimyasal yapısı ve mikroyapıdaki miktarına, parça içindeki gözenek miktarı ve geometrisine bağlı olarak değişmektedir [1,5,6]. T/M parça üretiminde yaygın olarak kullanılan alüminyum ve alaşımları, bazı çeliklerinden daha yüksek mukavemette olabilmektedir. Bunun yanında, alüminyum alaşımlarının düşük yoğunluk, yüksek özgül mukavemet, yüksek korozyon direnci ve mekanik özelliklerinin geliştirilebilmesi, şekillendirme ve işleme kolaylığı gibi özelliklere sahip olması birçok farklı sektörde kullanım alanları ortaya çıkarmıştır. T/M malzemeden istenen özellikler veya performanslara bağlı olarak seçilen çok geniş kompozisyonlardaki ön karışım ve/veya ön alaşımlı metal tozlarının kullanılmasıyla, amaca uygun malzeme tasarımı yapılması ve ürün şekillendirilebilmesi mümkündür. Toz metalurjisi yöntemi ile parça üretimi tozların karıştırılması, preslenmesi ve sinterlenmesi gibi bir dizi prosesi gerektirmektedir [7]. Genellikle oda sıcaklığında presleme yapıp devamında sinterleme işlemi ile mukavemet sağlanırken, bazen de sıcak presleme reaktif sinterleme (SPRS) işlemi ile de yüksek yoğunluklu T/M malzemeler üretilebilmektedir [8, 9]. Metal tozlarına SPRS işlemleri uygulanmasıyla, yoğunlaşma ve malzemedeki kimyasal reaksiyonların her ikisi de tek adımda gerçekleşir. Soğuk preslenen T/M parçalara göre, nispeten düşük sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süreleri nedeniyle yüksek yoğunluklu parça üretmek için bu teknik ekonomik olabilir [10, 11]. Özellikle ön karışım tozlar kullanılarak üretilen T/M malzeme toz parçacık boyutları, biçimi, bileşimi ve gözeneklerin morfolojisi gibi özellikler, üretilen T/M in mikro yapısını ve dolayısıyla malzemenin performansını etkiler [12-14]. Bu bakımdan, ön karışım tozların kullanımında esas problem, mikro segregasyonu minimize edebilecek uygun sıcak presleme ve devamındaki uygun ısı işlemlerle alaşımlamanın gerçekleştirilmesidir [15,16]. T/M üretim sektöründe kullanılan tozlar genellikle %1,5'e kadar ağırlıkça yağlayıcı içerir veya T/M parça üretimi sürecinde ilave

edilebilir. Preslenme sürecinde toz akıcılığını ve görünür yoğunluğu artırmak, parçacıklar arası ve kalıp çeperleri arası sürtünmeyi azaltmak, dolayısıyla sıkıştırma ve kalıptan çıkarma kuvvetini azaltmak ve sıkıştırılabilirliği artırmak için çeşitli yağlayıcı tozlar kullanılır [17,18]. Metal sabunlar, metal tozları için en köklü katı yağlayıcı gruplarından biridir. En yaygın olarak kullanılan metal sabunu, kimyasal olarak iki anyon stearik asit eklenmiş bir çinko iyonundan oluşan çinko stearattır. Bununla birlikte, metal sabunların bazı dezavantajları vardır. Bunlardan biri, sinterlemeden sonra sıkıştırılmış parçaların yüzeyinde meydana gelen çinko bileşiklerinin kalıntılarıdır. Molibden, alüminyum ve demir gibi metal tozlarının sıkıştırılmasında en yaygın kullanılan yağlayıcılar Çinko stearat ( $C_{36}H_{70}O_4Zn$ ) ve Acrawax® C ( $[CH_3(CH_2)_{16}CONHCH_2-]_2$ ) dir [19,20]. Sinterleme sürecinde yağlayıcı giderme aşaması önemlidir. Yağlayıcının giderilmesini sağlayan aşamalar erime, buharlaşma, gözenek ağından parça yüzeyine gaz taşınımı ve fırın içindeki gaz akışı ile buharın çıkarılmasıdır. Çinko stearat, yaklaşık 128 °C'de erir ve artırılan sıcaklıkla birlikte yaklaşık 350 °C den sonra buharlaşarak kütle kaybetmeye başlar [21]. Yanlış yağlayıcı giderme, kabarcıklanma, yumuşatma, mikro gözeneklilik vb. kusurlara yol açabilir. [22,23].

Bu çalışmada, ön karışım Alomix 123 tozuna ilave edilen ağırlıkça % 1,5 çinko stearat yağlayıcı katkısının, sıcak presleme sürecinde farklı ön sıkıştırma basınçlarıyla üretilen T/M parçaların özelliklerine etkileri araştırılması amaçlanmıştır. Bu sayede, T/M parçalar içerisinde yağlayıcıya bağlı oluşabilecek kusurların belirlenmesi ve ön sıkıştırma basınçlarının yağlayıcı giderme süreçlerine etkileri açıklanmaya çalışılmıştır.

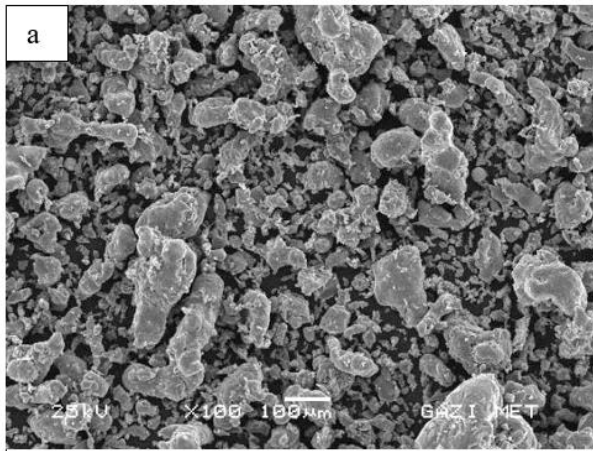
## 2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL AND METHOD)

Bu çalışmada, tarama elektron mikroskop (SEM) görüntüleri Şekil 1a'da verilen ön karışım Alomix 123 metal tozu ve yağlayıcı olarak ise Şekil 1b'de verilen çinko stearat ( $Zn(C_{18}H_{35}O_2)_2$ ) tozu kullanılmıştır.

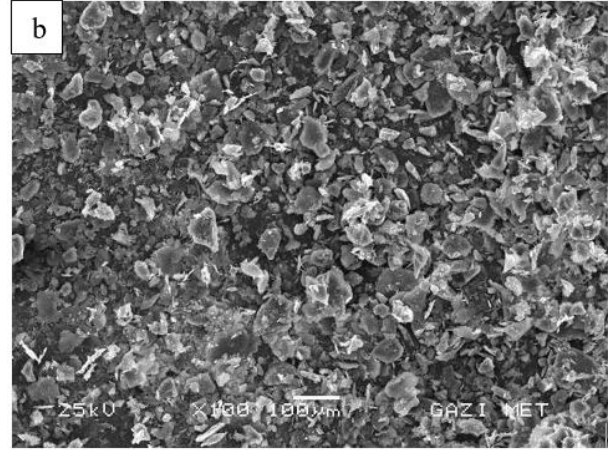
**Çizelge 1.** Denede kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimi (% ağırlık) ve numune kodlama durumu (Chemical composition (by weight %) of the materials used in the experiment and sample codes)

Alaşım elementleri	Ön karışım Alomix 123				Yağlayıcı
	Al	Cu	Si	Mg	
% Ağırlık	94,3	4,5	0,7	0,5	$Zn(C_{18}H_{35}O_2)_2$
Numune Kodları	Ön Presleme Basıncı (MPa)		Yağlayıcı durumu		İşlem
T/M100Zn	100		Var		Yağlayıcı giderme ve sıcak presleme
T/M300Zn	300				
T/M500Zn	500				
T/M100	100		Yok		Sıcak presleme
T/M300	300				
T/M500	500				
T/M300Zn-DT	300		Var		Difüzyon tavı
T/M300-DT			Yok		

Ön karışım Almix 123 tozunun kimyasal bileşimi ve çeşitli işlemlerle üretilen T/M numunelerin kodlama durumları Çizelge 1’de verilmiştir. Alüminyum esaslı ön karışım tozlarına % 1.5 çinko stearat yağlayıcı ilave edilerek ve yağlayıcı ilave edilmeden Turbula cihazında 40 dakika karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Karışım tozların ortalama çık boyutu  $d_{0,5} = 114 \mu\text{m}$ , yağlayıcının ise  $d_{0,5} = 68 \mu\text{m}$ ’dir. Karışım toza kalıp içerisinde tek yönlü sıkıştırma ile 100, 300 ve 500 MPa basınçlarda soğuk olarak ön presleme işlemi uygulanmıştır. Farklı basınçlarda ön sıkıştırma uygulanan numuneler 300, 350, 400 ve 450 °C sıcaklıklarda 15 dakika süreyle sıcak kalıp içerisinde bekletilip 1 saat süreyle yağlayıcı giderme işlemi gerçekleştirilmiştir. Devamında kalıp sıcaklığı 540°C’ye çıkartılıp, 50 MPa basınçta 30 dakika süre ile sıcak presleme işlemi gerçekleştirilerek  $\varnothing 30 \times 10$  mm ebadında parça T/M malzemeler üretilmiştir. Ayrıca, yağlayıcı ilavesiz olarak ön karışım Almix 123 tozuna da farklı ön sıkıştırma basınçları uygulamasının sonunda 540 °C’de 30 dakika boyunca 50 MPa basınçta sıcak presleme işlemi gerçekleştirilerek T/M parçalar üretilmiştir. Ön karışım Almix 123 tozu içeriğinde bulunan özellikle Cu ve eser miktarda Al-Si, Al-Mg ön alaşım tozu olarak bulunan karışım tozların homojen bir alaşım oluşturması amacıyla yapılan difüzyon tavı süreci iki kademe yapılmıştır. Önce 2 saat Al-Cu ikili alaşımı ötektik altı sıcaklıkta (530°C ) ve devamında  $548 \pm 10$ °C sıcaklıklar arasında 1 saat süreyle salınımlı olmak üzere toplam 3 saat difüzyon tavı (DT) uygulanmıştır. Üretilen T/M parçaların fiziksel özelliklerinin belirlenmesi için Arşimed prensibine göre yoğunluk ölçümleri ve Vickers sertlik ölçümleri yapılmıştır. Numunelerin metalografi hazırlık çalışmaları yapılarak sodyum hidroksit çözeltisinde (%1,5 NaOH) 15 saniye süre ile dağlanmış ve optik mikroskop ve tarama elektron mikroskop (SEM) çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Üretilen T/M numunelerin bağıl yoğunlukları; ölçülen yoğunluğun, hesaplanan teorik yoğunluğa ( $2,97 \text{ gr/cm}^3$ ) oranlanması ile belirlenmiştir.



**Şekil 1a.** Kullanılan deney malzemelerinin SEM görüntüleri; Ön karışım Almix123 tozu (SEM images of Pre-mixed Alumix 123 powder)

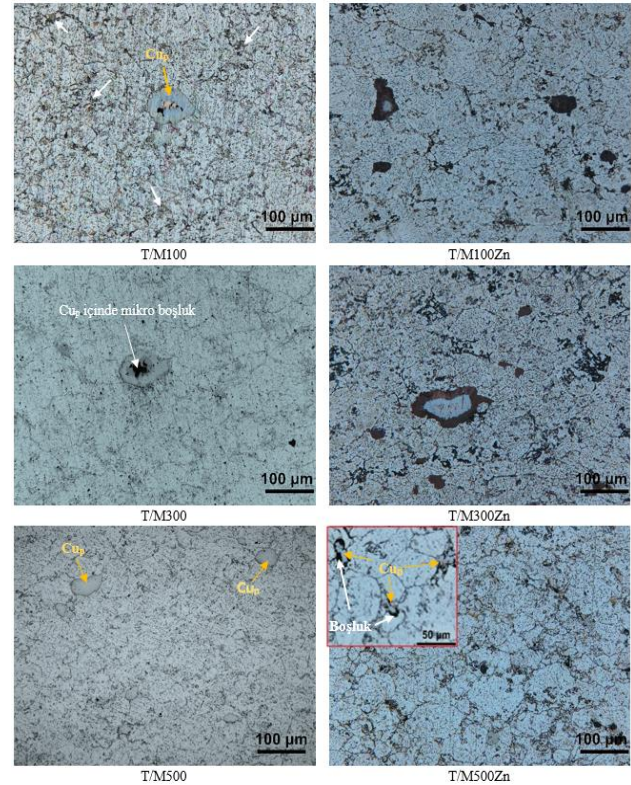


**Şekil 1b.** Kullanılan deney malzemelerinin SEM görüntüleri; Yağlayıcı çinko stearat tozu (SEM images of zinc stearate powder)

### 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

#### 3.1. T/M Malzemelerin Mikroyapıları ve Faz Dönüşümleri (Microstructures and Phase Transformations of P/M Materials)

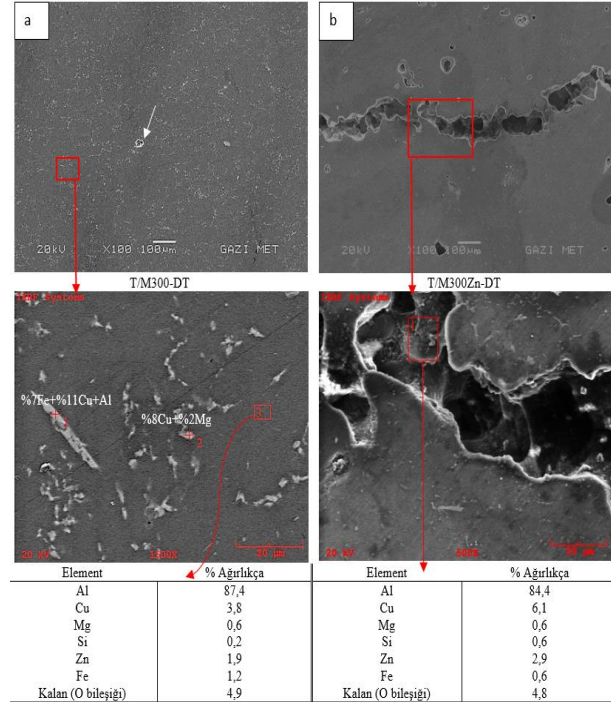
Farklı ön basınçlarda soğuk olarak preslenen ve devamında sıcak presleme işlemleri uygulanmış yağlayıcı içeren (T/MxxxZn) ve içermeyen (T/Mxxx) numunelerin mikroyapıları Şekil 2’de gösterilmiştir.



**Şekil 2.** Ön presleme basıncı ve yağlayıcı durumuna göre T/M malzemelerin mikroyapıları (Microstructures of P/M materials according to pre-compaction pressure and lubricant condition)

Yağlayıcı içermeyen T/M100 ve T/M300 malzemelerin mikroyapıları benzerlik göstermekte ve Cu parçacık merkezli Cu'ca zengin faz içeren taneler ( $Cu_p$ ) dikkat çekmektedir. Bu tane içlerinde genellikle Kirkendal etkisinden ve/veya Cu parçacığının üretim sürecinden kaynaklandığı düşünülen mikro boşluklar meydana gelmiştir [24-26]. Bu durum T/M500 malzemesinin mikroyapısında çok daha az etkindir. Ön sıkıştırma basıncıyla değişen mikroyapılar kıyaslandığında, T/M100 malzemede görülen kaba Cu'esaslı fazların (beyaz oklarla gösterildi), T/M300 ve T/M500 mikroyapılarında genellikle tane sınırlarında, daha seyrek ve ince dağılımlı olduğu söylenebilir. Ayrıca T/M500 mikroyapısında, gözenek içermeyen, değişken boyutlarda Cu'ca zengin taneler de (kırmızı oklarla gösterildi) görülmektedir. Yağlayıcı içeren T/M100Zn ve T/M300Zn malzemelerin mikroyapısında ise, aynı basınçlarda ön preslenen T/M malzemelere göre daha fazla oranda Cu'ca zengin iri tanelere ve yer yer taneler arasındaki mikro gözeneklere rastlanmıştır. Ayrıca bu gözeneklerin özellikle T/M500Zn mikroyapısında ve Cu'ca zengin taneler/parçacıklar ( $Cu_p$ ) ile Al'ca zengin matris arasında bulunması da dikkat çekicidir. Bu durumun, ön presleme sürecinde Cu ile Al parçacıklar arasında kalan yağlayıcı parçacıkların, yağlayıcı giderme sürecinde gaz taşınımı ile ortamdaki uzaklaştırılmaması ve devamında sıcak presleme reaktif sinterleme sürecinde ise Al-Cu arasında gaz dolu boşluk oluşturarak Al-Cu yayınına engel olduğu düşünülmektedir. Zira bu tür gözeneklere, yağlayıcısız ve düşük basınçta ön preslenen yağlayıcı numunelerde genellikle rastlanmamıştır. Sıcak presleme sonrası mikroyapıda halen var olan Cu parçacık kaynaklı Cu'ca zengin tanelerdeki segregasyonu gidermek ve daha homojen bir mikroyapı elde etmek için difüzyon tavlaması (DT) uygulanmıştır. Bu ısı işlem sürecinin son bir saati Al-Cu alaşımlarının ötektik sıcaklığının ( $548^{\circ}C$ ) üstünde ve altında olarak salınımlı yapılmıştır. Bu işlemde amaç oluşturulacak kısmı sıvı fazla Cu'nun Al fazı içinde yayınımlı hızlandırmaktır. Zira katı fazda difüzyon tavlamasında belirli süre sonunda Cu tane içindeki konsantrasyon gradyanı azalmakta ve Al matrise Cu yayınımlı hızlanmaktadır [24]. Bu sebeple difüzyon tavlaması süresi çok uzun zaman gerektirmektedir.

Şekil 3'de 300 MPa da ön sıkıştırma ile üretilen yağlayıcı ve yağlayıcısız T/M malzemelere uygulanan difüzyon tavlaması sonucu oluşan mikroyapıların SEM görüntüleri ve bazı XRF analiz sonuçları verilmiştir. Yağlayıcısız T/M300-DT numunesinin mikroyapısında yer yer 20-40  $\mu m$  arasındaki boyutlarda gözenekler bulunsun da (beyaz okla gösterildi) belirgin bir gözenek yoğunluğu gözlenmemiştir. Ayrıca özellikle tane sınırlarında yoğunlaşmış Cu'ca zengin teta fazı çökeltileri de mikroyapıda homojen dağılımlı görünmektedir. Bu bakımdan difüzyon tavlamasının Şekil 2'de gösterilen Cu'ca zengin bölgelerdeki konsantrasyon farkının azalarak homojenize ettiği söylenebilir.



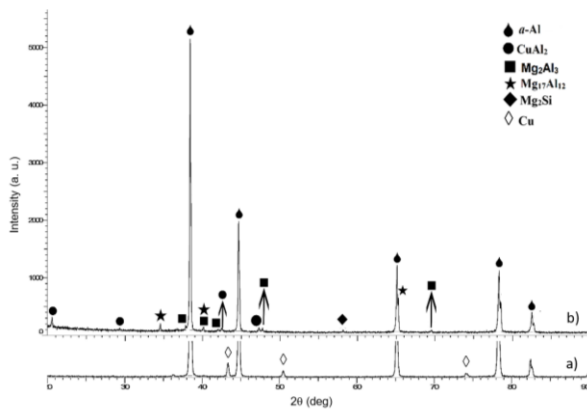
Şekil 3. Difüzyon tavlaması uygulanan T/M300 ve T/M300Zn malzemesinin mikroyapı SEM görüntüleri ve XRF verileri (Microstructure SEM images and XRF data of T/M300 and T/M300Zn material with diffusion annealing)

Bu numunenin alaşımlanma durumu ve mevcut fazların tanımlanması için yapılan XRF analizi sonuçlarına bakıldığında, (3 nolu bölgenin analiz sonuçları resim altında verilmiştir) matris %3,8 Cu içermektedir. Ön karışım Aluminix 123 ağırlıkça %4,5 Cu içeriğine göre hazırlanmıştır. Bu durumda aradaki %0,7 Cu farkı halen tane sınırlarındaki Cu'ca zengin teta fazı içeriğinden kaynaklandığı söylenebilir. Bu durumda alfa Al içinde Cu yayınımlı gerçekleşmediği veya alaşımlamanın tamamen sağlanamadığı görülmektedir. Zira, Cu'ca zengin bu fazın 2 nolu analiz sonuçlarına bakıldığında yaklaşık %8 Cu içerdiği belirlenmiştir. Diğer taraftan Aluminix123 ön karışım tozun içeriğinde Fe içerikli iğnemi biçimde intermetalik kalıntıların varlığı da 1 nolu XRF analizi sonucundan anlaşılmaktadır. Bir safsızlık olarak demirin varlığı kaçınılmazdır ve demirin Al içindeki katı çözünürlüğünün çok küçük olması mikroyapılarda Al-Fe veya Al-Fe – Si varlığına neden olur [27]. Şekil 3b'de görülen ve çinko stearat içeren T/M300-DT malzemesindeki mikroyapı çok daha farklıdır ve çok yoğun birleşmiş gözenek dizisinden oluşmaktadır. Özellikle numune yüzeyine yakın bölgelerde yoğunlaşmış gözenek zincirinin, aynı sıcaklıkta DT uygulanmasına rağmen yalnızca yağlayıcı içeren malzemede meydana gelmesine sebep olarak yağlayıcının etkilerini düşünmeyi gerektirmektedir.

Şekil 2'de T/M300 ve T/M300Zn mikroyapılarında yağlayıcı içerikli malzemede yaygın oranda Cu'ca zengin faz içeren taneler ve Cu'ca zengin bölgesel olarak yoğunlaşmış fazlar belirtilmişti. Ötektik sıcaklık

üzerinde tavlama sürecinde Cu' içeriğine ve sıcaklığa bağlı olarak ötektik sıvının oluşması ve bu sıvının birleşerek bir ötektik sıvı havuzu meydana getirmesi mümkündür. Bu süreçte oluşan sıvının katılması sürecinde Cu'nun Al fazına yayılım hızının daha yüksek olması bu bölgelerde hacimsel boşluklar yani gözenekler oluşturması muhtemeldir [25, 26]. Zira, Şekil 3b'de XRF analizi yapılan gözenek kanalı içindeki 1 nolu alanın elementel analizine bakıldığında yaklaşık %6 Cu içeriği mevcuttur. Diğer taraftan yağlayıcı giderme işlemi sürecinde oluşan gaz fazı tahliye edilememesi sonucu oluşan gözenekler ve/veya muhtemel kalıntı çinko stearatın DT işlemi sürecinde gaz fazına geçerek bu gözeneklerin oluşumuna katkı sağladığı da söylenebilir. Zira, gözenek kanalı içindeki XRF analizi, %2,9 oranında Zn kalıntısını işaret etmektedir. Bu durum, gözeneklerin oluşumuna yağlayıcının etkisini de göstermektedir. Soğuk ön sıkıştırma işleminden sonra kalıp içerisinde uygulanan yağlayıcı giderme işlem süresinin yeterli olmadığı düşünülmektedir. Zira yüksek basınçta tek yönlü sıkıştırmada numunenin zımba yüzeyindeki (üst yüzey) yoğunluk artışı ve kalıp duvarları ile numune arayüzündeki basıncın yağlayıcının ayrışarak gaz fazında numuneden ayrılmasına engel olacağı dikkate değer bir tespittir. İlave olarak gözenek kanalının presleme doğrultusuna dik ve birbirine paralel konumlarında olması da, T/M malzemelerde sıkıştırma sürecinde oluşan mikro boşlukların doğrultularıyla uyumlu şekilde birleşerek gözenek kanallarını oluşturduğu düşünülmüştür.

Şekil 4'de difüzyon tavlama sonucu T/M malzemede meydana gelen faz dönüşümlerini gösteren XRD sonuçları gösterilmiştir. Şekil 4a'da gösterilen ön karışımı Alumix 123 tozun kırınım paterninde yalnızca alfa Al ve alfa Cu pikleri mevcuttur.



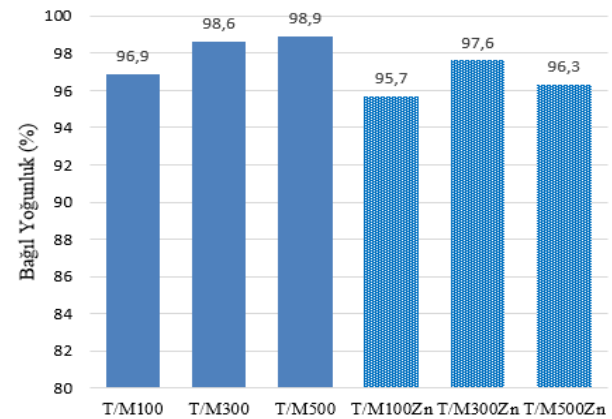
**Şekil 4.** a) Ön karışımı Alumix 123 ve b) T/M300-DT numunenin XRD analizi (XRD analysis of Pre-mixed Alumix 123 and T/M300-DT sample)

Eser miktardaki Si ve Mg elementlerine dair kırınım piki elde edilmemiştir. Aslında bu alaşım elementlerinin ön karışımı toza ilavesi Al-Si ve Al-Mg alaşımı olarak ve Çizelge 1'de gösterilen oranları sağlayacak oranda ön

alaşımı tozlar olarak katıldığı bilinmektedir. Dolayısı ile T/M300-D malzemesi ile başlangıç ön karışımı Alumix 123 tozunun XRD sonuçları kıyaslandığında, sıcak presleme ve devamında uygulanan DT işleminin belirgin faz dönüşümlerine sebep olduğu görülmektedir. Özellikle ana alaşım elemanı olan Cu ile Al alaşımlanması sonucu belirgin oranda CuAl2 intermetaliti oluştuğu belirlenmiştir. Bunun dışında çeşitli kombinasyonlarda Al-Mg ve Mg-Si çökeltilerine dair belirtiler de mevcuttur. Bu durumda Şekil 2'de gösterilen ve XRF analizinde Cu içeriği belirlenen parçacık ve matrisin teta fazı (CuAl<sub>2</sub>) fazı içerdiği söylenebilir.

### 3.2. Ön Sıkıştırma Basıncı ve Isıl İşlemlerin T/M Malzemelerin Yoğunluğuna Etkileri (Effects of Pre-Compaction Pressure and Heat Treatment on Density of P/M Materials)

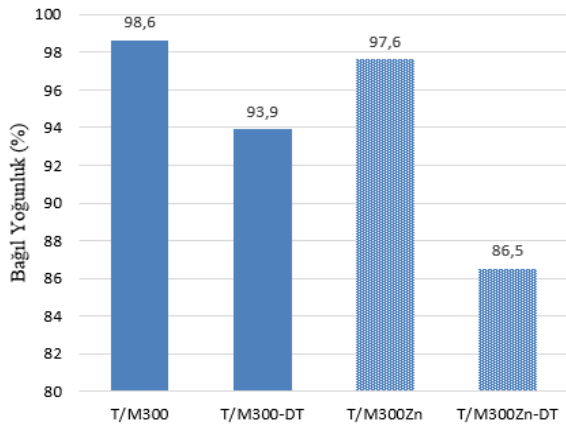
Ön sıkıştırma basıncı ve yağlayıcının sıcak presleme ile üretilen T/M malzemelerin bağıl yoğunluklarına etkisi Şekil 5'de verilmiştir. Genel olarak ön presleme basıncı arttıkça malzemenin bağıl yoğunluğu da artmakta, numune içerisindeki gözenek miktarı azalmaktadır. Erişilen en büyük yoğunluk oranı T/M500 malzemesi için %99 civarındadır. Yağlayıcısız numunelerde artan basınçla birlikte azalan artış hızına rağmen yoğunlukta sürekli artış görülmüştür. Ancak, yağlayıcı içeren T/M numunelerde bu ilişki yoktur. Yağlayıcılı malzemelerde en büyük yoğunluk (%97,6) T/M300Zn de belirlenmesine rağmen, artan ön presleme basıncıyla T/M500Zn malzemesinde bağıl yoğunluk azalarak %96,3'e gerilemiştir. Bütün ön sıkıştırma basınçları için en yüksek yoğunluklar çinko stearat yağlayıcı içermeyen karışım tozlardan üretilen T/M malzemelerde elde edilmiştir.



**Şekil 5.** Ön sıkıştırma basıncı ve yağlayıcının T/M malzemelerin bağıl yoğunluklarına etkisi (The effect of pre-compaction pressure and lubricant on the relative density of P/M materials)

En yüksek ön presleme basıncı (500MPa) ile üretilen yağlayıcısız numune (Şekil 2. T/M500) mikroyapısında minimum seviyede gözenekler mevcuttur. Aynı basınçta preslenmiş yağlayıcılı T/M500Zn numunesinde ise henüz tamamen çözünmemiş Cu'ca zengin parçacıklar ve

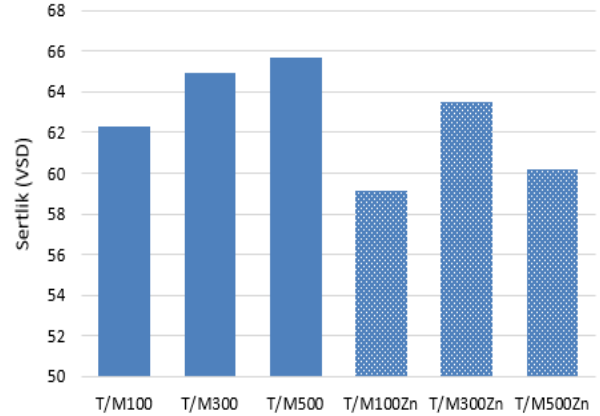
Al matris arasındaki gözenelerin varlığının (Şekil.2 T/M500Zn) yoğunluğun belirgin oranda düşmesine sebep olduğu söylenebilir. Sıcak presleme öncesi yağlayıcının tamamen giderilememesinden kaynaklanan bu durum, T/M500Zn malzemede %2,6 oranında yoğunluk düşüşü ile en fazla olmak üzere, diğer yağlayıcı numuneler de mevcuttur. Artırılan ön sıkıştırma basıncının etkisiyle yağlayıcı giderme işlemi sürecinde gaz fazındaki yağlayıcının parça numuneden ayrılamaması sonucu gözenek yoğunluğunun artmış olması muhtemeldir. 300 MPa ön basınçta soğuk preslenmiş ve devamında 540 °C'de 50 MPa basınçta sıcak preslemeyle üretilen yağlayıcı ve yağlayıcı olmayan iki numunenin difüzyon tavlama sürecine tabi tutulması sonrasında elde edilen yoğunluk sonuçları Şekil 6'da verilmiştir. 3 saat difüzyon tavlama sürecinden sonra iki tür numunenin yoğunluğunda da önemli derecede düşüş görülmüştür. Özellikle yağlayıcı katkılı T/M300Zn-DT malzemesinde, tavlama sonrası yoğunluk düşüşünün aşırı ve yaklaşık %12 oranında olduğu görülmektedir. Bu etki yağlayıcı içermeyen numunede daha az oranda görülmüştür. Ötekit üstü ve altı sıcaklıkta salınımlı ( $548 \pm 10^\circ\text{C}$ ) yapılan difüzyon tavlama sürecinde oluşan gözenekler (Şekil 3a) [24] ve özellikle yağlayıcı içeren T/M300Zn-DT malzemesindeki kalıntı yağlayıcının meydana getirdiği gaz fazın oluşturduğu gözenekler (Şekil 3b) sebebiyle yoğunlukta önemli azalmalar meydana gelmiştir.



Şekil 6. 300MPa ön sıkıştırma basıncı ile üretilmiş T/M numunelerin yoğunluğuna yağlayıcı ve DT işleminin etkisi (Effect of lubricant and DA process on the density of P/M samples produced with 300 MPa pre-compaction pressure)

### 3.3. Ön Sıkıştırma Basıncı ve Yağlayıcının T/M Malzemelerin Sertliğine Etkisi (The Effect of Pre-Compression Pressure and Lubricant on the Hardness of P/M Materials)

Farklı sıkıştırma basınçlarında yağlayıcı ve yağlayıcı olmayan iki numunenin, devamında 50MPa basınçta sıcak preslenerek üretilen parça malzemelerin sertlik değişimleri Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil 7. Yağlayıcı ve ön sıkıştırma basıncının T/M malzemelerin sertliğine etkisi (Effect of lubricant and pre-compaction pressure on hardness of P/M materials)

Yağlayıcı içermeyen numunelerin ön presleme basıncı arttıkça sertlik değerlerinde de bir miktar artış gözlenmiştir. Bu durum, presleme basıncıyla artan ham yoğunluğa ve devamında sıcak presleme reaktif sinterleme sürecindeki yoğunluk artışı ve Al-Cu alaşımlanma durumuna bağlanabilir. Yüksek yoğunlukla birlikte, 540°C'de 30 dakika boyunca uygulanan sinterleme sürecinde artan Cu yayınımlının, alaşımlama oranını ve dolayısıyla sertliği arttırdığı söylenebilir. Fakat yağlayıcı katkılı üretilen parçaların sertliği belirgin oranda düşüktür. Özellikle en yüksek ön sıkıştırma basıncında yağlayıcı katkılı üretilen T/M500Zn malzemenin sertliği en fazla oranda (%8) düşmüştür. Bu malzemede, özellikle Al-Cu parçacıklar arasındaki kalıntı yağlayıcıdan kaynaklandığı düşünülen boşlukların (Şekil 2'de 500T/MZn ile gösterilmiştir), sıcak presleme sürecindeki Cu yayınımlının minimize edileceği gerçektir. Dolayısıyla yoğun gözenek varlığı ve yeterli alaşımlamanın oluşmaması sebebiyle T/M500Zn malzemesinin sertliğinin düştüğü söylenebilir.

## 6. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Ön karışım Almix 123 tozu kullanılarak sıcak presleme yöntemiyle T/M parça üretiminde, yağlayıcı ve ön sıkıştırma basınçlarının, T/M parçaların özelliklerine etkileri hususunda aşağıdaki sonuçlar söylenebilir;

Yağlayıcı içermeyen T/M malzemelerin mikroyapısında, artan ön sıkıştırma basıncıyla daha homojen ve ince dağılımlı Cu içerikli fazlar meydana gelmiştir. Yağlayıcı T/M malzemelerde ise, ön sıkıştırma basıncıyla birlikte artan kalıntı yağlayıcı Al-Cu parçacıklar arasında mikro boşluklar oluşturmuştur.

Artan ön sıkıştırma basıncıyla birlikte, yağlayıcı olmayan numunenin yoğunluğunda da artış belirlenmiş ve 500 MPa basınç için yoğunluk yaklaşık %99'a ulaşmıştır. Ancak, yağlayıcı içeren numunede 300 MPa sonrası yoğunluk düşüşü görülmüştür. Bütün ön sıkıştırma



basınçları için en yüksek yoğunluklar yağlayıcı içermeyen numunelerde görülmüştür.

Difüzyon tavlama sonucunda T/M malzemelerde oluşan gözenekler bağıl yoğunluklarını düşürmüştür. Yağlayıcısız T/M malzemelerde küresel biçimli yer yer 20-40 µm arasındaki boyutlarda gözenekler oluşurken, yağlayıcılı malzemelerde ise daha çok kalıntı yağlayıcı sebepli presleme doğrultusuna paralel gözenek kanalları meydana gelmiştir. Yağlayıcılı malzemelerde difüzyon tavı sonrası bağıl yoğunluk azalması %12'ye ulaşmıştır.

Ötektik sıcaklık değişimli uygulanan difüzyon tavı sonrasında çözünmeyen Cu'ca zengin tanelere genellikle rastlanmamıştır. Bu işlemle, büyük oranda ve homojen olarak Al-Cu alaşımlanmasının gerçekleştiği söylenebilir.

Yağlayıcı içeren ve içermeyen T/M malzemelerin ön sıkıştırma basınçlarına göre sertliklerindeki değişim, yoğunluk değişimleri ile benzerlik göstermiştir. Yağlayıcı içermeyen malzemelerde artan ön sıkıştırma basıncı ile birlikte sertliklerinde de artış görülmüştür. Ancak yağlayıcılı T/M malzemelerde basınçla birlikte artan sertlik, en yüksek basınçla üretilen malzemede önemli düşüş göstermiştir.

#### ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

#### YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

**Tuğçe ŞAHİN:** Deneyleri yapmış, sonuçlarını analiz etmiş ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir / Performed the experiments, analysed the results and wrote the manuscript.

**Yusuf ÖZÇATALBAŞ:** Sonuçları analiz etmiş ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir. / Analysed the results and wrote the manuscript.

#### ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur. / There is no conflict of interest in this study.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] ASM International Handbook Committee, "Powder Metal Technologies and Applications", Metals Handbook, *ASM International*, 7, 2084-2086, (1999).
- [2] Li Y. Y., Ngai T. L., Zhang D. T., Long Y., Xia W., "Effect Of Die Wall Lubrication On Warm Compaction Powder Metallurgy", *Journal of Materials Processing Technology-129*, China, 354-358, (2002).
- [3] Özgün Ö., "Toz Metalürjisi ile Üretilen Alaşımli Çeliklerin Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri", *Yüksek*

*Lisans Tezi*, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (2007).

- [4] Altuntaş O., "Yüksek Karbonlu Toz Metal Çeliklerin Mikro Yapı ve Darbe Tokluğu Özelliklerine Küreselleştirme Isıl İşlemleri Etkilerinin Araştırılması ", *Yüksek Lisans Tezi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (2013).
- [5] Yılmaz R., "Fe-Cu-C Kompaktlarda Presleme Basıncı ve Toz Karışım Oranlarının Sertliğe ve Çekme Mukavemetine Etkisi", *4. Uluslararası Toz Metalürjisi Konferansı*, Sakarya, 795-806, (2005).
- [6] Lefebvre L.P., Thomas Y., White B., "Effects Of Lubricants And Compacting Pressure On The Processability And Properties Of Aluminum P/M Parts", *Journal of Light Metals*, 2: 239-246, (2002).
- [7] Bedir F., "Characteristic Properties of Al-Cu-SiC and Al-Cu-B4C Composites Produced by Hot Pressing Method Under Nitrogen Atmosphere", *Materials and Design*, 28: 1238-1244, (2007).
- [8] Upadhyaya G. S., "Powder Metallurgy Technology", 96, *Cambridge International Science Publishing*, 19-29, Hindistan, (2002).
- [9] Şahin T., Delibalta C. N., Özçatalbaş Y., "Sıcak Presleme ile üretilen T/M Parçaların fiziksel özelliklerine sıkıştırma basıncı ve yağlayıcı giderme parametrelerinin etkisi", *2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia (IMSTEC'17)*, Nevşehir, 472-475, (2017).
- [10] Veljovic D., Jokic B., Petrovic R., E., Palcevskis E., Dindune A., Mihailescu I. N., Janackovic D., "Processing of dense nanostructured HAP ceramics by sintering and hot pressing", *Ceramics International*, 35:1407-1413, (2009).
- [11] Huang L. J., Geng L., Li A. B., Yang F. Y., Peng H. X., "In situ TiBw/Ti-6Al- 4V composites with novel reinforcement architecture fabricated by reaction hot pressing", *Scripta Materialia*, 60:996-999, (2009).
- [12] Mondal A., Upadhyaya A., "Microwave and Conventional Sintering of Premixed and Prealloyed Tungsten Heavy Alloys", *Materials Science & Technology (MS&T) 2008 Conference & Exhibition*, Pennsylvania, Pittsburgh, October 5-9, (2008).
- [13] Ekici E., Gülesin, M., ve Özçatalbaş, Y., "Ön Karıştırılmış ve Sıcak Preslenmiş Al-Cu Alaşımı Toz Metal Parçalarda Kirkendall Etkisi ve Fiziksel Özelliklerinin Araştırılması", *6. Uluslar arası Toz Metalürjisi Konferansı ve Sergisi*, Ankara, ODTÜ, 456-460, 05-09 Ekim (2011).
- [14] M. L., Guang, L. L., Yan, T. H., Ting, C., Zheng, "Phase field crystal study on the grain boundary porosity induced by the Kirkendall effect", *Modelling and simulation in materials science and engineering*, 24, (2016).
- [15] Gökçe, A., F., Findik, A. O., Kurt, "Effects of Sintering Temperature and Time on the Properties of Al-Cu PM Alloy", *Practical Metallography*, 54, 8 (2017).
- [16] Meluch L., Chang I. T. H., "Study of warm compaction of Alumix 123L", *Powder Metallurgy*, 53(4):323-327, (2002).
- [17] Lawrence A. I., Luk S. H., Hamill, J. A., "A performance comparison of current P/M lubricants and routes to improvement", *PM2 I'EC '97 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials*, Chicago, IL USA, June 29 - July 2, (1997).
- [18] Machio C., Machaka R., Chikwanda H.K., "Consolidation of titanium hydride powders during the

- production of titanium PM parts: The effect of die wall lubricants”, *Materials and Design*, 90:757-766 (2016).
- [19] Larsson M., Ramstedt, M., “Lubricants for compaction of P/M components”, *Höganäs Technical Paper*, AB, Sweden, (2003).
- [20] Chiu W. S., Yaghoubi, A., “Self-assembly and secondary nucleation in ZnO nanostructures derived from a lipophilic precursor”, *Cryst Eng Comm*, 16:6003-6009 (2014).
- [21] McQuaig K., Schade C., Sokolowski P., “Development of a lubricant system for improved performance of premixes”, *Höganäs Technical Paper*, Conference Proceedings, (2013).
- [22] Saha D., Apelian, D. “Control Strategy for the De-lubrication of P/M Compacts”, *International Journal of Powder Metallurgy*, 38(3): 71-79, (2002)
- [23] Köprülü K., Mutlu N., Kurt A., Gülenç B., Özçatalbaş Y., “Al + % 4,5 Cu Ön Karışimli Tozların Alaşımına Isıl İşlemlerin Etkisi”, *GU J Sci, Part C*, 6(2): 33-43, (2018).
- [24] Anyalebechi P., Hogarth, J., “Effect of supereutectic homogenization on incidence of porosity in aluminum alloy 2014 ingot”, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 25(1):111-122, (1994).
- [25] Shim S.Y., “Statistical Analysis for Influence of Factors on Morphological Evolution in Semi-Solid Al-6Zn-2.5 Mg-0.5 Cu Alloy by Cooling Plate Method”, *Materials transactions*, 52(5): 862-867, (2011).
- [26] Showaiter N., Youseffi M., “Compaction, sintering and mechanical properties of elemental 6061 Al powder with and without sintering aids”, *Materials and Design*, 29:752–762, (2008).