

Mekanik Alaşım Yöntemi İle Üretilen Co Alternatifi FeCuNiSnPMoMn Alaşımının Sıcak Presleme Karakteristiklerinin İncelenmesi

Ertuğrul ÇELİK

Tunceli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 62100, Tunceli, TÜRKİYE
ecelik@munzur.edu.tr

(Geliş/Received:21.06.2016; Kabul/Accepted:30.10.2016)

Özet

Elmaslı kesici takımlar, günümüzde sıklıkla doğal taşların işlenmesinde kullanılan kesici takımlardır. Bu malzemeler toz metalurjisi teknikleri kullanılarak imal edilen, sentetik elmas ve metal bir matristen meydana gelen kompozit malzemelerdir. Co zararlı etkilerinden ve yüksek fiyatından dolayı imalatçılar tarafından tercih edilmemektedir. Bu nedenle Co alternatifi olan az yada kobalt içermeyen tozlar geliştirilmektedir. Yapılan bu çalışmada Fe esaslı mekanik alaşımlanmış toz sırası ile 700, 750, 800, 850 ve 900 °C'de 35 MPa basınç altında sıcak preslenmiştir. Üretilen numunelerin fiziksel özelliği olarak yoğunluk değerleri, metalurjik özelliklerini incelemek için mikroyapı incelemeleri ve mekanik özelliklerini belirlemek için 3 nokta eğme dayanımları araştırılmıştır. Elde edilen deneysel veriler sonucunda, sıcak presleme sıcaklığı arttıkça numunelerdeki porozite oranının %10,69'dan %2,01'e kadar azaldığı ve 3 noktalı eğilme dayanımının 480 MPa'dan 1446 MPa değerine kadar arttığı görülmüştür. Elde edilen sonuçlar neticesinde Fe esaslı matrisin elmaslı kesici takım endüstrisinde Co alternatifi olarak kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Elmaslı kesici takım, Sıcak presleme, Toz metalurjisi, Alaşım Toz

Investigation of hot pressing characteristics of mechanically alloyed FeCuNiSnPMoMn alloy used as Co alternative

Abstract

Diamond cutting tools which is generally used in the processing of natural stone. It is manufactured by synthetic diamond and metal matrix composite material composed using powder metallurgy techniques. Co is not preferred by manufacturers because of its harmful effects and higher prices. Therefore, Co alternative powders those contain little or cobalt are being developed. In this study Fe-based mechanically alloyed powder hot-pressed at 35 MPa 700, 750, 800, 850 and 900 ° C respectively. As the physical properties of the produced sample density values, to examine the metallurgical characteristics determined by microstructure analysis and mechanical properties were investigated by 3-point bending strength. Acquired as a result of the experimental data, as hot pressing temperature increases the porosity ratio in the samples from 10.69% to 2.01% decreased and 3-point bending strength was found to increase up to 480 MPa to 1446 MPa. As a result of obtained data, it was concluded that Fe-based matrix can be used as an alternative to Co the diamond cutting tool industry.

Keywords: Diamond cutting tools, Hot pressing, Powder metallurgy, Alloy powder.

1. Giriş

Elmaslı kesici takımların (EKT) üretimi ile ilgili olarak en önemli temel sorunlardan biri matris malzemesi ve kesici elmas arasındaki zayıf arayüzey bağıdır. Doğal taşların kesilmesinde imalatçılar tarafından farklı matris malzemeleri kullanılmakla birlikte genellikle metalik malzemelerden oluşmaktadır. [1] Kesici takımın ömrünün belirlenmesinde matris

malzemesi ve sinterleme parametrelerinin seçimi oldukça büyük bir öneme sahiptir. [2]

EKT'ların imalatında karbonil demir temel matris bileşimlerinden biridir. Bununla birlikte, fiyatının düşük olması nedeni ile toz imalatçıları tarafından termal olarak indirgenmiş elektrolitik demir tozlarının EKT'da kullanılabilirliği için çalışmalarda yapılmaktadır. Kesim işlemleri sırasında takımın maruz kalacağı ilerleme hızı, kesim derinliği, çevresel hız, kesim yöntemi,

Mekanik Alaşım Yöntemi İle Üretilen Co Alternatifi FeCuNiSnPMoMn Alaşımının Sıcak Presleme Karakteristiklerinin İncelenmesi

kesilen kayacın özellikleri ve çalışma koşulları gibi birçok değişken matrisin aşınma ömrünü etkileyen faktörlerdir. Bu nedenle matris bileşenlerinin seçimi son derece önemlidir. [3,4] Günümüzde EKT'da matris malzemesi olarak ön alaşımlandırılmış tozlar temel malzeme olarak kullanılmaktadır. [5,6]. Alaşımlandırılmış tozların temel avantajı her bir toz partikülünün bütün alaşım içeriğini içermesi ve bu nedenle segregasyonun engellenmesi sonucunda matrisin üniform yapıda olması sağlanır ve kesici takımın özellikleri etkili bir şekilde geliştirilebilir. Ayrıca alaşım tozların kullanılması ile atomik difüzyon işlemi sırasında aktivasyon enerjisi düştüğü için sinterleme süresi ve sıcaklığı da azalmaktadır. [7,8]

Mekanik alaşımlama, nano boyutlu tozların üretimi ve erime sıcaklığı birbirinden farklı olan çeşitli metalik alaşımların elde edilmesi için uygulanan, ekonomik ve çok yönlü bir üretim tekniği olarak ortaya çıkan bir yöntemdir. [9] Mekanik alaşımlama işleminde alaşımlandırma yöntemi, alaşımlama zamanı, toz-öğütücü bileye oranı nihai mikro yapıyı, partikül boyutunu, ortalama yüzey alanını etkiler. Ayrıca elementel toz karışımları katı halde iken, intermetalik ve amorf fazlar şeklinde üretilebilir. Toz metalurjisi ile yapılan imalat işlemlerinde mekanik alaşımlama sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. [10]

EKT'larda Co sinterleme işlemi esnasında elmas ile olan kimyasal uyumu, mükemmel elmas tutunumu ve kesim işlemleri sırasında tatminkâr aşınma dayanımından ötürü takım imalatçıları tarafından azalan bir oranda kullanılmaktadır. Fakat stratejik bir metal olması ve sadece birkaç ülkenin Co üretmesi nedeni ile fiyatlarında büyük bir istikrarsızlık olmaktadır. [11] Ayrıca Co işleme şekline bağlı olarak zehirli bir malzemedir. Co'nun zayıf olan bu yanlarından ötürü araştırmacılar ve şirketler Co alternatifi olabilecek yeni alaşım tozlar geliştirmektedir. Bu nedenle günümüzde az yada hiç kobalt içermeyen alaşım tozlar EKT endüstrisi için piyasada satılmaktadır. [12]

Geleneksel sinterleme tekniklerine alternatif olarak sıcak presleme işlemi, kompozit malzemeler [13,14] ve karbür kesici takımlar gibi farklı malzemelerin üretiminde sıklıkla kullanılmaktadır. [15,16] Sıcak presleme işlemi ile daha yüksek yoğunluk değerleri, daha düzenli

ve tane irileşmesinin meydana gelmediği bir yapı elde edilir. Geleneksel sinterleme yöntemlerine göre kıyaslandığında malzemelerde daha iyi fiziksel ve mekanik özellikler elde edilir. [17]

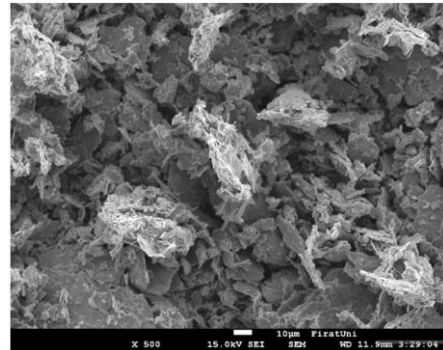
Sıcak presleme işlemi özellikle seramik malzemeler ve EKT imalatları başta olmak üzere birçok endüstri tarafından kullanılır. Bu yöntemde sıcaklığın yanı sıra parça üzerine etki eden basıncında kullanılması ile sinterleme sıcaklığı ve süresi azaltılır. Endüstriyel olarak EKT'ların imalatında çoğunlukla sıcak presleme işleminden faydalanılmaktadır. [18]

Yapılan bu çalışmada Co alternatifi olarak kullanılan Fe esaslı mekanik alaşımlanmış bir tozun sıcak presleme işlemi ile sinterlenme özellikleri incelenmiştir. Elde edilen deneysel veriler neticesinde sıcak presleme sıcaklığının değiştirilmesi ile mukavemet değerlerindeki değişimler ile farklı yapıdaki kayaçların kesim işlemlerinde takım imalatında formül değişimi yapılmadan sadece sıcak presleme karakteristiklerinin değiştirilerek matrisin mekanik ve mikroyapısal özelliklerindeki değişimler incelenmiştir.

2. Materyal ve Metod

2.1. Kullanılan malzeme ve üretimi

Çalışma kapsamında kullanılan metal tozu %74.5 oranında Fe içeren bir bileşimden oluşmaktadır. Ortalama parikül boyutu 36 µm olan ve üretici tarafından (Sentec-Bir Türkiye) mekanik alaşımlama yöntemleri kullanılarak imal edilen Co alternatifi olarak kullanılan bir tozdur. Kullanılan toz üreticiden temin edilmiştir.



Şekil 1. Kullanılan mekanik alaşımlanmış tozun SEM fotoğrafı.

Tablo 1. Kullanılan matris tozunun kimyasal bileşimi.

Alaşım katkı oranı (%ağ)						Teorik Yoğunluk (gr/cm ³)
Fe	Cu	Ni	Sn	P	Mo	Mn
74,5	18	2	2	2	1	0,5
						7.95

Kullanılan matris tozunun içeriği ve teorik yoğunluk değeri Tablo 1 'de verilmiştir.

Toz karışımları 0.01 gr hassasiyetinde bir tartı kullanılarak hazırlanmış ve toz karıştırma işlemi turbula mikser (Çelmak Group 7T, Türkiye) kullanılarak 30 dakika süre ile uygulanmıştır. Presleme esnasındaki sürtünme kuvvetlerini azaltmak ve tozların daha iyi yoğunlaşmasını sağlamak amacıyla toz karışımı içersine ağırlıkça % 1.5 oranında PEG400 (Polietilen glikol) ilave edilmiştir. İlk olarak karışım tozları 15 gr ağırlığında tartılarak 300 MPa basınç altında çift etkili bir hidrolik pres kullanılarak (Dim-Net WP-45SA, Kore) 40x10x6 mm kesitinde soğuk preslenerek ham numuneler üretilmiştir. İkinci olarak ham numuneler grafit kalıplar içersine dizilerek direkt dirençli ısıtma prensibi ile çalışan PLC kontrollü bir sıcak pres makinesiyle (Zhengzhou Golden Highway, SMVB 80, Çin) N₂ atmosferi altında sıcak presleme işlemine tabi tutulmuştur. Üretim parametreleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Sıcak presleme parametreleri.

Numune Adı	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Presleme Basıncı (MPa)	Sinterleme Süresi (dak)
S1	700	35	4
S2	750		
S3	800		
S4	850		
S5	900		

2.2. Karakterizasyon

Üretilen numunelerin yüzeyleri 600 mesh' lik su zımparası ile (Metkon forcimat, Türkiye) temizlenmiştir. Yoğunluk ölçümleri ASTM B311-92 standardına uygun olarak Arşimet prensibine göre yapılmıştır. Sertlik değerleri 187,5 kgf yük değeri altında Brinell (HB30) sertlik ölçüm yöntemi (EmcoTest, Durajet, Avusturya) kullanılarak araştırılmıştır. Malzeme yüzeyleri parlatıldıktan sonra özel olarak

hazırlanmış %30 HNO₃+ %30 Asetik Asit+ %6.5 H₃PO₄+ %33.5 H₂O bileşimine sahip dağlayıcıyla yüzeyler dağlanarak mikroyapı incelemeleri yapılmıştır (Nikon MA-100, Japonya). 3 noktalı eğme deneyleri (TRS) ASTM B528-83a standardına uygun olarak (Shimadzu, AG-IS 100 Kn, Japonya) ile Trapezium X yazılımı kullanılarak yapılmıştır.

3. Sonuçlar

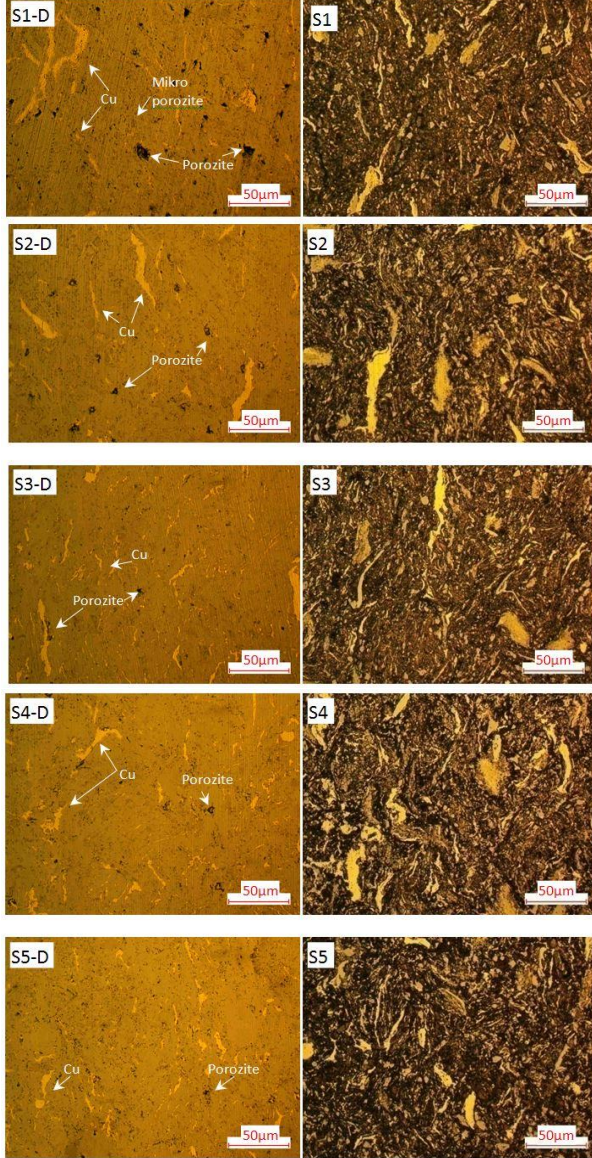
Üretilen segmentlerin mikroyapı, sertlik, yoğunluk ve 3 noktalı eğme deneyi sonuçları bu bölümde incelenmiştir.

3.1 Mikroyapı incelemeleri

Şekil 2'de 700, 750, 800, 850 ve 900 °C'de sıcak preslenerek üretilmiş olan segmentlerin optik mikroskop mikroyapı resimleri görülmektedir. Sol kısımda bulunan resimlerde porozite miktarının daha rahat görülebilmesi amacı ile numunelerin dağlama işlemi yapılmamıştır. Sağ taraftaki numuneler ise dağlama işlemi yapılmıştır. Mekanik alaşımlama işlemi ile toz partiküllerinin şekilleri'de yuvarlaktan lamelli bir yapıya dönüşmüştür. Bu dönüşüm sonucunda artan partikül yüzey alanı ile malzemelerin mikro yapısının daha homojen hale geldiği açıkça görülmektedir. Resimlerden anlaşılacağı üzere artan sıcak presleme sıcaklığı ile numunelerdeki porozite oranında azalma açık bir şekilde görülmektedir. Ayrıca 700 °C'de sinternenen S1 numunesinde Cu'nun mikroyapı içersinde lamelli yapıda olduğu görülmektedir fakat artan sıcaklık ile S5 numunesinde görüldüğü gibi Cu alaşıma katılan partiküller arasında plastik şekil değişimine uğrayarak kısmen lamelli yapısını korumuş fakat boyutunda küçülme meydana gelmiştir. Sinterleme sıcaklığının artması ile Cu yapı içersinde mikro ve makro poroziteleri doldurucu bir etki göstermiştir. Alaşımanın bünyesinde bulunan Sn ise sıvı faz oluşumuna neden olarak ayrıca poroziteleri doldurucu bir etkide bulunmuştur. Artan sinterleme sıcaklığı

Mekanik Alaşım Yöntemi İle Üretilen Co Alternatifi FeCuNiSnPMoMn Alaşımının Sıcak Presleme Karakteristiklerinin İncelenmesi

ile toz partiküllerinin tane boyutunda yeniden kristalleşme sonucu bir miktar küçülme de meydana gelmiştir.



Şekil 2. Sinterlenmiş segmentlerin optik mikroskop mikroyapı görüntüleri (Sol taraf dağlanmamış numuneleri göstermektedir)

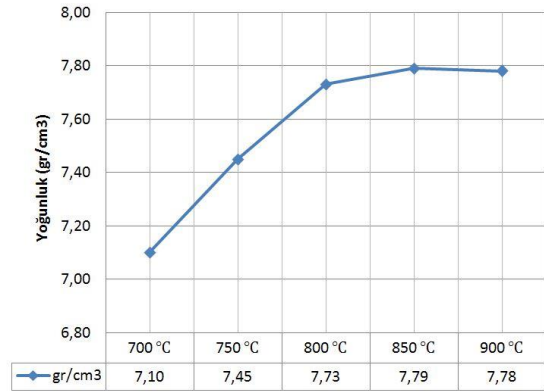
3.2 Yoğunluk ölçüm sonuçları

Üretilen numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları Şekil 3'deki grafikte gösterilmiştir. Grafikten de anlaşılacağı gibi sıcak pres sinterleme sıcaklığı arttıkça numunelerin yoğunluk değerleri de artmaktadır. Yoğunluk artışı 800 °C'de sinterlenen S3 numunesine kadar doğrusal bir şekilde artarken 850 °C'de

sinterlenen S4 numunesinde en yüksek değere ulaşmış 900 °C'de sinterlenen S5 numunesinde ise bir miktar azalmıştır. Sinterleme işlemi esnasında toz karışımı içerisinde bulunan Sn'nin sıvı faza dönüşmesi ve kalıplardan sızması nedeni ile yoğunlukta az miktarda azalma meydana gelmiştir. Üretilen segmentlerdeki porozite oranları Tablo 3'de gösterilmektedir. Tablodan anlaşılacağı üzere sinterleme sıcaklığındaki değişim ile segmentlerdeki yoğunluk ve buna bağlı olarak porozite miktarı büyük oranda değiştirilebildiği görülmüştür. Şekil 2'de mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde bu durum açıkça görülmektedir.

Tablo 3. Üretilen segmentlerin porozite oranları.

Numune Adı	S1	S2	S3	S4	S5
Porozite Oranı (%)	10,69	6,28	2,76	2,01	2,13

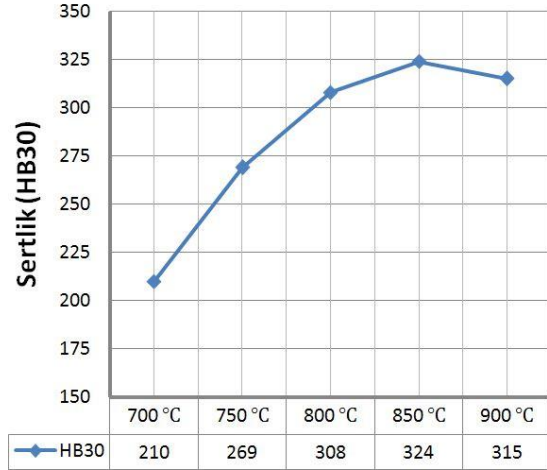


Şekil 3. Sinterlenmiş metal tozlarının yoğunluk ölçüm sonuçları

3.3 Sertlik ölçüm sonuçları

Üretilmiş olan segmentlerin HB 30 sertlik sonuçları Şekil 4'de gösterilmiştir. Grafik incelendiğinde sinterleme sıcaklığının artması ile numunelerin sertlik değerleride artmıştır. Fakat S4 numunesinde sertlik değeri 324 HB'den S5 numunesinde sertlik değeri 315 HB olarak bulunmuştur. Sertliğin azalmasıdaki neden yüksek sıcaklıktaki sinterleme işlemi neticesinde yapıda tane irileşmesinin meydana geldiği görülmüştür. [19] Şekil 2'de gösterilen S5 numunesini mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde bu durum açıkça görülebilmektedir. Ayrıca yüksek sıcaklıkta

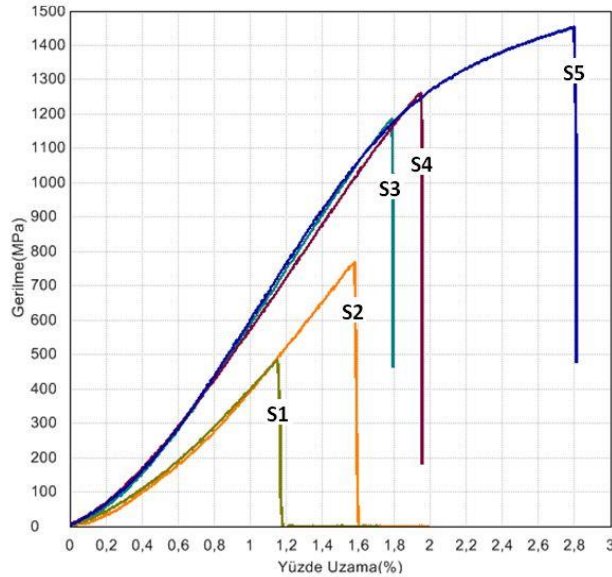
yapılan sinterleme işlemi sonucunda iç enerji azalarak tane irileşmesi yolu ile sertlik değerinde azalmaya neden olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 4. Sinterlenmiş metal tozlarının sertlik ölçüm sonuçları

3.4 Üç Noktalı eğme deneyi sonuçları

Yapılan sıcak pres sinterleme işlemleri sonrasında üretilen numunelerin 3 noktalı eğme dayanımları Şekil 5'deki grafikte görülmektedir. Grafik incelendiğinde yoğunluk ve sertlik ölçümü sonuçlarında olduğu gibi sinterleme sıcaklığının artması ile numunelerin 3 noktalı eğme dayanımının da arttığı görülmüştür.



Şekil 5. Üretilen numunelerin 3 noktalı eğme deneyi sonuçları

Numunelerin 3 noktalı eğme dayanımı sonuçları sırası ile 480, 760, 1190, 1265 ve 1446 MPa olarak bulunmuştur ve % uzama değerleri ise sırası ile %1,2-%1,6-%1,8-%1,9 ve %2,8 olarak bulunmuştur. Fakat 900 °C'de sinterlenmiş olan S5 numunesinde sertlik ve yoğunluk bir miktar azalmasına rağmen 3 noktalı eğme dayanımı daha da artmıştır. Bunun sebebi Şekil 2'de S5 numunesinin mikroyapı resminde açıkça görüldüğü gibi Cu'nun yapı içerisinde çözünmesi ile toz partikülleri arasında iç enerjinin azalması ve taneler arası bağların daha güçlü bir şekilde oluşarak yapıya daha yüksek bir 3 noktalı eğilme mukavemeti sağladığı görülmektedir. [20] Ayrıca bilindiği üzere Sn sıvı faz oluşması sonucunda grafit kalıplardan sızmış ve bu sayede taneler arasında bağlanma kuvveti daha da artmıştır. S1 numunesi ile S5 numunesi arasında yaklaşık olarak 3.5 kat daha fazla 3 noktalı eğilme mukavemeti değeri söz konusudur.

4.Sonuç Ve Öneriler

Yapılan çalışmada mekanik alaşımlama yöntemi ile imal edilen Fe esaslı alaşım toz kullanılarak başarılı bir şekilde sıcak presleme işlemi ile numuneler üretilmiş ve yapılan deneyler sonucunda aşağıdaki sonuçlara varılmıştır.

Kullanılan mekanik alaşımlanmış tozun sinterleme karakteristikleri artan sıcaklık ile birlikte gelişmektedir. En yüksek sertlik ve yoğunluk değeri 850 °C'de sinterlenen S4 numunesinde görülmüştür.

Co'a göre daha ucuz bir malzeme oluşu için Fe esaslı alaşım tozun imalat masrafları açısından avantaj sağlayacağı sonucuna varılmıştır.

Kesilecek taşın mukavemet özelliklerine göre sinterleme sıcaklıklarının artırılıp azaltılması ile matrisin kesim işlemi esnasında aşınma karakteristiklerini değiştirebileceği ve bu sayede farklı özellikte olan birçok doğal kayacın mekanik alaşımlama işlemi sonucu üretilmiş olan Fe esaslı tozun matris malzemesi olarak kullanılması ile etkin şekilde işlenebileceği sonucunu ortaya koymaktadır.

5. Kaynaklar

1. J.C. Sung, M. Sung, (2009). The brazing of diamond, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **27**, 382–393
2. E. Çelik, S. Islak, C. İlkıç, (2014). Production Of Matrices With Molybdenum As An Alternative To Matrices With Cobalt In Diamond Cutting Tools, *Materiali In Tehnologije*, **6**, 881-884
3. A. Ersoy, S. Büyüksağç, U. Atici, (2005). Wear characteristics of circular diamond saws in the cutting of different hard abrasive rocks. *Wear* **258**, 1422-36
4. G. Gelfusa, S. Turchetta, (2011). Cutting efficiency of circular diamond blade, *Euro PM Int. Conference-Hard Materials Congress and Exhibition, Barcelona, Spain.*
5. S.C. Tan, X.H. Fang, K.H. Yang, (2014). A new composite impregnated diamond bit for extra-hard, compact, and nonabrasive rock formation, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **43**, 186–192.
6. A.D.P. Barbosa, G.S. Bobrovnitchii, A.L.D. Skury, (2010). Structure, microstructure and mechanical properties of PM Fe–Cu–Co alloys, *Mater. Des.* **31**, 522–526.
7. J.L. Fan, X.H. Qu, B.Y. Huang, (1999). Activated sintering process of a tungsten heavy alloy, *Rare Met. Mater. Eng.* **28**, 316.
8. P. Han, F.R. Xiao, W.J. Zou, et al., (2014). Influence of hot pressing temperature on the microstructure and mechanical properties of 75%Cu–25%Sn alloy, *Mater. Des.* **53**, 38–42
9. C. Suryanarayana, (2001). Mechanical alloying and milling, *Prog. Mater. Sci.* **46**, 1-184
10. H.Y. Zhao, W.M. Wang, Z.Y. Fu, H. Wang, (2009). Thermal conductivity and dielectric property of hot-pressing sintered AlN-BN ceramics composites, *Ceram. Int.* **35**, 105–109.
11. H.C.P. de Oliveira, S.C. Cabral, R.S. Guimaraes, G.S. Bobrovnitchii, M. Filgueira, (2009). Processing and characterization of a cobalt based alloy for use in diamond cutting tools, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* **40**, No. 12
12. M. Filgueira, D.G. Pinatti, (2003). *Journal of Materials Science Forum*, **228**, 416 – 418
13. A. Yabuki, K. Okumura, I.W. Fathona, (2014). Transparent conductive coatings of hotpressed ITO nanoparticles on a plastic substrate, *Chem. Eng. J.* **252**, 275– 280.
14. K.V. Manukyan, S.V. Aydynyan, K.G. Kirakosyan, S.L. Kharatyan, G. Blugan, U. Müller, J. Kuebler, (2008). Molten salt-assisted combustion synthesis and characterization of MoSi₂ and MoSi₂-Si₃N₄ composite powders, *Chem. Eng. J.* **143**: 331–336.
15. F. Monteverde, V. Medri, A. Bellosi, (2002). Microstructure of hot-pressed Ti(C,N)- based cermets, *J. Eur. Ceram. Soc.* **22**, 2587–2593.
16. J.F. Sun, F.M. Zhang, J. Shen, (2003). Characterizations of ball-milled nanocrystalline WC–Co composite powders and subsequently rapid hot pressing sintered cermets, *Mater. Lett.* **57**, 3140–3148.
17. J.M. Torralba, M. Campos, (2014). Toward high performance in powder metallurgy, *Rev. Metal.* **50**
18. W. Chen, Zh Fu, S. Fang, Y. Wang, H. Xiao, D. Zhu, (2013). Processing, microstructure and properties of Al_{0.6}CoNiFeTi_{0.4} high entropy alloy with nanoscale twins, *Mater. Sci. Engin. A* **565**, 439-444
19. E. Çelik, (2009). Elmaslı Kesici Takımlarda Alternatif Bağlayıcılar, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi
20. R.M. German, (1996). *Sintering and Practice*, Wiley, New York