



HARRAN ÜNİVERSİTESİ MÜHENDİSLİK DERGİSİ

HARRAN UNIVERSITY JOURNAL of ENGINEERING

e-ISSN: 2528-8733 (ONLINE)

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

TM Titanyum Alaşımlarına Sinter-HIP Yönteminin Uygulanması

Application of Sinter-HIP Method to PM Titanium Alloys

Yazar(lar) (Author(s)): Mustafa ÜSTÜNDAĞ¹, Remzi VAROL²

¹ ORCID ID: 0000-0001-5287-8198

² ORCID ID: 0000-0003-2427-0710

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Üstündağ M, Varol R, "TM Titanyum Alaşımlarına Sinter-HIP Yönteminin Uygulanması", *Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi*, 4(1): 48-55, (2019).

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



TM Titanyum Alaşımlarına Sinter-HIP Yönteminin Uygulanması

Mustafa ÜSTÜNDAĞ*, Remzi VAROL

Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 32260 Çünür/ ISPARTA

Öz

Günümüzde Titanyum (Ti) alaşımları, biyomedikal implant üretiminin de dahil olduğu birçok endüstriyel alanda sıklıkla kullanılmaktadır. Yüksek miktarlardaki, Titanyum alaşımlı ürün talebi karşılamak için tercih edilen üretim yöntemlerinden biri Toz Metalürjisi (TM). TM yöntemiyle üretilen ürünlerin en büyük dezavantajı sahip oldukları gözeneklilik ve buna bağlı olarak da ürünlerin dayanım değerlerinin düşük olmasıdır. Bu dezavantajın ortadan kaldırılması için geliştirilen yöntemlerden biri, Sinter-HIP yöntemiyle yapılan sinterleme işlemidir. Bu amaç doğrultusunda yapılan bu çalışmada, $-40\ \mu\text{m}$ partikül boyutlarındaki Ti-6Al-4V metal tozları, 600 MPa'da 1500 MPa'ya kadar farklı sıkıştırma basınçlarında sıkıştırılmış ve sonrasında Sinter-HIP yöntemiyle sinterlenmiştir. Bu yöntem kapsamında numuneler öncelikli olarak; 1200 °C sıcaklıkta ve 10^{-6} mbar vakum ortamında sinterlenmiş ve takiben sinterleme sıcaklığında uygulanan 50 bar'lık Argon gazı basıncı ile HIP işlemine tabi tutulmuştur. Yapılan Sinter-HIP işlemi öncesi ve sonrasında, numunelerin yoğunluk değerleri ve mikroyapıları incelenmiştir. Çalışma sonucunda Ti-6Al-4V tozların farklı sıkıştırma basınçları ile sıkıştırılması ile üretilen numunelerin Sinter-HIP işlemi sonrasında %99' a varan bağlı yoğunluk değerlerine ulaştığı görülmüştür.

Makale Bilgisi

Başvuru: 28/11/2018

Düzeltilme: 28/12/2018

Kabul: 04/01/2019

Anahtar Kelimeler

Ti-6Al-4V

TM

Sinter-HIP

Bağıl Yoğunluk.

Keywords

Ti-6Al-4V

PM

Sinter-HIP

Relative Density.

Application of Sinter-HIP Method to PM Titanium Alloys

Abstract

Today, Titanium (Ti) alloys are frequently used in many industrial areas, including biomedical implant production. Powder metallurgy (PM) is one of the preferred production method to meet the demand of large quantities of titanium alloy products. The biggest disadvantage of the products produced by the PM method is the porosity they have and the low strength values of the products. One of the methods developed to eliminate this disadvantage is the sintering process performed by Sinter-HIP method. In this study, Ti-6Al-4V metal powders with particle sizes of $-40\ \mu\text{m}$ were compacted at different pressures up to 1500 MPa at 600 MPa and then sintered by Sinter-HIP method. Within the scope of this method, samples are primarily, sintered at 1200 °C and 10^{-6} mbar vacuum and then subjected to HIP treatment with 50 bar Argon gas pressure applied at sintering temperature. Relative density values and microstructures of samples were examined before and after Sinter-HIP process. As a result, it was seen that the samples produced by compacting Ti-6Al-4V powders with particle sizes of $-40\ \mu\text{m}$ with different compression pressures reached up to 99% relative density values after Sinter-HIP.

1. GİRİŞ

Titanyum yer kabuğunda en çok bulunan dokuzuncu element olup, yer kabuğunun kütlece %0.63' ünü oluşturmaktadır. Titanyum; Alüminyum, Demir ve Magnezyumdan sonra en çok bulunan dördüncü metal olmasına rağmen, endüstriyel kullanımı ilk olarak 1950' li yıllarda havacılık alanında başlamıştır. Titanyumun o dönemden itibaren birçok endüstriyel alanda sıklıkla kullanılmasının temel nedenleri kısaca; düşük yoğunluğu, yüksek gerilme dayanımı, yüksek ısı dayanımı, yüksek korozyon direnci ve yüksek biyoyoumluluğudur. Günümüzde ise Titanyum alaşımları; havacılık, kimya ve biyomedikal endüstrileri için vazgeçilmez malzeme grubu haline gelmiştir. Aynı zamanda Titanyum alaşımları; otomotiv, savunma ve spor endüstrilerinde de geniş kullanım alanlarına sahip malzemelerdir. Bu kullanım alanları nedeniyle Titanyum alaşımları ülkeler için stratejik malzemeler haline gelmiştir [1,2,3]. Tüm bu iyi özellikleri

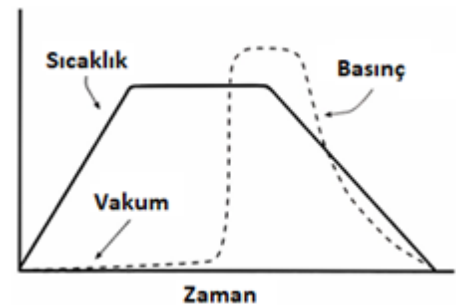
*e-mail: mustafaustundag@sdu.edu.tr

yanında Titanyum pahalı malzemeler grubunda yer almaktadır, bu da endüstriyel kullanım alanlarını daraltmaktadır. Titanyum'un yer kabuğunda en çok bulunan dördüncü metal olmasına rağmen pahalı olmasının en büyük nedeni ise saflaştırma işleminin maliyetli olmasıdır. Titanyum reaktif bir metaldir ve bu nedenle saflaştırma işlemi zordur. Saf Titanyum, Dr.Wilhelm Kroll tarafından bulunan ve "Kroll Process" adı verilen bir yöntemle elde edilmektedir [4].

Titanyum' un, pahalı olmasına rağmen, kullanım alanları endüstride oldukça fazladır. Titanyum'un kullanım alanları; teknolojinin ve araştırmaların ilerlemesiyle her geçen gün artmaktadır ve bunun en önemli nedeni ise; birçok element ile alaşımlandırılabilir olmasıdır. Alaşımlandırma işlemleri genellikle, Titanyum' un dayanımının artırılması veya biyouyumluluğunun yükseltilmesi gibi nedenlerle yapılmaktadır. Bu alaşımlardan en çok bilineni ve üzerinde çalışılanı ise bu tez kapsamında da üzerinde çalışılmış olan; Ti-6Al-4V'dir [5]. Ti-6Al-4V; Titanyum' un mekanik özelliklerini arttırmak üzere üretilmiş bir alaşımdır ve biyomedikal endüstrisinde implant malzemesi olarak en çok kullanılan Titanyum alaşımıdır. Ti-6Al-4V 'un biyomedikal alanında en çok kullanılan Titanyum alaşımı olmasının bir diğer nedeni ise yüksek biyouyumluluğudur.

Dünyada Titanyum implantlara olan talebin hızla artması ve Titanyum implantların birim maliyetinin yüksek olması nedeniyle, hızlı ve düşük maliyetli bir üretim yöntemi olan TM Titanyum implant üretiminde sıklıkla tercih edilir hale gelmiştir [17]. Günümüzde metal tozlarıyla implant üretimi, Toz Metalurjisi yöntemiyle olabileceği gibi hızlı sinterleme yöntemleriyle de yapılabilmektedir. Metal tozuyla implant üretiminin en önemli nedeni ise pahalı olan hammadde kaybının minimuma indirilmesidir. Ayrıca metal tozundan üretilmiş implantların; üretim yönteminden dolayı sahip oldukları gözenekli yapı, organik dokunun implant içinde nüfuz etmesini sağlayarak biyouyumluluğu arttırmaktadır. Gözenekli yapı nedeniyle implant dayanımı düşmüş olsa dahi, elde edilen dayanımlar çoğu zaman kullanım yerine göre yeterli olmaktadır. Yüksek dayanımın gerektiği yerlerde ise daha yüksek yoğunluklu ürünlere ihtiyaç duyulmaktadır. Sinter-HIP yöntemi, son dönemlerde TM ile üretilen birçok metal alaşımına sıklıkla uygulanmakta ve TM ürünlerin yoğunluklarının artırılmasında etkili olmaktadır.

Sinter – HIP yöntemi; diğer HIP yöntemlerinden farklı olarak geliştirilmiş bir sinterleme yöntemi olup basınç destekli sinterleme olarak da adlandırılabilir. Klasik HIP işleminde; sinterleme sonrasında parçalar fırından çıkarıldıktan sonra HIP işlemi için özel olarak tasarlanmış farklı bir fırına alınır ve işlem uygulanır. Sinter – HIP işleminde ise parçalar; sinterleme işlemini takiben sıcaklık düşürülmeden, fırının yüksek basınçlı gaz ile doldurulması ile HIP işlemine maruz kalırlar. Şekil 1.' de Sinter – HIP işlemi için örnek zaman, sıcaklık ve basınç değişim grafiği verilmiştir. Başlangıç olarak sinterleme işlemi kapalı gözenek şartını sağlamak için vakum ortamında yapılır. Yaklaşık % 95 bağıl yoğunluğa ulaşıldıktan sonra, kalan gözeneklerin giderilmesi için sıcak fırına doldurulan ısıtılmış yüksek basınçlı gaz yardımıyla HIP işlemi gerçekleştirilir. Tipik olarak uygulanan gaz basınçları 50/100/150 bar'dır (5/10/15 MPa). Bu işlemin uygulanabilmesi için kullanılacak fırının yüksek basınç ve vakumlarda çalışmaya uygun bir biçimde tasarlanmış ve üretilmiş olması gerekmektedir [6,7].



Şekil 1. Örnek Sinter-HIP işlemi [8]

Sinter – HIP işleminin yaklaşık maliyeti; sinterleme ve arkasından yapılan HIP işleminin toplam maliyetinin yarısıdır. Ayrıca işlem sinterleme arkasından yapılan HIP işlemine göre daha yüksek sıcaklıklarda ve daha düşük

basıncılarda yapıldığı için Sinter - HIP işlemi sonrası parçaların mikroyapısı; sinterleme sonrası yapılan HIP işlemine göre daha üniform bir yapıya sahiptir [8].

Bu çalışma kapsamında $-40 \mu\text{m}$ partikül boyutlarındaki Ti-6Al-4V metal tozları, 600 MPa'dan başlayarak 1500 MPa'ya kadar farklı sıkıştırma basınçlarında sıkıştırılmış ve sonrasında Sinter-HIP yöntemiyle sinterlenmiştir. Numuneler, Metal Powder Industries Federation (MPIF) standartlarına uygun üç nokta eğme numunesi boyutlarında üretilmiştir. Ayrıca numunelerin sahip oldukları gözenek miktarı ve tane büyüklüğünün iyi analiz edilebilmesi için metalografik çalışmalar yapılmıştır. Genel kapsamda bu çalışmada farklı bağıl yoğunluklardaki ham numunelerin Sinter-HIP işlemi sonrası sahip olacakları bağıl yoğunluk değerleri ve bu değerler üzerinde Sinter-HIP yöntemi etkilerinin incelenmeye çalışılmıştır.

2. YÖNTEM

Bu çalışmada ön alaşımlandırılmış Ti-6Al-4V metal tozu kullanılmıştır. Metal tozu $-40 \mu\text{m}$ boyutunda olup HDH + öğütme yöntemiyle üretilmiştir. Çalışmada kullanılan deneysel yöntemler sıralamasına göre aşağıda verilmektedir.

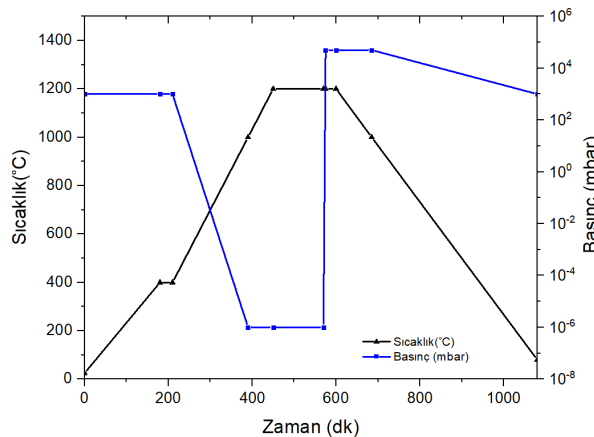
- Toz partiküllerinin karakterizasyon çalışmaları; Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapılmış ve toz partikül şekli ve morfolojisinin belirlenmiştir. Bu aşamada ayrıca tozun içerdiği elementlerin belirlenmesi için EDS analizinin gerçekleştirilmiştir. Bu incelemeler QUANTA FEG 250 model SEM cihazı ile yapılmıştır.

- Çift taraflı karıştırıcı kullanılarak metal tozları ile yağlayıcı (%1 oranında Çinko Stearat), 20 dakika ve yaklaşık olarak 22 d/d karıştırma hızında konik karıştırıcı içerisinde karıştırılmıştır.

- Kalıpta tek etkili presde soğuk sıkıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Sıkıştırma işlemlerine 600 MPa basınç ile başlanmış ve sıkıştırma basıncı 50 MPa artırılarak 1500 MPa' a kadar değişen basınçlarda sıkıştırma işlemi yapılmıştır.

- Sıkıştırılan numunelerin ham yoğunlukları 0,001 g hassasiyetindeki hassas terazi ve 0,01 mm hassasiyetindeki mikrometre ve kumpas yardımıyla yapılmıştır.

- Deneyler kapsamında numunelere; basınç destekli sinterleme işlemi uygulanmıştır. Basınç destekli sinterleme işleminde, klasik sinterleme işleminden farklı olarak sinterleme sıcaklığında belirlenen bekleme süresi geçildikten sonra fırına, ısıtılmış yüksek basınçlı Ar gazı basılmaktadır (50 bar). Basılan bu gaz sayesinde numuneler üzerinde tekrar bir sıkıştırma etkisi oluşturulmuştur. Deneylerde uygulanan bu basınç destekli sinterleme işlemi literatürde “ Sinter-HIP ” olarak bilinmektedir. Mekanik deneylerde kullanılacak olan numuneler tek seferde aynı fırın içerisinde sinterlenmiştir. Bu kapsamda uygulanmış olan Sinter-HIP işlemi sırasında, fırın iç basıncı ve sıcaklığının zamana bağlı olarak değişimini gösteren grafik Şekil 2.' de verilmiştir.



Şekil 2. Sinter-HIP aşamaları (sıcaklık - basınç - zaman değişimi).

Sinter-HIP işleminin aşamaları aşağıda maddeler halinde verilmektedir.

1- Numuneler; oda sıcaklığından (25 °C), 400 °C' ye kadar yaklaşık 2 °C/dk hızında ısıtılmış ve bu aşama 180 dakika sürmüştür. Bu aşamada fırın sürekli olarak Ar gazı ile beslenmiş ve sadece fırın içerisinde oluşan çinko-stearat buharını temizleyecek seviyede vakum yapılmıştır. Aynı anda fırına Ar gazı gönderilmesi ve fırının vakum pompalarının çalıştırılması nedeniyle; fırının iç basıncı atmosfer basıncı seviyesinde sabit kalmıştır.

2- Numuneler 400 °C de, 30 dakika bekletilmiş ve numunelerde yağlayıcı olarak kullanılan çinko-stearat' ın tamamen buharlaşması sağlanmıştır. Bu aşamada fırına gönderilmeye devam eden Ar gazı sayesinde fırın içerisinde buharlaşan çinko-stearat ve oksijen fırın içerisinden tamamen uzaklaştırılmıştır.

3- Numuneler 400 °C' den 1200 °C' ye kadar yaklaşık 3,3 °C/dk hızında ısıtılmış ve bu aşama 240 dakika sürmüştür. Bu aşama başlangıcında fırına argon gazı beslemesi kesilmiş ve fırın kademeli olarak vakuma alınmıştır. Vakum basıncı; literatürde Ti-6Al-4V için sinterleme başlangıç sıcaklığı olarak gösterilen 1000 °C civarlarında 10^{-6} mbar seviyesine düşmüş ve uygulanan sinterleme sıcaklığı olan 1200 °C' de aynı seviyede sabit tutulmuştur.

4- Numuneler 1200 °C ve 10^{-6} mbar vakum basıncında 120 dakika süreyle bekletilerek sinterlenmiştir.

5- Sinterleme işlemi sonrasında sıcaklık 1200 °C' de sabit tutulurken, fırına 50 bar (5 MPa) basınçta, ısıtılmış Ar gazı basılmış ve numunelerin üzerinde izostatik basınç etkisi yaratılmıştır. Bu aşamada; numunelerin 1200 °C ve 50 bar Ar basıncı altında 30 dakika bekletilmesiyle HIP işlemi gerçekleştirilmiştir.

6- Numuneler 1200 °C' den 80 °C' ye kadar yaklaşık 2,3 °C/dk soğutma hızında soğutulmuş ve bu işlem 480 dakika sürmüştür. Bu aşamada basınç, sıcaklık 1000 °C seviyelerine gelene kadar 50 bar seviyelerinde tutulmuş ve takiben kademeli olarak atmosfer basıncına düşürülmüştür.

Numunelerin; Sinter-HIP işlemi sırasında, kendi aralarında reaksiyona girmemesi için numuneler grafit tepsiler üstünde aralıklı şekilde fırına yerleştirilmiş ve tüm numuneler tek seferde sinterlenmiştir. Aynı şekilde, sinterleme işlemi yapılırken fırına; sadece bu çalışma kapsamındaki Ti-6Al-4V numuneler yerleştirilmiş ve istenmeyen malzeme reaksiyonlarının önüne geçilmiştir. Sinter-HIP işlemi toplamda 18 saat sürmüştür.

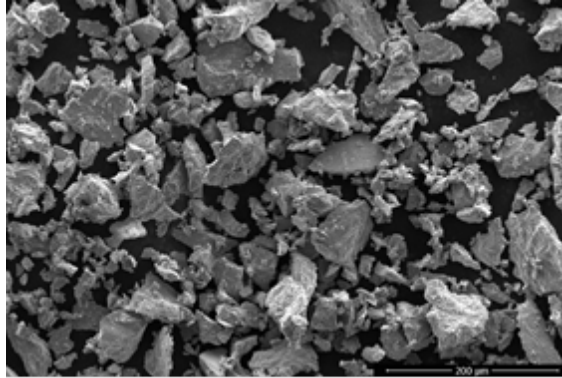
•Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri Arşimed Prensibine göre belirlenmiş ve seçilen numunelere üç nokta eğme deneyleri uygulanmıştır. Üç nokta eğme deneyleri TS EN ISO 7438 (2016) standartlarına uygun olarak bilgisayar kontrollü universal çekme cihazı ile yapılmıştır.

•Sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinin incelemeleri QUANTA FEG 250 model SEM cihazı ile yapılmış ve deneysel çalışmalar sonlanmıştır.

3.BULGULAR ve TARTIŞMA

Bu çalışmada kullanılan -40 µm toz partikül boyutundaki Ti-6Al-4V metal tozunun SEM görüntüsü Şekil 3.'te verilmektedir. Görüntü incelendiğinde; toz partiküllerinin düzensiz, köşeli ve homojen olmayan şekillerde oldukları görülmektedir. Bu durum metal tozlarının; HDH + öğütme yöntemi ile üretilmesinden dolayı oluşmaktadır [9]. Ayrıca şekilde görüldüğü üzere toz partikülleri boyutları arasında oldukça farklılıklar bulunmaktadır. Bu durum ticari olarak satın alınan tozların Mesh ölçeklendirmesine göre; ortalama toz partikül boyutu dikkate alınarak geniş boyut aralıklarında sınıflandırılmasından kaynaklanmaktadır. Ticari olarak satın alınan metal tozlarında gözlemlenen düzensiz şekil ve boyut dağılımının bir diğer nedeni ise yığılmadır. Yığılma; öğütme işlemi sırasında oluşan Van Der Walls kuvvetleri veya atom bağları tarafından oluşan mekanik kenetlenme ile tane birleşmesi olarak açıklanabilir. Ayrıca öğütme işlemi sırasında taneler birbiriyle çarpışarak dövme etkisi yaratmışlardır. Dövme etkisinin oluştuğu yüzeyler yassılaşmaktadır [10]. Büyük boyutlu toz partiküllerinin üzerine, çok daha küçük boyutlu toz partiküllerinin yapışması, uydulaşma olarak adlandırılmaktadır [11].

Ticari olarak satın alınan Ti-6Al-4V toz grubu içinde uydulaşmaların oluştuğu rahatlıkla görülebilmekte olup bu durum ticari tozların üretimi aşamasında küçük toz partiküllerinin, büyük toz partiküllerine göre daha hızlı şekilde katılaşmasının bir sonucudur.



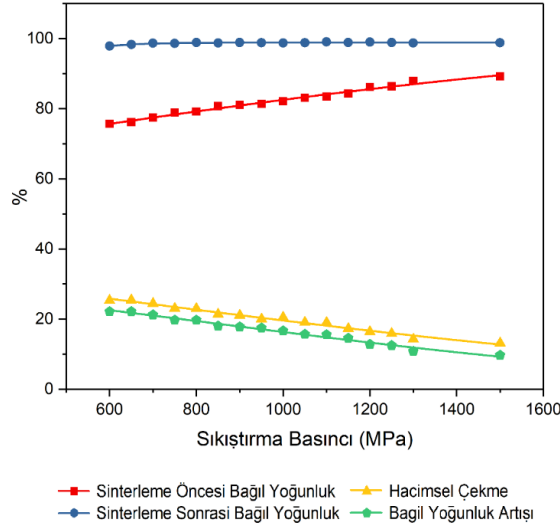
Şekil 3. -40µm toz partikül boyutundaki Ti-6Al-4V metal tozunun SEM görüntüsü.

Sıkıştırma işlemlerine; 600 MPa sıkıştırma basıncı ile başlanmış ve bu değer her sıkıştırma denemesinde 50 MPa arttırılmıştır. Toplamda 16 farklı basınç değeri kullanılmış ve sıkıştırma işlemleri sonunda numunelerin ham yoğunlukları hesaplanmıştır. Yoğunluk hesaplamalarında $\rho_{\text{çinko stearat}} = 1,1 \text{ g/cm}^3$ ve $\rho_{\text{Ti6Al4V}} = 4,43 \text{ g/cm}^3$ olarak kabul edilmiştir. Tablo 1.' de sıkıştırılan numunelerinin sinterleme öncesi ve sonrasında; hesaplanan veya ölçülen kütle, yoğunluk, % hacimsel çekme ve % bağıl yoğunluk artışı değerleri verilmektedir.

Tablo 1. Sıkıştırılan numuneleri sinterleme öncesi ve sonrası kütle, yoğunluk, % hacimsel çekme ve % bağıl yoğunluk artışı değerleri.

Numune		Basınç (MPa)	Sinterleme Öncesi			Sinterleme Sonrası			Hacimsel Çekme (%)	Bağıl Yoğunluk Artışı (%)
Toz	Kod		Kütle (g)	Ham Yoğunluk (g/cm^3)	Bağıl Yoğunluk (%)	Kütle (g)	Yoğunluk (g/cm^3)	Bağıl Yoğunluk (%)		
-40 µm Ti-6Al-4V Tozu	116	600	8,99	3,26	75,70	8,94	4,34	97,87	25,37	22,16
	115	650	8,99	3,27	76,15	8,92	4,35	98,29	25,41	22,14
	114	700	9,01	3,33	77,45	8,94	4,37	98,66	24,44	21,21
	113	750	8,99	3,39	78,92	8,91	4,37	98,62	23,05	19,70
	112	800	9,07	3,40	79,14	8,98	4,38	98,85	23,02	19,70
	111	850	9,04	3,47	80,71	8,96	4,37	98,75	21,37	18,04
	110	900	9,01	3,49	81,07	8,93	4,38	98,84	21,09	17,77
	109	950	8,80	3,50	81,33	8,81	4,38	98,81	20,01	17,47
	108	1000	9,05	3,53	82,07	8,92	4,37	98,73	20,48	16,66
	107	1050	9,05	3,57	83,11	8,97	4,38	98,80	19,09	15,69
	106	1100	8,96	3,59	83,48	8,87	4,39	99,04	19,02	15,56
	105	1150	8,92	3,63	84,33	8,91	4,38	98,86	17,28	14,53
	104	1200	8,98	3,71	86,17	8,89	4,38	98,97	16,38	12,80
	103	1250	9,03	3,71	86,36	8,95	4,38	98,85	15,92	12,49
	102	1300	9,00	3,78	87,97	8,92	4,38	98,76	14,28	10,79
	101	1500	11,02	3,83	89,16	10,93	4,38	98,83	13,15	9,67

Ayrıca Şekil 4.' de Tablo 1.' de verilen, sıkıştırma basıncına bağlı; sinterleme öncesi ve sonrası bağıl yoğunluk, sinterleme sonrası hacimsel çekme, sinterleme sonrası bağıl yoğunluk değerlerinin % değişim grafiği çizilmiştir.

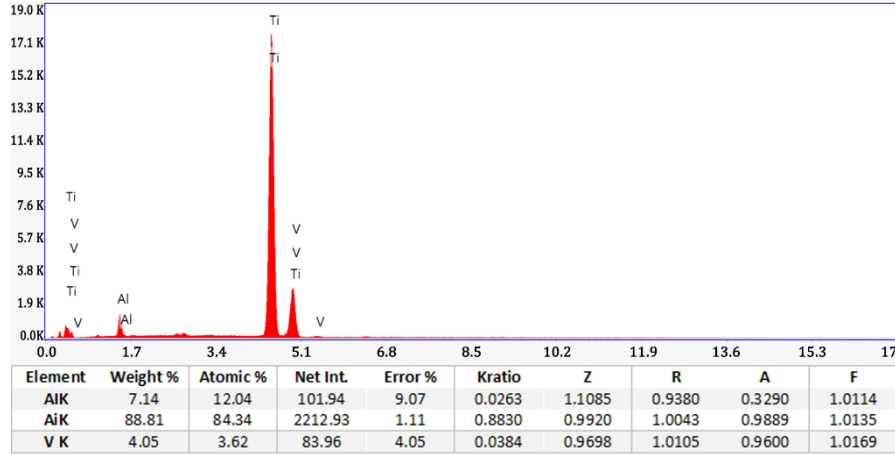


Şekil 4. Sıkıştırma basıncına bağlı sinterleme öncesi ve sonrası hacimsel çekme, bağıl yoğunluk değerlerinin değişimi.

Tablo 1. ve Şekil 4. incelendiğinde tüm numuneler için ortalama kütle kaybının %1 seviyesinde olduğu görülebilmektedir. Bu durum sıkıştırma işlemlerinde yağlayıcı olarak kullanılan çinko stearat'ın sinterleme aşamasında tamamen buharlaştığının bir kanıtı niteliğindedir. Sinterleme aşamasından öncesi teorik yoğunluk değeri, $4,30 \text{ g/cm}^3$ olarak hesaplanmış ve numunelerin bağıl yoğunlukları bu değer kullanılarak hesaplanmıştır. Sinterleme sonrasında ise bağıl yoğunluk değerleri hesaplamasında ise; çinko stearat'ın tamamen buharlaştığı dikkate alınmış ve teorik yoğunluk değeri Ti-6Al-4V'nin yoğunluğu olan $4,43 \text{ g/cm}^3$ olarak kullanılmıştır.

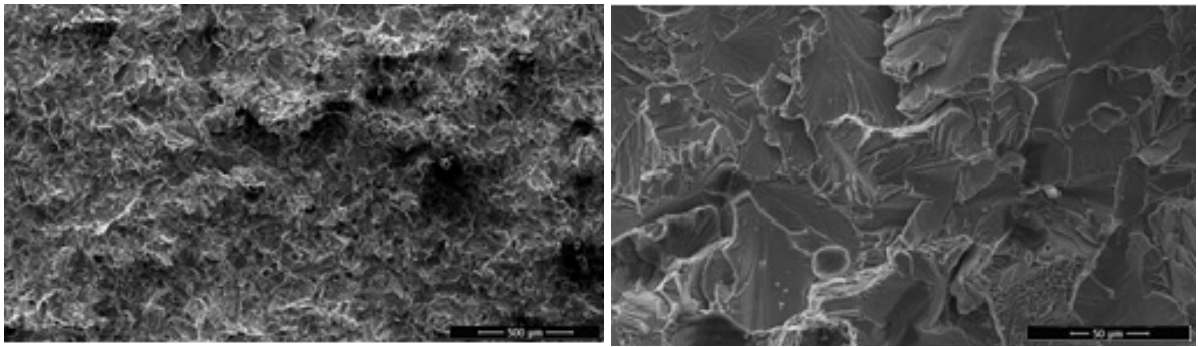
Sinterleme öncesi yapılan ölçümlerde; sıkıştırma basıncı artışıyla doğru orantılı olarak bağıl yoğunluğun da arttığı, sinterleme sonrasında ise bağıl yoğunluk değerinin farklı basınçlarda sıkıştırılan tüm numuneler için % 98-99 seviyesine geldiği görülebilmektedir. Bu durum 120 dakikalık sinterleme aşaması sonrasında sinterleme sıcaklığında 30 dakika boyunca 50 bar Ar gaz basıncıyla uygulanan HIP işleminin bir sonucudur. Farklı ham yoğunluk değerlerine sahip numunelerin 120 dakikalık sinterleme aşaması sonrasında yoğunlukları ölçülemediği olmasına rağmen, ham yoğunluklarıyla orantılı olarak % 90-95 seviyelerindeki bağıl yoğunluk değerlerine ulaştığı ve % 98-99 bağıl yoğunluk değerlere ulaşmaları için gerekli olan son yoğunlaşmanın (mevcut gözeneklerin küçülmesi ya da tamamen kapanması) HIP aşamasında gerçekleştiği düşünülmektedir [12]. Sinter-HIP işlemi tam yoğun ya da tam yoğunluğa yakın parçalar üretmek için uygulanan bir işlem olup [13], sinterleme sonrası bağıl yoğunluk değerleri incelendiğinde; (%98-99) seçilen Sinter-HIP parametrelerinin; (sıcaklık, basınç, bekleme süresi) -40 μm boyutundaki ticari tozlar için yeterli olduğu görülebilmektedir.

Sinter- HIP işlemi sonrasında, farklı ham yoğunluk değerlerine sahip tüm numunelerin benzer bağıl yoğunluk değerlerine ulaşması dikkate alındığında; numunelerdeki bağıl yoğunluk artışının, sıkıştırma basıncı artışıyla ters orantılı olarak %22 seviyesine ulaştığı görülebilmektedir. Numunelerdeki bağıl yoğunluk artışı ile doğru orantılı olarak hacimsel çekme değerleri de artmış ve %25 seviyesine kadar ulaşmıştır. Yüksek hacimsel çekme oranları, düşük sıkıştırma basınçları ve buna bağlı olarak da düşük ham yoğunluk değerlerinin bir sonucudur. Sinterleme işlemi sonrası seçilen numunelerin bir bölümüne üç nokta eğme deneyi uygulanmıştır. Genel olarak bakıldığında numunelerin hiçbirinde herhangi bir çarpılma veya oksitlenme belirtisi yoktur. Bu durumun numunelerin yüksek vakum ortamında sinterlenmiş olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca bu bulgular sinterleme işlemi sonrası yapılan EDS analizleri ile de desteklenmektedir. (Şekil 5).



Şekil 5. Sinterlenmiş numunelerin EDS analizleri.

Şekil 6.'da üç nokta eğme deneyi uygulanan bazı numunelerin SEM görüntüleri verilmektedir. Görüntüler incelendiğinde gözeneklerin neredeyse tamamen kapanarak ortadan kalktığı ve buna bağlı olarak da yoğunluğun %99 seviyelerine ulaştığı görülebilmektedir.



Şekil 6. Bazı numunelerin SEM görüntüleri.

4.SONUÇ

Yapılan çalışmalar sonrasında elde edilen sonuçlara bakıldığında; 1150 MPa üzerindeki basınçlarda yapılan sıkıştırma denemelerinde, kalıp duvarlarına yaklaşık olarak 700 MPa ve üzeri basınç etki etmektedir. Bu durumlarda; daha yüksek bağıl yoğunluk değerlerine ulaşılsa da bu basınç değerlerinin kalıplara hasar verdiği ve bağıl yoğunluk değerini çok fazla yükseltmediği deneysel çalışmalarla görülmüştür. Uygulanan; Sinter-HIP işlemi sonrası; -40 µm partikül boyutlu tozlarda ulaşılan %99 seviyelerindeki bağıl yoğunluk değerlerinin; Sinter-HIP işlemi için seçilen parametrelerin yeterli olduğunu göstermekte ve SEM görüntüleri de bunu desteklemektedir. Daha büyük partikül boyutlarında bağıl yoğunluk değerlerinin yükseltilmesi ve hatta %99 seviyelerine ulaştırılması için; sinterleme sıcaklığı (1200 °C), sinterleme sıcaklığında bekleme süresi (120 dakika), HIP basıncı (5 MPa), HIP basıncında bekleme süresi (30 dakika) parametrelerinden bir ya da birden fazlasının yükseltilmesi gerektiği düşünülmektedir. Bunlara ek olarak ilerleyen dönem çalışmaları için; Sinter-HIP işlemi sırasında seçilen parametrelerin değiştirilerek (süre, basınç, sıcaklık) bu parametrelerin; partikül boyutuna bağlı olarak numunelerin tam yoğunluğa ulaşılması üzerindeki etkilerinin araştırılması, farklı vakum basınçları altında yapılan sinterleme işlemlerinin numunelerin üzerindeki etkisinin araştırılması, Sinter-HIP işleminin son aşamasında uygulanan HIP basıncının numunelerin yoğunluk artışı üzerindeki etkilerinin daha net bir şekilde belirlenmesi tavsiye edilmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Wang, R.R., Fenton, A., 1996. Titanium For Prosthodontic Applications: A Review Of The Literature. Quintessence international, 27-6, 401-408.
- [2] Lautenschlager, E.P., Monaghan, P., 1993. Titanium and Titanium Alloys as Dental Materials. International Dental Journal, 43-3, 245-253.
- [3] Mark, J.J., Ahmed, W., 2007 Surface Engineered Surgical Tools And Medical Devices. Springer, 533-576, New York.
- [4] ASM, 1998. ASM Handbook Volume 7 - Powder Metal Technologies and Applications. ASM International, 2759, USA.
- [5] Bomberger, H.B., Froes, F.H., Morton, P.H., 1985. Perspective. Titanium Technology Present Status and Future Trends, Titanium—A Historical, 3-17.
- [6] Abkowitz, S., 1980. Isostatic Pressing of Complex Shapes from Titanium Alloys, Power Metallurgy of Titanium Alloys, THE Metallurgical Societ of AIME, 291-302.
- [7] German, R.M., 1996. Sintering Theory and Practice. Wiley, 568, USA.
- [8] German, R.M., 1994. Powder Metallurgy Science. Metal Powder Industry; Subsequent edition. 472, USA.
- [9] ASM, 2004. ASM Handbook Volume 9 - Metallography and Microstructures. ASM International, 2733, USA.
- [10] Froes, F.H., Eylon, D., 1984. Titanium Powder Metallurgy—A Review, Titanium Net-Shape Technologies, The Metallurgy Society of AIME, 1-20.
- [11] German, R.M., 2005. Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing. Metal Powder Industry, 643, New Jersey.
- [12] Upadhyaya, A., 2002. Powder metallurgy technology. Cambridge Int Science Publishing, 536, USA.
- [13] Fang, Z.Z., Paramore, J.D., Sun P., Xia, Y., 2017. Powder metallurgy of titanium – past, present, and future. International Materials Reviews.
- [14] Bolzoni, L., Meléndez, I.M., Ruiz-Navas, E.M., 2012. Microstructural evolution and mechanical properties of the Ti–6Al–4V alloy produced by vacuum hot-pressing. Mater Sci Eng A. 546, 189–197.
- [15] Cao F., Chandran, K.S.R., Kumar, P., 2017. New approach to achieve high strength powder metallurgy Ti-6Al-4V alloy through accelerated sintering at β -transus temperature and hydrogenation-dehydrogenation treatment, Scripta Materialia, 130, 22–26.
- [16] Carbide Technologies, 2018. Erişim Tarihi; 3.03.2018 <http://www.carbidetechnologies.com/faq/what-is-sintering-or-sinter-hiping/>
- [17] Chen, W., Yamamoto Y., Peter, W.H., Clark, M.B, Nunn, S.D., Kiggans, J.O., Gorti, S.B., Sabau, A.S., 2011. Cold compaction study of Armstrong Process® Ti–6Al–4V Powders. Powder Technology, 214, 194-199.
- [18] Froes, F.H., Eylon, D., 1985. Powder Metallurgy of Titanium Alloys—A Rewiew, Titanium Science and Technology. 1, 267-286.
- [19] MPIF, 2006. Standard test methods for metal powders and powder metallurgy products. Metal Powder Industries Federation, 118 USA.
- [20] Xiaoyan X., Philip N., Damien M., 2017. Characterization and Sintering of Armstrong Process. Titanium Powder. 69-4
- [21] Lütjering, G., Williams, C., 2003. Titanium. Springer-Verlag, Heidelberg.
- [22] Ustundag, M. (2018). Öğütme ve HDH Yöntemleriyle Üretilen Ti-6Al-4V Tozlarının Sinter-HİP Yöntemiyle Sinterlenmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi, SDÜ FBE, Doktora Tezi.