



HARRAN ÜNİVERSİTESİ MÜHENDİSLİK DERGİSİ

HARRAN UNIVERSITY JOURNAL of ENGINEERING

e-ISSN: 2528-8733 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.gov.tr/humder>

Cr₂O₃ Katkılı Çeliklerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu

Production and Characterization of Cr₂O₃-Doped Steel by Powder Metallurgy

Yazar(lar) (Author(s)): Abuzer AÇIKGÖZ, Bülent AKTAŞ, Faik ELEK, Hasan KARAYTU,
Emin KAYA, Ahmet KARAKAŞ

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Açıkgöz A., Aktaş B., Elek F., Kaya E. Ve Karakaş A., “ Cr₂O₃ Katkılı Çeliklerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu”, ***Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi***, 3(3): 276-281, (2018).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.gov.tr/humder/archive>

Cr₂O₃ Katkılı Çeliklerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu

Abuzer Açıkgöz¹, Bülent Aktaş¹, Faik Elek¹, Hasan Karaytu¹, Emin Kaya¹, Ahmet Karakaş¹

Harran Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Şanlıurfa

e-posta: a.abuzer@harran.edu.tr

Geliş Tarihi: 10.12.2018

Kabul Tarihi: 30.12.2018

Özet

Toz metalurjisi; metallar, metaloitler, metal alaşımları ve farklı özelliklere sahip bileşiklerin farklı oranlarda ve kombinasyonlarda bir arada kullanılmasını sağlayan bir üretim metodudur. Bu çalışmada saf ve farklı oranlarda Cr₂O₃ takviyeli çelik numuneleri toz metalurjisi yöntemiyle üretildi. Ağırlıkça % 0.5, 1, 3, 5 ve 10 oranlarında Cr₂O₃ tozu çelik tozları ile birlikte mekanik alaşımlama cihazında 30 dakika karıştırma ve alaşımlama işlemi yapıldı. Daha sonra bu toz karışımları pellet basma yöntemiyle oda sıcaklığında tek yönlü basınç altında preslendi. Bu yöntemle hazırlanan numunelere dört farklı sıcaklıkta (1000, 1050, 1100 ve 1150 °C) sinterleme işlemi yapıldı. Farklı sıcaklıkta sinterlenmiş ve farklı oranlarda Cr₂O₃ tozu eklenmiş numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibi ile ölçülmüştür. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla örneklerin yoğunluklarında artma olduğu belirlenmiştir. Numunelerin sertlik ölçümleri micro-Vickers sertlik ölçme yöntemiyle yapılmıştır. Yapılan sertlik ölçümlerinde numunelerdeki Cr₂O₃ katkısının artmasıyla birlikte sertliklerin arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Çeliklerin toz metalurjisi, Krom oksit (Cr₂O₃), Sertlik, Yoğunluk, Mikroyapı

Production and Characterization of Cr₂O₃-Doped Steel by Powder Metallurgy

Abstract

Powder metallurgy is a manufacturing method that allows the use a combination of metals, metalloids, metal alloys or compounds with different properties. In this study, pure and varying amount of Cr₂O₃ reinforced steel samples were manufactured by powder metallurgy method. Steel powder and 0.5, 1, 3, 5 and 10 wt.% Cr₂O₃ powder were mixed and alloyed in mechanical alloying for 30 min. The mixture powder was pressed at room temperature under unidirectional pressure. Prepared samples were sintered at four different temperatures (1000, 1050, 1100 ve 1150 °C). Densities of samples with Cr₂O₃ addition at varying amount sintered at different temperatures were determined by Archimedes' principle. It was determined that the density of samples increased with increasing sintering temperature. However; the density of the samples decreased with the increase in the amount of Cr₂O₃. The hardness measurements of the samples were conducted by micro-Vickers hardness method. It was determined that the hardness increased with the increase of the Cr₂O₃ addition in the samples.

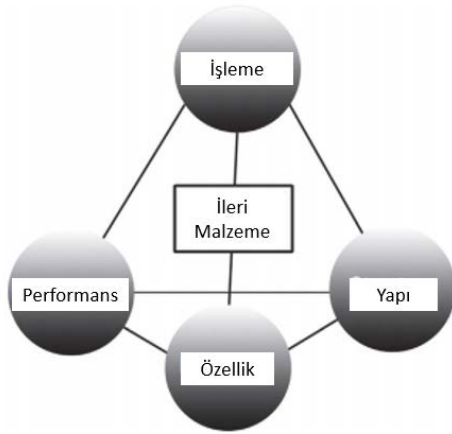
Keywords: Powder metallurgy of steel, Chromium oxide (Cr₂O₃), Hardness, Density, Microstructure

1 Giriş

Mevcut yirmi birinci yüzyıldaki yaşam, sınırlı malzeme gruplarına bağlı olamaz, bunun yerine, sınırsız gelişmiş malzeme aileleri ve üretim yöntemleri ortaya çıkmıştır. Endüstriyel, medikal, elektronik ve diğer birçok sektörde kullanılan metalik camlar, nano malzemeler, biyomalzemeler, akıllı malzemeler, nano kompozitler, yarı iletkenler vb. Gibi gelişmiş malzemeler, çok çeşitli malzeme işleme yöntemleriyle hazırlanmaktadır. Bu yeni malzeme işleme ve fabrikasyon yolları, malzemelerin subatomik yapısını kontrol etmeye ve malzemeleri istenilen ve önceden belirlenmiş bir yapıya göre

düzenlemeye başlanmıştır. Malzemenin yapısını atomik düzenlemelerini (ör., Uzun menzilli düzen veya kısa aralıklı düzen) kontrol ederek uyarlamak, yüksek performanslı karakterizasyonlara ulaşmak için malzemelerin tüm özelliklerini etkiler. Bir malzemenin üretilme yolunun (malzeme işleme ve imalat) atomik düzenlemeleri ve mikroskobik özelliklerini etkilediği ve bunun sadece ürünün tüm özelliklerinin geliştirilmesine değil, aynı zamanda onun performansını ve geleceğini de etkilediği sonucuna varılabilir. Şekil1 de şematik olarak görüleceği üzere malzemelerin hazırlık ve işleme,

yapı, özellik ve performans arasındaki ilişkiyi göstermektedir.



Şekil 1. İleri malzemelerin işlenişinin, yapısının, özelliklerinin, performans ilişkisinin şematik sunumu.

Son birkaç on yıl içinde malzeme bilimcileri tarafından yapılan son araştırmalar, yeni yaklaşımlarla geniş çeşitlilikte gelişmiş materyaller hazırlamamızı mümkün kılmaktadır. Genel olarak, gelişmiş malzemelerin üretimi için kullanılan stratejiler aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir: (i) mekanik destekli yaklaşım, (ii) mekanik kaynaklı katı hal reaksiyon yaklaşımı, (iii) termal destekli yaklaşım, (iv) yüksek enerji destekli yaklaşım (v) kimyasal destekli yaklaşım, (vi) litografik yaklaşım, (vii) buhar biriktirme yaklaşımı ve (viii) sıvı-faz imalat yaklaşımı. Yeni malzeme hazırlama yöntemlerinin bazı örnekleri bilyeli öğütme, hızlı katılaştırma, atomizasyon, püskürtme, kimyasal buhar biriktirme, elektron ışını ile fiziki buhar biriktirme, ark deşarjı, lazer ile uzaklaştırma, fotolitografi, nano-baskı litografi, sol-jel, atomik kuvvet mikroskobu, nanoşablon, plazma ile güçlendirilmiş kimyasal buhar biriktirme, fiziki buhar biriktirme ve atomik tabaka biriktirme gibi yöntemler geniş bir ölçekte gelişmiş malzemeler üretmek için kullanılmıştır.

Toz metalurjisi metalik, seramik veya kompozit tozlardan başlayan bileşenlerin ve aletlerin maliyet-etkin üretim prosesi olarak kolayca tanımlanabilir [1]. Toz metalurjisi, erime ve döküm işlemlerine ihtiyaç duymadan, yüksek erime noktalı metaller, metal oksitler ve kaynaşmış karbürlerin net şekilli veya yakın-net şekilli oluşumu için başarıyla kullanılabilen pratik bir işlem olarak kabul edilmiştir. Bu sürecin gelişimi günümüzde yüksek kaliteli demir tozlarının

öğütme ile üretimiyle başlamış daha sonra sünger demirin ince parçacıklara bilyeli öğütülmesini en son hidrojenle işlenmiş demir tozlarında ısıtma ile oksitlerin uzaklaştırılması takip etmiştir [2]. Son 50 yılda, toz konsolidasyonu alanında muhteşem gelişme sağlanmış ve soğuk-sıcak izostatik presleme, kıvılcım plazma sinterleme, şok dalgası konsolidasyonu, indüksiyon sıcak presleme gibi yeni toz presleme teknikleri tanıtılmıştır. Buna göre, toz metalurjisi büyük ölçekli tozlar üretme kapasitesi ve birleştirilmiş hassaslık ve karmaşık parçaların nete yakın şekilde üretme yeteneği nedeniyle büyük ölçüde büyümüştür [3].

2 Toz metalurjisi

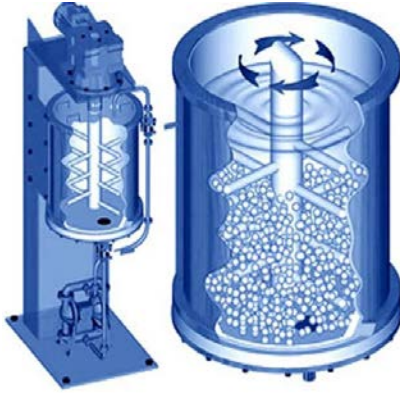
Tozlar, genellikle 1000 nm'den (1 mm) daha küçük olan parçacıklar olarak tanımlanır. PM'de kullanılan metal parçacıkların çoğu 5 ila 200 mm (0.2 ila 7.9 mil) aralığındadır [1-5-9]. Metal tozların hacmine göre yüzey alanı oranının çok yüksek olması, metal tozlarının katalizörler olarak veya çeşitli kimyasal ve metalurjik reaksiyonlarda kullanılmasını sağlar. Bu makale, fonksiyonel mühendislik bileşenleri yapmak için tozların kullanımına odaklanırken, toz metalurjisi işleminin çeşitli bölümlerini bu yöntemle üretilen malzemelerin karakterizasyonunu incelemektedir [1-6]. Toz metalurjisi mühendisler için oldukça önemlidir, uygulama sürecinde bileşenlerin seçilmesi ve yerleştirilmesi, fazların ve gözeneklerin ayarlanabilirliği bu konunun önemini arttırmaktadır. Toz metalurjisi işlemi birçok avantaj sunar. En önemlileri, diğer metal şekillendirme teknolojilerine kıyasla malzeme ve enerji verimliliğini artırır. Toz metalurjisi karmaşık şekillendirilmiş parçalar yapmak için uygun maliyetlidir ve işleme ihtiyacını en aza indirir [6-7-9]. Çok çeşitli mühendislik materyalleri mevcuttur ve uygun malzeme ve proses seçimi ile malzemede gerekli mikro yapı geliştirilebilir (10). Toz metalurji parçalarının iyi yüzey kalitesi vardır, mukavemetini ve aşınma direncini arttırmak için ısıtma işlemi tabii tutulabilirler. Yüksek hacimli parçaların replike edilmesi için baskı ve sinterleme veya metal enjeksiyonlu kalıplama (MEK) işlemesi, tasarım mühendisleri için çok caziptir. Bu durum PM prosesinde parçanın tekrarlı üretimini sağlar ve orta ile yüksek hacimli üretim için uygundur. Gerektiğinde, kendi kendine yağlama veya filtreleme için kontrollü mikroporozite sağlanabilir. Boyutsal hassasiyet oldukça iyidir.

3. Yöntem

3.1. Numunelerin Hazırlanması

Demir tozları içerisinde Cr_2O_3 kütlece %0,5, 1, 3, 5 ve 10 kompozisyonlarda takviye edilmiştir. Üretimde öncelikle numuneler katkı oranlarına göre ayrı ayrı tartıldıktan sonra tozlar atritör içerisinde 200 rpm'de 30 dakika mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem aşamasında Şekil 2'de görüldüğü üzere aslında bir metal tozu üretim yöntemi de olan bilyeli değirmen kullanılmıştır. Bu işlemde Metal tozlarının Cr_2O_3 tozları ile homojen olarak karışmasının yanında tozların belirli bir büyüklükte olması amaçlanmaktadır. Denklem 1 de belirtilen öğütme devri formülü ile malzemeler için uygun devir hesaplanır.

$$d = 32/(\sqrt{d}) \quad (1)$$



Şekil 2. Bilyeli Değirmen

Şekil 3'de gösterilen hidrolik pres yardımıyla mekanik alaşımlama işleminden sonra tozlar 250 kN baskı kuvvetiyle 40 sn boyunca presleme işlemi yapıldı. Bu işlem de pellet şeklinde numunelerin presleme ile tozların birbirine bağlanması sağlandı.



Şekil 3. Manuel Hidrolik Pres

Numuneler daha sonra 1000, 1050, 1100 ve 1150 °C'de 1 saat sinterleme işlemine tabi tutuldu. Sıkıştırılmış ham yoğunluktaki pellet numunelere mukavemet kazandırmak ve yoğunluğunun artırılması amacıyla sinterleme işlemi yapılmıştır. Sinterleme sıcaklığının etkisinin de incelenmesi amacıyla bu işlem farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir.

3.2. Yoğunluk Ölçümü

Hazırlanan numunelerin yoğunluğu Arşimet prensibi doğrultusunda yoğunluğu bilinen bir sıvıdan yola çıkarak, katı bir cismin yoğunluğunu hesaplama yönteminde belirtilen Denklem 2'deki bağıntı kullanılarak hesaplanmıştır. Bu işlemde daldırma sıvısı olarak saf su kullanıldı.

$$\rho = \frac{W_a}{W_a - W_b} \times \rho_{dw} \quad (2)$$

Burada ρ_{dw} ; saf suyun yoğunluğunu, W_a ; numunenin havadaki ağırlığı, W_b ; numunenin saf su içerisindeki ağırlığını temsil etmektedir.

3.3. Metalografik incelemeler

Metalografik inceleme için hazırlanan numuneler bakalite alınma işlemi (Şekil 4) ardından 300, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 numaralı zımparalama işlemine tabi tutuldu bu işleme müteakip 1 ve 3 μm 'lik elmas solüsyonlar kullanarak parlatma işlemi yapıldı. Parlatma işleminin ardından numunelerin yüzeyleri %5'lik Nital çözeltisi ile dağlama yapılarak

mikroyapı ortaya çıkarıldı. Dağlanan numuneler ters metal mikroskopunda farklı büyütmelemlerde incelendi.



Şekil 4. Bakalite alınmış ve yüzey hazırlama işlemleri yapılmış numune

3.4. Mekanik Özellik Ölçümleri

Numunelerin sertlik ölçümleri Şekil 5'te verilen mikro-vickers sertlik ölçme cihazı kullanarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümlerinde örneklere 9.81 N yük 10 saniye uygulanmış ve Denklem 3 kullanılarak sertlikleri hesaplanmıştır. Bir örnek üzerinde 5 adet ölçüm alınarak ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır.

$$H_V = \frac{1.854P}{d^2} \quad (3)$$



Şekil 5. Mikro-Vickers sertlik test cihazı

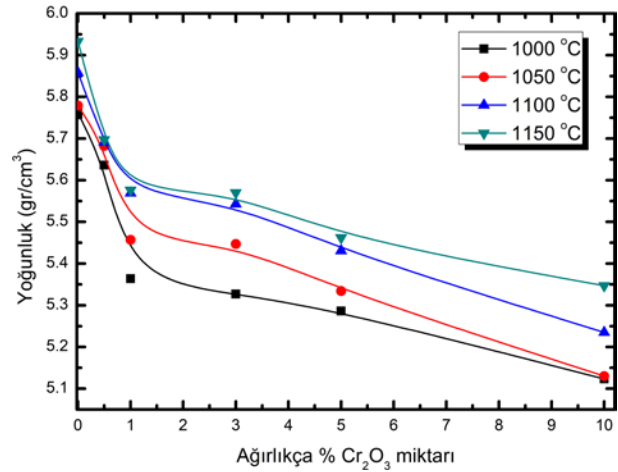
4. Bulgular ve Tartışma

Üretimi yapılmış saf ve Cr₂O₃ ile (kütlece % 0,5-1-3-5-10) katkılanmış ve 1000, 1050, 1100 ve 1150 °C sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerin yoğunluğun katkı miktarına ve sinterleme sıcaklığına bağlı değişim değerleri Tablo 1'de verilmiştir. Bu değişim değerleri göz önünde bulundurularak hazırlanan grafikleri de Şekil 6'da gösterilmektedir. Tüm numunelerin yoğunlukları Denklemi 2 ile hesaplanmıştır. Ölçülen

yoğunluk değerleri numunelerin teorik yoğunluğun yaklaşık %70 civarındadır. Burada katkı miktarına bağlı olarak numune de meydana gelen yoğunluk düşüşünün temel sebebi katkı maddesi olarak kullanılan Cr₂O₃ yoğunluğunun (5,22 gr/cm³) çelik tozu yoğunluğundan (7,2 gr/cm³) az olmasıyla açıklanabilir. Bunun dışında numunelerin sinterlenmesi atmosfer kontrollü fırınlarda yapılmadığı için işlem esnasında oluşan farklı bileşiklerde yoğunluğu düşüren bir diğer unsur olduğu düşünülmekte. Numunelerin teorik yoğunluğa yaklaştırmak için sıcak presleme yapılması önerilmiştir [10-11].

Tablo 1. katkı miktarına ve sinterleme sıcaklığına bağlı olarak yoğunluk ölçüm sonuçları

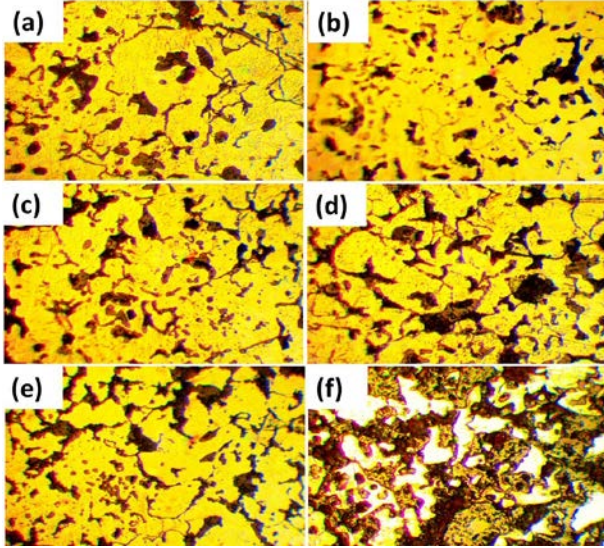
Cr ₂ O ₃ takviye miktarı	Sinterleme sıcaklığı			
	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C
%0	5,761	5,779	5,858	5,933
%0.5	5,636	5,682	5,691	5,697
%1	5,364	5,457	5,569	5,576
%3	5,327	5,447	5,543	5,57
%5	5,286	5,334	5,431	5,462
%10	5,123	5,130	5,235	5,347



Şekil 6. Yoğunluğun katkı miktarına ve sinterleme sıcaklığına bağlı değişimi

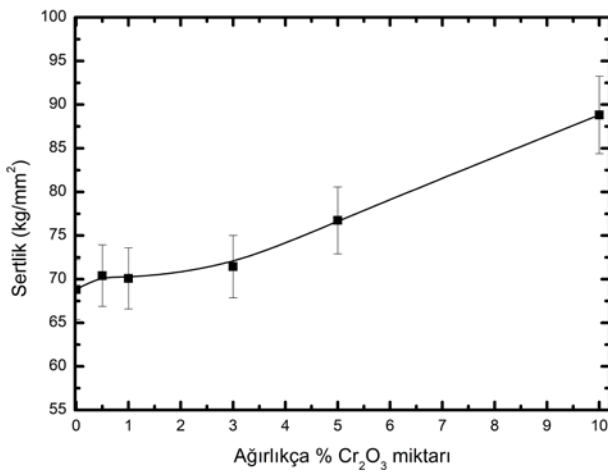
Şekil 7'de katkısız ve farklı oranlarda Cr₂O₃ takviyeli çelik numunelerin optik mikroyapıları gösterilmektedir. Ters metal mikroskobu ile yakınlştırılarak alınan fotoğraflarda numunelerin mikroyapıları görülmektedir. Koyu renkte olan ferrit partiküllerinin daha küçük ve acık sarı renk de olan

Cr_2O_3 partikülleri ile çevrelenmiş olduğu mikroyapıda katkı miktarının artmasıyla acık sarı renkler artmış ve koyu sarı renkli bölgeleri çevrelemiştir [12]. Bu bölgelerde katkı miktarının artmasıyla kapladığı alanın genişlediği gözlemlenen siyah bölgeler ise numunedeki boşluklardır.



Şekil 7. Örneklerin optik mikroyapı resimleri; (a) Katkısız çelik, (b) %0,5, (c) %1, (d) %3, (e) %5 ve (f) %10 Cr_2O_3 takviyeli çelik kompozit.

Şekil 8’de katkısız ve farklı oranlarda Cr_2O_3 takviyeli çelik kompozit örneklerin sertlik değişimleri gösterilmektedir. Şekil 8’deki sertlik değişim grafiğinde Cr_2O_3 katkı miktarındaki artışla birlikte örneklerin sertliğinde önemli bir oranda artış olduğu tespit edilmiştir. Genelde kompozit malzemelerin sertliği takviye edilen seramiğin ve numunede oluşan matrislerin sertliğine bağlıdır [13].



Şekil 8. Katkısız ve Cr_2O_3 takviyeli çelik kompozit örneklerin sertliklerindeki değişim.

5. Sonuçlar ve Öneriler

TM yöntemiyle farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilmiş takviyesiz ve Cr_2O_3 takviyeli metal matrisli kompozitlerin yoğunlukları, sertlik ve mikro yapıları incelenmiştir. Çalışma sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Cr_2O_3 takviyesinin matris içerisinde homojen olarak dağıldığı görülmüştür. Farklı noktalardan yapılan sertlik ölçümlerinde çok küçük standart sapmalara rastlanması ile bu durum açıklanabilir.
- Sinterleme sıcaklığının yükseltilmesiyle (1000, 1050, 1100 ve 1150 °C) yoğunluğun arttığı ve teorik yoğunluğa yaklaşması sağlanmıştır.
- Cr_2O_3 katkı miktarının artmasıyla sertliğin arttığı ve en yüksek sertlik değerine ağırlıkça %10 takviyesinde 88,82 kg/mm² değerine ulaşılmıştır.
- Kompozit numunelerde katkı miktarının artmasına bağlı olarak mikro yapıda gözeneklerin daha çok kapandığı ve atomlar arası boşlukların da azaldığı gözlemlenmiştir.
- En fazla yoğunluk düşüşü ağırlıkça %10 Cr_2O_3 takviyesinde gözlemlenmiştir. Bunun en temel sebebi Cr_2O_3 'in yoğunluğunun çelik tozlarının yoğunluğundan az olmasından daha çok burada sinterleme sıcaklığı etkili bir parametredir.

Bu çalışmada geliştirilmesi gereken en önemli parametrelerden bir tanesi sinterleme işlemi hava kontrollü fırınlarda yapılarak oksitlenmenin önlenmesi ve presleme işleminin sıcak pres yardımı ile yapılması yoğunluğun teorik yoğunluğa yaklaştırılması gerekmektedir.

6. Kaynaklar

- [1] Handbook, A. S. M. (1998). Powder metal technologies and applications. ASM International, 7, 1146.
- [2] Upadhyaya, G. S. (1997). Powder metallurgy technology. Cambridge Int Science Publishing.
- [3] El-Eskandarany, M. S. (2015). Mechanical alloying: nanotechnology, materials science and powder metallurgy. Elsevier.

- [4] Handbook, A. S. M. (1998). Powder metal technologies and applications. ASM International, 7, 1146.
- [5] German, R. M. Powder metallurgy science', 2nd edn; 1994. Princeton, NJ, MPIF.
- [6] Thummler, F., & Oberacker, R. (1993). Introduction to powder metallurgy. Oxford Science Publications, 1993. 346.
- [7] Schatt, W., Wieters, K. P., & Kieback, B. (2007). Pulvermetallurgie. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [8] Skotnicová, K. Kurša, M. Szurman, I. 2014 Powder Metallurgy (University Textbook), VŠB- Technical University Of Ostrava, Ostrava.
- [9] Casati, R.; Amadio, M.; Biffi, C.A.; Dellasega, D.; Tuissi, A.; Vedani, M. Al/Al₂O₃ nanocomposite produced by ECAP. Mater. Sci. Forum. 2013, 762, 457–464.
- [10] Samal, P. K., & Newkirk, J. W. (2015). ASM handbook: volume 7: powder metallurgy. ASM International, 1-907.
- [11] Henriques, B., Soares, D., Teixeira, J. C., & Silva, F. S. (2014). Effect of hot pressing variables on the microstructure, relative density and hardness of sterling silver (AgCu alloy) powder compacts. Materials Research, 17(3), 664-671.
- [12] Thomas, A. G., & Jones, H. J. (1960). Hot pressing of ceramic powders. Powder Metallurgy, 3(6), 160-169.
- [13] Stone, I. C., & Tsakiroopoulos, P. (1993). The Spatial Distribution of Reinforcement in PM Al/SiCp MMCs and Its Effect on Their Processing and Properties, Metal Matrix Composites, A. Miravete, Ed., July 12–16, 1993 (Spain).
- [14] Kim, H. S. (2000). On the rule of mixtures for the hardness of particle reinforced composites. Materials Science and Engineering: A, 289(1-2), 30-33