

# MİKRODALGA İLE SİNERLENMİŞ Fe KOMPAKTLARDA Cu DAĞILIMI

Murat Kuşoğlu

Kazım Önel

Monica Willert-Porada

Dokuz Eylül Üniversitesi

Dokuz Eylül Üniversitesi

Bayreuth Üniversitesi

## Özet

Su atomize demir tozları farklı oranlarda gaz atomize bakır tozları ile V-tipi karıştırıcıda 15 rpm devirde 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. Yağlayıcı olarak %1 oranında Acrawax kullanılmıştır. Karışım toz 600 MPa'da sıkıştırılarak 6,35\*12,8\*31,8 mm boyutlarında 3-nokta eğme (Transverse Rupture Strength) numuneleri oluşturulmuştur. Numuneler, 30 dakika 1150 °C'de 90% N<sub>2</sub> -10% H<sub>2</sub> atmosferinde geleneksel ve mikrodalga yöntemleri ile sinterlenmiştir. Mikroyapı ve yüzey morfolojileri SEM ve EDS ile analiz edilmiş ve 3-nokta eğme mukavemeti belirlenmiştir. Civa porozimetre ile numunelerin porozite miktarları ölçülmüştür.

## Giriş

Toz Metalurjisi (TM), metal tozların üretilmesinden bunların faydalı mühendislik parçalarına dönüşümünü içeren bir üretim yöntemidir. Demir ise bu mühendislik yapılarının imalatında kullanılan temel elementtir. Bu malzeme nispeten düşük çekme mukavemeti ve yüksek tokluk isteyen uygulamalarda daha faydalıdır. Sıkıştırılmış tozların sinterlenmesi TM'nin en kritik ve komplike prosesi olduğu için demir bazlı kompaktların yoğunlaşma davranışının anlaşılması önem arz etmektedir. Demir bazlı kompaktların sinterlenme mekanizmasının anlaşılması için birçok çalışma yürütülmüştür [1]. Alaşımız demirlerin sinterlenmesi indirgen yada inert atmosferde 1150 °C 'nin altında yada üzerindeki bir sıcaklıkta gerçekleştirilebilmektedir. TM parçaların imalatında sinterleme döngüsü en çok zaman ve enerji kaybının gerçekleştiği durumdur. Dolayısıyla bu döngüde zaman veya enerji sarfiyatındaki düşüş parça maliyetini düşürerek özkaynak sarfiyatın azaltılmasında katkı sağlayacaktır. Son yıllarda mikrodalga (MW) enerjisi üzerine yapılan çalışmalar bu enerjinin bir üretim teknoloji olarak kullanılabileceğini vurgulamaktadır. Mikrodalga enerjisi üzerine yapılan araştırmalar bu yöntemin TM parçaların sinterlenebilirliğinde de kullanılabileceğini göstermektedir [1-7]. Bu teknik ile zaman ve enerji tasarrufu sağlanabileceği düşünülmekte ve deneysel

çalışmalarla desteklenmektedir. Diğer taraftan, bu enerji ile ısıl proses (kalsinasyon, sinterleme vb.) görmüş malzemelerin geleneksel ısıl proses tekniklerine nazaran daha iyi mikroyapı ve mekanik özelliklere sahip olduğu da literatürde vurgulanmaktadır [6-9]. Bu çalışmanın amacı ağırlıkça % 2, 3, 4, 8, 10, 12 oranında Cu ile alaşımlandırılmış Fe kompaktların mikrodalga enerjisi ile sinterlenebilirliğini inceleyip irdelemektir. Geleneksel ve mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların mikroyapı ve mekanik özelliklerinin kıyaslanması için taramalı elektron mikroskopu (SEM), enerji dağılımlı spektroskopisi (EDS), civa porozimetre ve 3-nokta eğme deneyleri yapılmıştır.

## Deneysel prosedürler

Deneysel çalışmalarda kullanılan demir tozlar (99,9%, d<sub>50</sub>= 87µm, Högenas) ağırlıkça % 2, 3, 4, 8, 10, 12 oranlarında gaz atomize Cu tozları (d<sub>50</sub>= 32µm, Sentebir, İzmir) ve yağlayıcı olarak ağırlıkça %1 Acrawax C ile V-tipi karıştırıcıda 15 rpm 'de 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. Karışım tozlar ASTM standartına uygun 3-nokta eğme numunesi ebatında 600 MPa ile sıkıştırılmıştır. Numuneler mikrodalga ısıtma ve geleneksel tüp fırında indirgen atmosferde sinterlenmiştir. GS için ısıtma rejimi 10°C/dk ve MDS için 20-30°C/dk olarak set edilmiştir. GS kuvars tüp içinde, MDS ise kutu tipi "Hot Wall Resonator" Molibden fırında gerçekleştirilmiştir. Mikrodalga fırın 9 kW çıkış gücünde ve 2.45 GHz frekansında olup mikrodalga 2 dikdörtgen dalga kılavuzundan fırın içine beslenmiştir. MDS'de numuneler 150°C'de fırın yalıtım malzemelerinin nemini gidermek için bekletilmiştir. Numuneler mikrodalga geçirgen termal yalıtım malzemesinin içinde 0,2 m<sup>3</sup> Mo haznenin içine Şekil 1 deki gibi yerleştirilmiştir. SiC plakanın üzerine yerleştirilen AlN plaka numune altlığı olarak kullanılmıştır. SiC mikrodalga absorblayıcı özelliği ile destek ısı elemanı olarak kullanılmıştır. AlN ise iyi ısıl geçirgenliği özelliği ile SiC plakadan aldığı ısıyı numuneye iletmek ve SiC ile numune arasında oluşması muhtemelen arklarını önüne geçmek için kullanılmıştır. MDS esnasındaki sıcaklık ölçümleri pirometre (Keller PZ20 AF1, 200-2000°C) ile yapılmıştır. GS esnasında yağlayıcı giderme için numuneler 600°C'de 15 dakika bekletildikten sonra hedef sinterleme sıcaklığına çıkılmıştır. Her iki yöntemde de sinterleme 90% N<sub>2</sub> - 10% H<sub>2</sub> atmosferinde 30 dakika 1150°C'de gerçekleşmiştir. Her bir parametreye ait numunelerin merkezini ortaya çıkaran simetrik kesitinin yüzey morfolojileri SEM (Taramalı Elektron Mikroskopu) ile gözlemlenmiştir. Sinterlenmiş numunelerin porozite seviyeleri civa porozimetre cihazı ile hesaplanmıştır. 3-nokta eğme (Transverse Rupture Strength (TRS)) deneyi ASTM B 528 standartında belirtilen şartlarda yapılmıştır. Desteklerin ve üst iticinin çapları 3 mm'dir. Eğme esnasında kırılma gözlemlenene kadar üst

punchın hızı 2,54 mm/dk olarak set edilmiştir. 3-nokta eğme değerleri aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır :

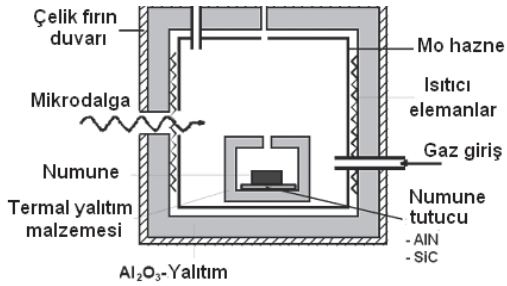
P : Maksimum yük

L : Destekler arası mesafe olan 25,4 mm

t : Numune kalınlığı

w : Numune genişliği

$$TRS = 3 \times P \times L / 2 \times w \times t^2 \quad (1)$$

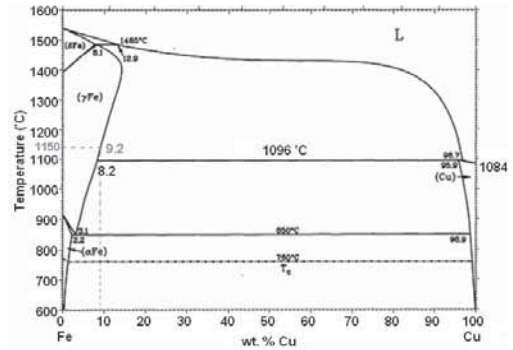


Şekil 1. Mikrodalga sinterleme düzeneğinin şematik gösterimi

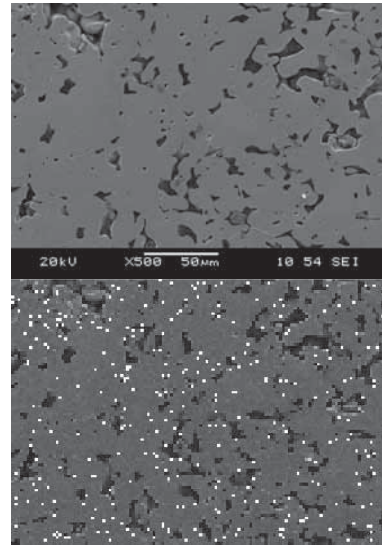
## Sonuçlar ve irdelemeler :

Her bir kompozisyon ve sinterleme yöntemine ait numunelerin kesit morfolojileri Şekil 3'deki gibi SEM ve EDS ile karakterize edilmiştir. Her bir kompozisyon için por yapıları ve dağılımları farklıdır. Ağırlıkça %8 Cu katkısına kadar ki kompozisyonları karakterize eden EDS görüntüleri, aynı numuneye ait SEM fotoğraflarının altına iliştilmiştir. EDS görüntülerindeki beyaz noktalar Fe içinde dağılmış olan Cu elementini temsil etmektedir. Bakırın demir içinde çözünürlük sınırına kadar ki EDS görüntülerinde bakırın demir içinde homojen dağıldığı gözlenmiştir. Şekil 2 deki Fe-Cu faz diyagramına göre, 1150 °C'de bakırın demir içindeki maksimum çözünürlüğü yaklaşık % 9,2'dir. Bu çözünürlüğün üzerinde Cu içeren alaşımlarda, sıvı fazlı sinterleme gerçekleşmektedir. Sinterleme esnasında yaklaşık 1083 °C'de ergiyen bakır küçük demir tanelerini çözerek yapıdaki tane sayısını azaltmakta buda tane büyümesini desteklemektedir. Şekil 4'te görüldüğü gibi kısmi sıvı sinterleme ile; çözeltinin katılaşma esnasında yeniden çökmesi ile daha iyi bir düzene girmiş iri taneler oluşmuş ve sıvı bakır küçük porları doldurarak nispeten oval şekilli bakırca zengin tanelerin arasında katılmıştır. Şekil 5'te görüldüğü gibi tane irileşmesi kırılma mukavemetini düşürmektedir. Bu çözelti-yeniden kristalleşme olgusu esnasında küçük porlar eriyik bakırla dolmuştur. Diğer porlar ise tane irileşmesi esnasında bir araya gelmiş ve yeniden çökme esnasında daha iri ve ovalaşmış porları oluşturmuştur. Şekil 3'de görüldüğü gibi, mikrodalga ile sinterlenmiş numunelerde geleneksel sinterlenmişlere nazaran daha küçük ve ovalaşmış porlar yapı içinde homojen dağılım göstermektedir. Bu da mukavemet değerlerinin geleneksel sinterlemeye nazaran daha

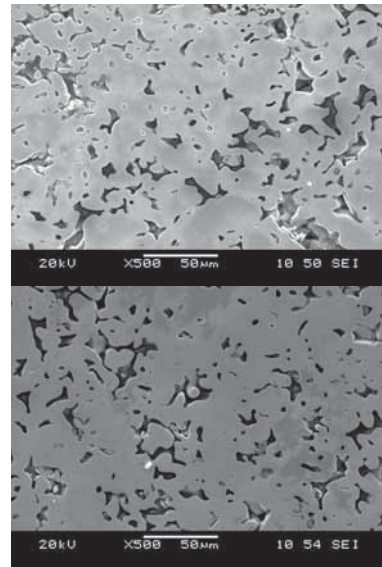
yüksek olmasının bir sebebidir.



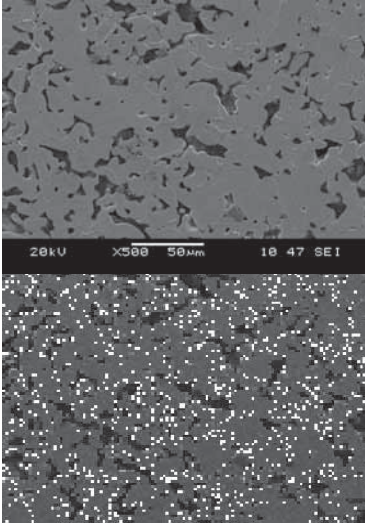
Şekil 2. Fe-Cu faz diyagramı [ASM HandbookVol. 3 Alloy phase diagrams]



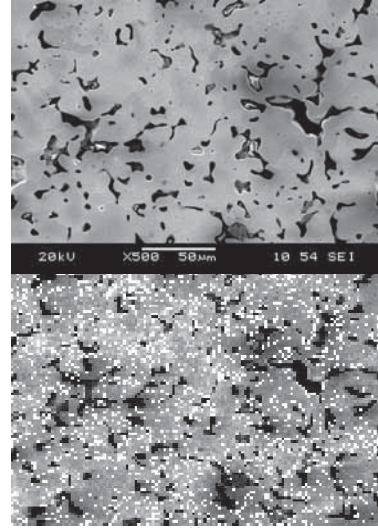
(a)



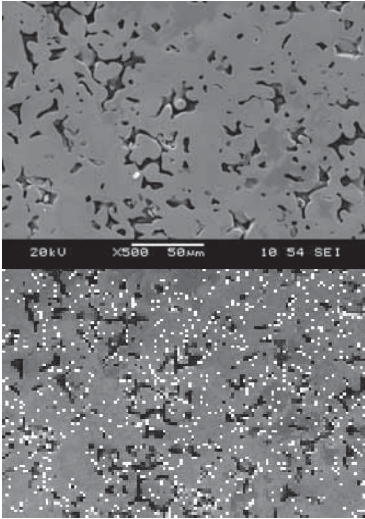
(b)



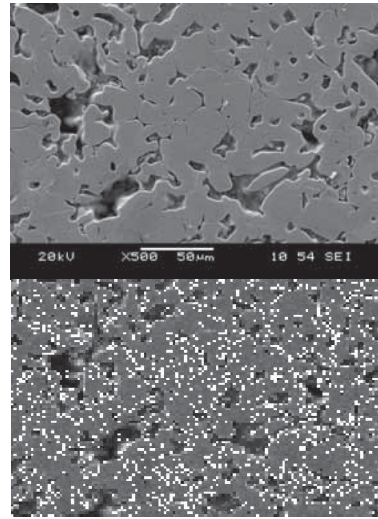
(c)



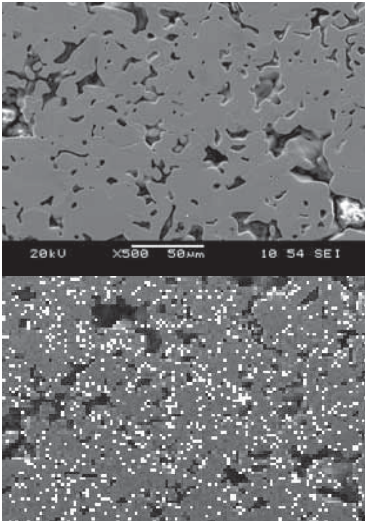
(f)



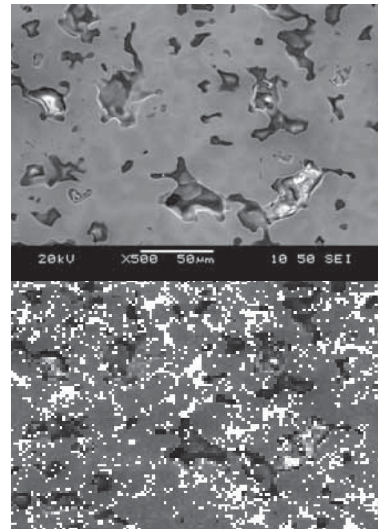
(d)



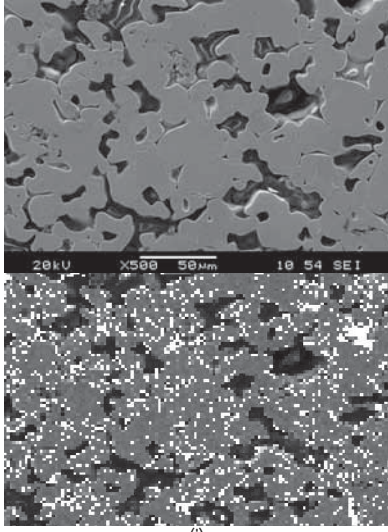
(g)



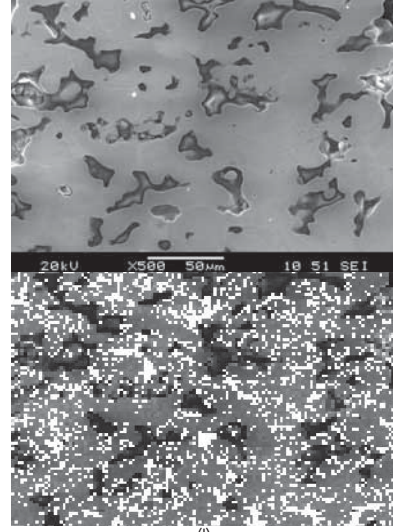
(e)



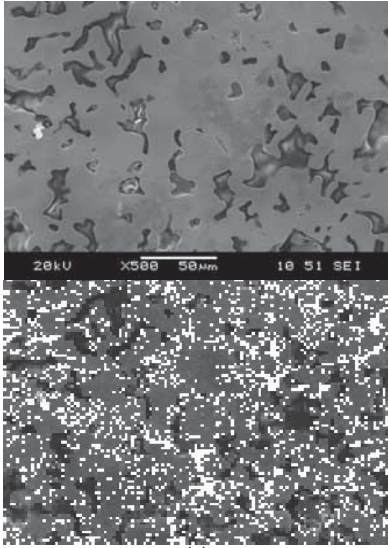
(h)



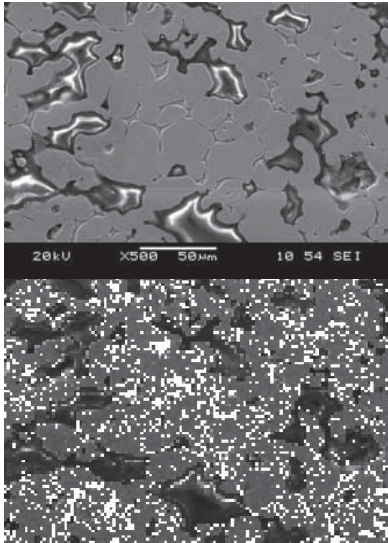
(i)



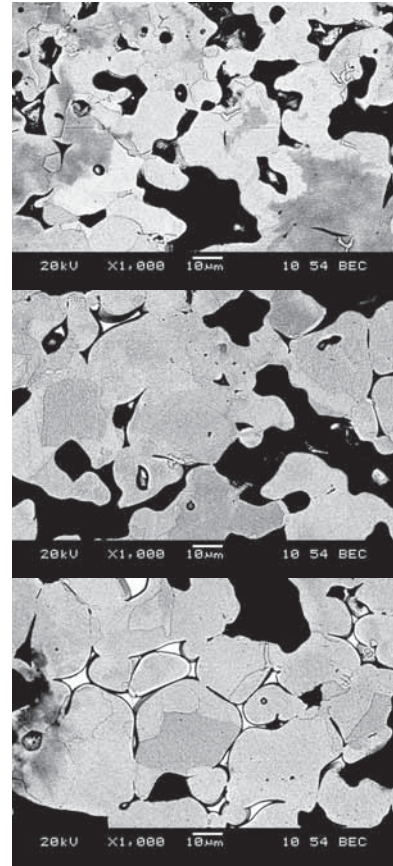
(j)



(k)

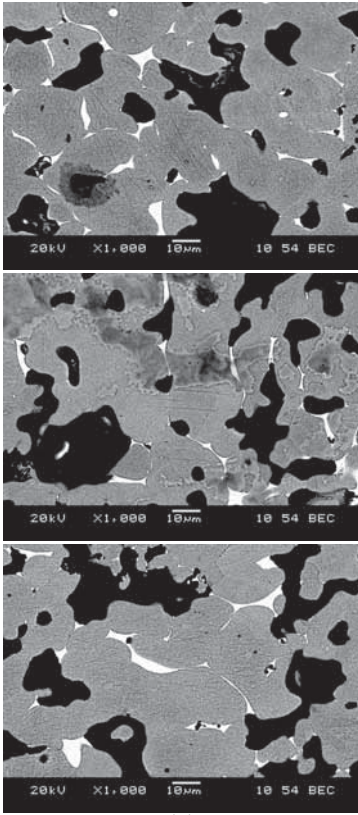


(l)



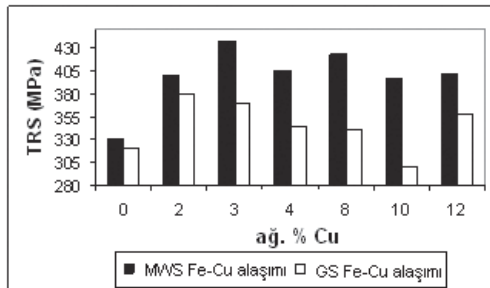
(a)

**Şekil 3.** Sinterlenmiş numunelerin kesitinden incelenmiş SEM morfolojileri ve EDS analizleri. Sol kolondaki şekiller geleneksel sinterlemeye, sağ kolondakiler ise mikrodalga sinterlemeye sırasıyla (a,b) %2 Cu, (c,d) %3 Cu, (e,f) %4 Cu, (g,h) %8 Cu, (i,j) %10 Cu ve (k,l) %12 Cu alaşımlarına aittir .

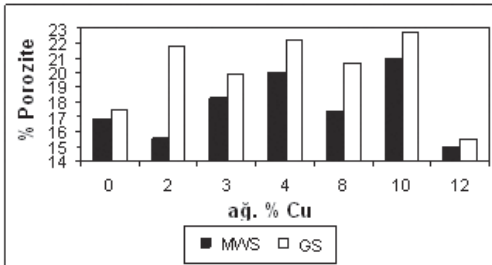


(b)

**Şekil 4.** Sırasıyla ağırlıkça % 8, 10 ve 12 Cu içeren Fe alaşımların Geri Saçılmış Elektron modundaki SEM morfolojileri (a) Geleneksel sinterleme ve (b) Mikrodalga sinterleme.



**Şekil 5.** Sinterlenmiş numunelerin 3-nokta eğme mukavemet değerleri.



**Şekil 6.** Geleneksel ve mikrodalga ile sinterlenmiş kompaktların porozite değerleri

Şekil 5'de görüldüğü gibi, aynı kompozisyondaki numunelerde mikrodalga ile sinterleme sonucunda daha yüksek mukavemet değerleri elde edilmiştir. Civa porozimetre sonuçları Şekil 6'da verilmiştir. Bu sonuçlar mikrodalga ile sinterlenmiş numunelerde daha az porozite oranı ölçülmüştür. Porozite miktarındaki düşüş daha yoğun numunelerin oluştuğunu dolayısıyla mukavemetini arttırdığını göstermektedir. Birçok sıvı faz sinterleme sistemde sıvı faz tüm porları dolduramamaktadır. Çözelti-yeniden çökeltme esnasında katı tanelerin irileşmesi esnasında tane şekli minimum enerji düzenine göre küreselleşme eğilimine girerek boşlukları daha iyi doldurmaktadır. Bu durum, sıvı fazın kalan porlara yayılımını arttırmaktadır. Fakat büyük porlar daha düşük kapiler basınca sahip olduğu için sıvı faz tarafından doldurulması zordur. Dolayısıyla kısmi sıvı faz sinterlenmiş numunelerde Şekil 4'teki gibi bir yapı ortaya çıkmaktadır. Tüm bu mekanizmalara ek olarak, toplam por hacmi, por boyut dağılımı ve porozite morfolojisi nihai mekanik özellikleri etkilemektedir. Aynı por hacminde, küçük porlar iri porlara nazaran daha iyi mukavemet değerleri göstermektedir. Benzer şekilde, yüksek sinterleme sıcaklıklarında veya kısmi sıvı faz sinterleme esnasında oluşan ovalaşmış porlar, keskin uçlu, şekilsiz porlara nazaran daha iyi mukavemet değerleri göstermektedir.

## Sonuç

Alaşımsız ve alaşımlı Fe kompaktlar maksimum 1000 Watt'lık bir mikrodalga enerjisi kullanarak 20-30 °C/dk ısıtma hızı ile sinterlenmiştir. Mikrodalga ile sinterlenmiş numuneler geleneksel sinterlemeye nazaran daha yüksek mukavemet değerleri sergilemiştir. En yüksek mukavemet değeri ağırlıkça %3 Cu içeren alaşım için 438 MPa olarak hesaplanmıştır. Bu değer, geleneksel sinterleme ile elde edilmiş numuneden yaklaşık %20 oranında daha yüksektir. Civa porozimetri sonuçlarında mikrodalga ile sinterlenmiş numunelerin nihai yoğunluğunun daha yüksek olduğunu göstermektedir. Mikroyapı incelemeleri %8-12 arasında Cu katkısı kısmi sıvı faz sinterlemeyi desteklemektedir. Cu yapı içerisinde ağırlıkça %8 Cu alaşımına kadar homojen bir dağılım göstermiştir. Mikroyapılar, çözelti ve yeniden çökeltme aşamaları sonucunda yapıda irileşmiş ve

ovallaşmış bakırca zengin demir fazının oluştuğunu ve katı çözünürlüğün üzerindeki bakır fazının bu taneler arasında katılaştığını göstermektedir.

## Referanslar

[1] F. Petzoldt, B. Scholz, H. S. Park and M. Willert-Porada, "Microwave sintering of PM steels", Advances in Microwave and Radio Frequency Processing Report from the 8th International Conference on Microwave and High Frequency Heating held in Bayreuth, Germany, September 3-7, 2001

[2] K. Saitou, "Microwave sintering of iron, cobalt, nickel, copper and stainless steel powders", Scripta Materialia 54 (2006) 875-879

[3] M. Willert-Porada, H.-S. Park, "Heating and sintering of steel powders with microwaves at 2.45 GHz Frequency – Relation between heating behaviour and electrical conductivity, Ceram. Trans., Vol. 111, 459-471, 2001

[4] C. Leonelli, P. Veronesi, L. Denti, A. Gattob, L. Iuliano, "Microwave assisted sintering of green metal parts", Journal of materials processing technology 205 (2008) 489-496

[5] A. Taskinen, M.H. Tikkanen and G. B. Bockstiegel, Scandinavian Journal for Powder Metallurgy, 10, 1981, 55

[6] I.M.Kusoglu, K.Onel, M.Willert-Porada, "Microwave assisted sintering of Iron compacts", 5th International Powder Metallurgy Conference, 8-10 October 2008 Ankara, Turkey

[7] A. N. M. Negari, R. S. Mamoo, A. Simchi, N. Ehsani, "Determination of the physical and mechanical properties of iron-based powder materials produced by microwave sintering", Powder Metallurgy and Metal Ceramics, Vol. 46, Nos. 9-10, 2007

[8] Y. Peng, J. Yi, S. Luo, Y. Guo, L. Li, "Microstructure analysis of microwave sintered ferrous PM alloys", Journal of Wuhan University of Technology-Matter Sci. Ed. Vol. 24, No.2, April 2009

[9] H. Danninger, G. Jangg, B. Weiss, and R. Stickler. "Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Iron, Part I, Powder Metal. Int., Vol 25 (No. 3), 1993, p. 111-117