

**KIRKA BOR MİNERALİNİN KİMYASAL METOD
İLE NİKEL KAPLANARAK KOMPOZİT MALZEME
ÜRETİMİ VE MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

DERYA AKIN

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL

METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

HAZİRAN

2008

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**KIRKA BOR MİNERALİNİN KİMYASAL METOD
İLE NİKEL KAPLANARAK KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ VE
MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

DERYA AKIN

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL

METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI

HAZİRAN

2008

Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL danışmanlığında, Derya AKIN tarafından hazırlanan “Kırka Bor Mineralinin Kimyasal Metot İle Nikel Kaplanarak Kompozit Malzeme Üretimi Ve Mekaniksel Özelliklerini Araştırılması” başlıklı bu çalışma, lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca,/...../2008 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Metal Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak oybirliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Ünvanı, Adı, SOYADI

İmza

Başkan

Üye

Üye

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetin Kurulu’nun
...../...../..... Tarih ve
... Sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Doç. Dr. Zehra BOZKURT
Enstitü Müdürü

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KIRKA BOR MİNERALİN KİMYASAL METOD İLE NİKEL KAPLANARAK KOMPOZİT MALZEME ÜRETİMİ VE MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİNİ ARAŞTIRILMASI

DERYA AKIN

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Metal Eğitimi Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. AYHAN EROL

Bu çalışmada Kırka Bor mineralinin Nikel ile kaplanması sonucu seramik metal kompozit üretimi ve mekaniksel özelliklerinin araştırılması hedeflenmiştir. Yapılan çalışmada ağırlıkça % 70 Bor Minerali (Tinkal), % 30 Nikel Klorür kullanılmıştır. Bor elementi kimyasal metotla (electroless nikel kaplama) Nikel kaplandıktan sonra toz metalürjisi yöntemiyle kompozit malzeme üretilmiştir. Elde edilen numuneler 900 – 1000 – 1100 – 1200 – 1300 °C ‘de Argon atmosferinde sinterlenmiştir. Kaplama yapıldıktan sonra sinterleme sonrası numunelere XRD, SEM ve EDX analizleri yapılarak karakterize edilmiştir.

Sinterleme sonrası numuneler Shimadzu AG - IS 100 KN, çekme cihazında basmaya tabi tutularak basma mukavemetleri ve mikro sertlikleri Shimadzu HVM2L cihazında ölçülerek mekaniksel özellikleri araştırılmıştır.

2008 – 50

Anahtar Kelimeler: Toz Metalürjisi, Kompozit Malzemeler, Elektrik Akımsız Nikel Kaplama

PRODUCING OF COMPOSITES MATERIALS BY MATERIALS BY USING CHEMICALLY NICKEL COATING OF KIRKA BOR MINERALS AND INVESTIGATION OF THEIR MECHANICAL PROPERTIES

ABSTRACT

In this study, the aim is to produce ceramic metal composite from coating Kirka boron mineral with nickel and to investigate its mechanical properties. In study, in weight 70% boron mineral (Tincal) and nickel chloride 30% was used. After elemental boron was coated with nickel by chemical method, composite material was produced by powder metallurgy method. Produced samples were sintered at 900–1000–1100–1200–1300 °C under Ar atmosphere. Then, these samples were analyzed by XRD, SEM and EDX.

After sintering, mechanical properties were investigated. Print resistance of sample were collected on a Shimadzu AG-IS 100 KN and micro hardness of samples were carried out using Shimadzu HVM2L.

2008-50

Anahtar Kelimeler : Powder metallurgy, composite material,

TEŞEKKÜR

Hazırladığım bu tez çalışmasında, benden yardımını ve desteğini esirgemeyen danışmanım Yrd. Doç. Dr. Ayhan EROL' a en derin teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Deneysel çalışmalarım sırasında yakından ilgilenen Öğr. Grv. Ahmet Yönetgen, Arş. Grv. Fatih Çolak, Arş. Grv. Rıza Kara, Arş. Grv. İbrahim Güneş, Arş. Grv. Yusuf Kayalar ve Teknisyen Birol EROL' a, bana her zaman destek olan bütün hocalarıma ve arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Ayrıca benden hiçbir konuda desteğini esirgemeyen aileme de teşekkürlerimi sunarım.

.

DERYA AKIN

İÇİNDEKİLER

ÖZET

ABSTRACT

TEŞEKKÜR

İÇİNDEKİLER

ŞEKİLLER DİZİNİ

ÇİZELGELER DİZİNİ

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	2
2.1. Toz Metalurjisi	5
2.1.1. Toz üretimi	6
2.1.1.1. Öğütme	6
2.1.1.2. Elektroliz	7
2.1.1.3. Kimyasal indirgeme	7
2.1.1.4. Atomizasyon	8
2.1.2. Toz Özellikleri	9
2.1.3. Toz Metalurjisi ile Parça Üretimi	9
2.1.3.1. Karıştırma	10
2.1.3.2. Presleme	10
2.1.3.3. Sinterleme	11
2.2. Kompozit Malzemeler	11
2.2.1. Kompozit Malzeme Türleri	12
2.2.1.1. Metal Matrisli Kompozitler	12
2.2.1.2. Polimer Matrisli Kompozitler	13
2.2.1.3. Seramik Matrisli Kompozitler	13
2.3. Kompozit Malzemelerin Avantajları	13
2.4. Kompozit Malzemelerin Dezavantajları	14
2.5. Kompozit Malzeme Üretim Yöntemleri	14

2.6. Kompozit Malzemelerde Kaplama	15
2.6.1. Kimyasal Kaplama (Electroless Kaplama)	15
2.6.2. Elektrolitik Kaplam	16
2.7. Kullanılan Malzemeler	17
2.7.1. Bor	17
2.7.1.1. Bor Kullanım Alanları	19
2.7.2. Nikel	23
2.7.2.1 Nikel Kullanım Alanları	24
3. MATERYAL METOT	24
3.1. Boraks (Tinkal)	24
3.2. Numunelerin Hazırlanması	25
3.2.1. Electroless (Elektrik Akımsız) Nikel Kaplama İşlemi	25
3.2.2. Deneyisel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	26
3.2.2.1. Presleme	26
3.2.2.2. Sinterleme	27
3.2.2.3. Yoğunluk Hesabı	27
3.2.2.4. Vickers Mikrosertlik Cihazı	28
3.2.2.5. SEM-EDX Analizi	28
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	29
4.1. Fiziksel Özelliklerin İncelenmesi	29
4.2. Mekaniksel Özelliklerin İncelenmesi	33
4.2.1. Vickers Mikrosertlik Sonuçları	35
4.3. Metalografik Özelliklerin İncelenmesi	37
4.3.1. EDX (Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi) Analizleri	37
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	44
5.1. Sonuçlar	44
5.2. Öneriler	46
6. KAYNAKLAR	47

7. ÖZGEÇMİŞ
8. EKLER

EKLER

Dış Kapak	x
İç Kapak Sayfası	xi
Onay Sayfası	xii
Kaynaklar Bölümü	xiii
Özgeçmiş Sayfası	xiv

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1	Mekanik öğütme ile toz üretiminin şematik gösterimi	7
Şekil 2.2	Atomizasyon yöntemi	8
Şekil 2.3	Elektrolitik kaplama banyosu	17
Şekil 2.4	Bor'un kristal yapısı	18
Şekil 3.1	Boraks' ın mineral şekli	24
Şekil 3.2	Hidrolik pres	27
Şekil 3.3	Tüp fırın	27
Şekil 4.1	Yoğunluk-sıcaklık değişim eğrisi	32
Şekil 4.2	Basma mukavemeti deneyi grafikleri	33
Şekil 4.3	Basma mukavemetinin sıcaklıkla değişim eğrisi	34
Şekil 4.4	% Ağırlık kaybı	34
Şekil 4.5	Mikrosertlik-Sıcaklık değişimi	36
Şekil 4.6	%70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 900C°	37
Şekil 4.7	%70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1000C°	38
Şekil 4.8	%70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1100C°	39
Şekil 4.9	%70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1200C°	40
Şekil 4.10	%70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1300C°	42
Şekil 4.11	%70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1300C°	43

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Nikel'in özellikleri	23
Çizelge 3.1. Tinkal'ın özellikleri	25
Çizelge 3.2. B+ Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun kimyasalları ve oranları	26
Çizelge 4.1. Numune özellikleri	29
Çizelge 4.2. Farklı sinterleme sıcaklığındaki numunenin mikro sertlik değerleri	35

KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklamalar</u>
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
EDX	Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi
EN	Electroless Nickel
GSFS	Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi
HIP	Sıcak İzostatik Presleme
HRA	Rockwell A Sertlik
HRC	Rockwell C Sertlik
HV	Vickers Sertlik
MMK	Metal Matrisli Kompozitler
SEM	Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskop)
STA	Simultane Termal Analiz
TEM	Transmission Electron Microscope (Geçirimli Elektron Mikroskop)
TG	Termo Gravimetre (Isı Altında Ağırlık Değişimi)
XRD	X Işını Kırınım

1. GİRİŞ

Birbirlerinin zayıf yönlerini düzelterek daha üstün özellikler elde etmek amacıyla bir araya getirilmiş değişik tür malzemelerden veya fazlardan oluşan sisteme “Kompozit Malzemeler” denir. Günümüz teknolojisinin hızla ilerlemesiyle havacılık, uzay ve otomotiv endüstrilerinde kullanılmak üzere hafif aynı zamanda üstün özelliklere sahip olan kompozit malzemelere olan ihtiyaç hızla artmıştır. Bu nedenle bilim adamları kompozit malzeme üretiminde yeni yöntemler araştırmaya başlamışlardır.

Kompozit malzemelerin birçok avantajı vardır. Esneklik, yüksek aşınma ve korozyon direnci, uzun yorulma ömrü bu avantajların en başında gelmektedir. Saydığımız bu avantajlarının yanında dezavantajlarını da saymak mümkündür. Kompozit malzemedeki en önemli dezavantaj maliyettir. Kompozit malzemelerin üretim maliyetinin yüksek olması, ticari olarak kullanım alanlarını daraltmaktadır.

Kompozit malzemeleri kendi aralarında sınıflandırmak mümkündür. Takviye fazının şekline göre sürekli ve süreksiz kompozitler olmak üzere ikiye ayrılabilir. Sürekli takviye malzemeleri, süreksiz takviye malzemelerine göre daha pahalı ve üretimi de oldukça zor olan malzemelerdir. Fakat süreksiz takviyeli kompozit malzemelerden daha yüksek dayanım sergilemektedirler. Sürekli takviye malzemeler fiberler ve metalik tellerdir. Bu tür takviyelendirilmiş malzemeler yüksek dayanımın istendiği uzay-havacılık endüstrisinde kullanılmaktadır. Kompozit malzemeler matris fazına göre de polimer, seramik ve metal matrisli malzemeler olarak sınıflandırılırlar. Son yıllarda metal matrisli kompozit malzemelerin ticari olarak kullanım alanları hızla artmaktadır. Metal matrisli kompozit malzemenin metal ve alaşımlarına göre en önemli avantajı, yüksek mekanik özellikleri, aşınma direnci ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıklarda muhafaza edebilmeleridir. (Yılmaz ve Akbulut 1994)

Toz metalürjisi, çeşitli metal işleme teknolojileri arasında en farklı üretim tekniğidir. Yüksek kaliteli ve karmaşık parçaların ekonomik olarak üretilebilmesi, toz metalürjisini cazip kılmaktadır. Toz Metalürjisi farklı boyut, şekil ve paketlenme özelliğine sahip metal tozlarını sağlam, hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştürür. Bu işlem;

şekillendirme veya presleme ve daha sonra parçacıkların sinterleme yolu ile ısıtılma ve bağlanması basamaklarını içerir.

Bu çalışmada üretim metodu klasik toz metalürjisi yöntemi dışında bir teknik kullanılmıştır. Yani seramik tozların metal tozu ile karıştırılması yerine seramik tozlarının metal tozu ile kaplanması şeklinde yapılmıştır. Burada kaplama tekniği olarak kimyasal yolla kaplama (electroless kaplama) tekniği kullanılmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

Electroless kaplama ile ilgili daha öncede yapılmış birçok çalışma vardır. Bu çalışmalar;

- Kretz, Gacsi, Kovacs ve Pieczonka, silisyum karbür (SiC) partiküllerini electroless (elektrik akımsız) kaplama yöntemi ile nikel kaplamışlardır. Çalışmada üç farklı silisyum karbür kullanılmıştır. Kaplama işlemine, silisyum karbür partiküllerinin ilave edilmesiyle aşınmanın azaldığı görülmüştür. Partikül dağılımına bakıldığında yeniden güçlendirilmiş kompozitlerin kaplanmış ve kaplanmamış malzemeleri arasında önemli bir fark olmadığı görülmüştür.
- Chen, Cao, Xu ve Zhu, silisyum karbür tozlarına electroless kaplama yöntemi ile nikel kaplamışlardır. Energy dispersive spectrometry (EDS) ile yapılan çalışmada nano boyuttaki silisyum karbür partiküllerinin davranışlarında electroless nikel kaplamanın önemli bir etkisinin olduğu görülmüştür. Electroless nikel kaplama sonucunda küçük karbürlerin Transmission Electron Microscope (TEM)' ta atomik yapıları incelenmiş ve kaplanmış silisyum karbür partiküllerinin çok sıkı olduğu görülmüştür.
- Vélez ve arkadaşları, tungsten karbür tozlarına electroless kaplama yöntemi ile nikel kaplamışlardır. Tungsten karbür kompozitinin sıvı faz sinterlemesinde farklı sıcaklıkları denemişlerdir. Denemelerinde 1150 °C' de sertliğin maksimum 78 HRA olduğu ve yoğunluk hesaplamasında ise 1100 °C' de 12, 75 g/ cm³ olduğunu bulmuşlardır.
- Malecki ve Micek-Ilnicka, asit banyosu yardımı ile elektrik akımsız nikel kaplama durumunu araştırmışlardır. Bu reaksiyonun kinetik durumları incelenerek, banyo için deneysel bir eşitlik geliştirmişlerdir. Sonuç olarak hidrofosforit iyon bağlantılarının artması, pH değerinin artmasını sağlamaktadır. Kaplama oranının artması sıcaklıkla ilişkilendirilebilir. Aynı zamanda asetik asidin bağlantılarındaki artış, kaplama oranının azalmasına sebebiyet

vermektedir. Bu etki nikel ve hidrofosforitin iyon bağlarındaki azalmayla ifade edilmektedir.

- Di Giampaolo, Ordonez, Gugliemacci, Lira, metal karbürlerin elektrik akımsız kaplama yöntemiyle nikel-boron kaplanması üzerinde bir çalışma yapmışlardır. Çalışmada nikel- boron kaplamada tungsten karbür (WC) ve vanadyum karbür (VC) tozları üzerine electroless yöntemi ile kaplama durumları incelenmiştir. Metal ve metal olmayan malzemelerde düzgün şekillerde ve eşit kalınlıklarda metal kaplama elde etmek için bir işlem yürütülmüştür. Kaplama sırasında alkalın ve asit kaplama banyosu kullanılmıştır.
- Sharma ve arkadaşları, 1998 yılında magnezyum alaşımlarını nikel kaplayarak malzemeye uygulanan ısıt işlemler sonrası malzemenin özelliklerini incelemişlerdir. Örneğin ısıt işlemler öncesi mikro sertliklerin 760 – 785 HV arasındayken, 230 °C’ de 2 saatlik ısıt işlemler sonrası bu sertliklerin 55 – 65 HV arttığını bulmuşlardır.
- Surender ve arkadaşları, 2004 yılında elektrik akımsız kaplama yoluyla nikel kaplanmış tungsten karbür (WC) kompozitlerinin elektrokimyasal davranışlarını incelemişlerdir. Çalışmalarında elektrolitik olarak nikel parçacıklarının tungsten karbür parçacıkları üzerine düzenli bir dağılım sergilediğini ve incelemelerinde farklı banyo sıcaklıklarındaki etkilerini tespit etmişlerdir. 50–60 °C’ de 0,2 A/ cm² nikel parçacıklarının yaklaşık tane boyutunu hesaplamışlardır. Kullanılan banyo ve pH’ ın önemli rol oynadığı bu çalışmada da belirlenmiştir.
- Tuba Özdemir, yüksek lisans tezinde Bor Karbür Esaslı Seramik Metal Kompozitlerin Ultra ses Dalga Hız Metodu ile Ortalama Tanecik Boyutlarının Tayini konulu bir araştırma yapmıştır.

- Fatih Çolak, yüksek lisans tezinde Kimyasal Metotla Nikel Kaplanmış Tungsten Karbür Tozları Kullanılarak Seramik- Metal Kompozit Malzeme Üretimi Ve Özelliklerinin İncelenmesi konusunu işlemiştir.

2.1. Toz Metalurjisi

Toz metalürjisi çok küçük partiküllerin birbirine preslenmesiyle bağlanarak parça haline getirilmesi işlemidir. Maliyet ve kalitenin hedef haline geldiği şu günlerde toz metal teknikleri ile parça üretimi giderek önem kazanmaktadır Toz metalürjisinin önemi; döküm, talaşlı imalat veya plastik deformasyonla şekillendirilmesi oldukça zor veya imkânsız olan parçaların bu yöntemle kolaylıkla ve kütle üretimlerde ekonomik bir şekilde üretilebilmesinden kaynaklanmaktadır. (Anonim, 1984). Toz metalürjisinde, ince partikül şeklindeki saf metaller, alaşımlar, karbon, seramik ve plastik malzemeler birbiriyle karıştırılarak basınç altında şekillendirilir. Daha sonra bu parçalar ana bileşenin ergime sıcaklığının altında bir sıcaklıkta sinterlenerek partiküllerin temas yüzeyleri arasında kuvvetli bir bağ oluşturulur ve böylece istenilen özellikler elde edilir.

M.Ö. 3000 yıllarında Mısır'da toz metalürjisi ile üretilmiş küçük parçalara rastlanmasına rağmen ilk önemli kullanımı 1920 yılında tungsten-karbür kesici takımlarının üretimi şeklinde gerçekleşmiştir. Modern anlamda yeni bir parça üretim tekniği olarak teknolojiye yerini ikinci dünya savaşından sonra almıştır.

Toz metalürjisi ürünlerinin %70'i otomotiv endüstrisinde, %12'si iş makinelerinde, %5'i tarım aletlerinde ve %13'lük oranı da güncel aletlerde kullanılmaktadır. Bununla birlikte uçak endüstrisi, ileri teknoloji kompozitleri, elektronik parçalar, magnetik malzemeler ve talaşlı imalatta kullanılan kesici takımların üretiminde kullanımı hızlı bir büyüme göstermektedir. Dünyada toz metal piyasası yılda %12 oranında büyüme göstermektedir. En çok kullanılan metal tozu %85 ile demir tozudur. İkinci sırada %6–7 ile bakır alaşımları gelir. (Çiğdem 1998)

Toz metalürjisi küçük, karmaşık ve boyutsal hassasiyeti yüksek parçaların seri imalatına oldukça uygundur. Malzeme kaybı çok azdır. Bu yöntemde ergime kayıpları yoktur, yakın toleranslar ve düzgün yüzeyler elde edilir. Fakat tüm bunların yanında tozların kalıp içerisinde akıcılığının sınırlı olmasından dolayı yapılacak parçanın şekli kısıtlayıcı bir faktördür. Ayrıca ilk yatırım maliyetleri (presler, sinter teçhizatları) oldukça pahalıdır. Seri üretim yapılmadığı takdirde amortisman değerleri yüksek olur. Klasik yöntemlerle üretilen parçalarda, ihtiyaç duyulan kaynaklı birleştirme tekniklerine toz metal parçalarda da ihtiyaç duyulmaktadır. Toz metal parçaların poroziteli malzemeler olması ve kaynak ile poroz yapının bozulması nedeniyle toz metal parçaların kaynağı konusu ikinci planda kalmıştır. Ancak toz metal parçaların birleştirilmesi günümüzde ihtiyaç haline gelmektedir. Yapılan çalışmalarda kaynak yöntemlerinin toz metal parçalarda da uygun yöntemler ve kaynak parametrelerinde başarılı sonuçlar verdiği görülmektedir. (Kurt ve ark. 1996)

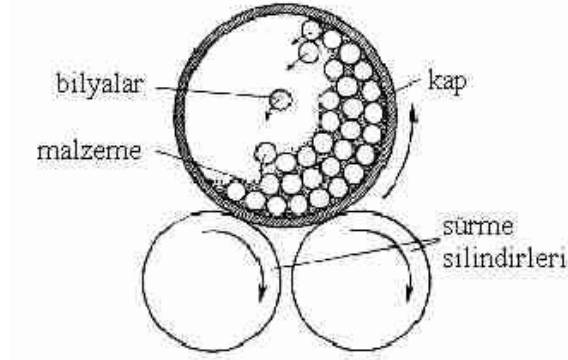
2.1.1. Toz Üretimi

Hemen hemen bütün malzemeler toz haline getirilebilir, fakat tozları üretmek için seçilen metotlar malzeme özelliklerine bağlıdır. Öğütme, elektroliz, kimyasal indirgeme ve atomizasyon dört ana toz üretim metodudur. Bu üretim metotlarına ilave olarak, bazı seçilmiş malzemeler için özel toz üretim teknikleri de kullanılır. Endüstride kullanılan tozların % 60'dan fazlası atomizasyon yöntemi ile üretilmektedir. (Sarıtaş 1995)

2.1.1.1. Öğütme

Metaller arası bileşikler, demir alaşımları, demir - krom, demir-silisyum v.b. gibi kırılgan malzemeler mekanik olarak bilyeli değirmenlerde öğütülürler. Fakat öğütme işlemi birçok sünek metal için uygun değildir; çünkü bu metaller kolayca kırılmazlar. Sünek tanecikler kırılma yerine birbirleri ile soğuk olarak kaynaklanır ve daha büyük tanecik oluştururlar. Günümüzde öğütme işlemi alüminyum gibi sünek metallerden pul

ve toz üretiminde de kullanılır. Bu durumda, soğuk kaynaklanmayı ve yapışmayı engellemek için yağlayıcılar kullanılır. (German 1996)



Şekil 2.1: Mekanik öğütme ile toz üretiminin şematik gösterimi (German 1996)

2.1.1.2. Elektroliz

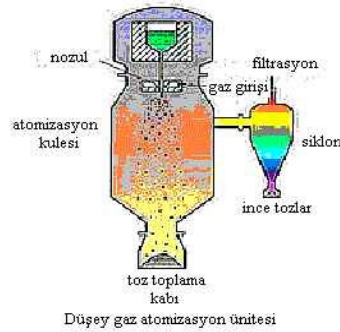
Elektrolitin kimyasal bileşimi ve mukavemeti, sıcaklık, akım yoğunluğu gibi şartları uygunca seçerek, birçok metal sünger veya toz durumunda katot üzerinde biriktirilebilir. Daha sonraki işlemler olarak, yıkama, kurutma, indirgeme, tavlama ve öğütme gerekli olabilir. Bu yöntemle üretilen metallerin başında bakır gelir, aynı zamanda krom ve magnezyum da bu yöntemle üretilir. Elektrolitik tozlar çok saftırlar.

2.1.1.3. Kimyasal İndirgeme

Demir tozlarının üretiminde bu metot çok kullanılmaktadır. Bu yöntemde seçilen cevher öğütülür, kokla karıştırılır, karışım indirgemenin olduğu sürekli fırından geçirilir ve kek şeklinde sünger demir elde edilir. Sünger demir daha sonra öğütülür, metalik olmayan malzemelerden ayrılarak elenir. Tozların saflığı ham malzemelere bağlıdır. Düzensiz süngerimsi tanecikler yumuşaktır ve kolayca preslenebilir ve böylece mukavemeti iyi olan ürünler oluşur.

2.1.1.4. Atomizasyon

Atomizasyon işleminde ergimiş olan metal, küçük damlacıklar halinde parçalanır. Bu damlacıklar birbirleri ile veya katı yüzeyle temasa geçmeden önce soğutulur. Ana fikir, ergimiş metali yüksek enerjili gaz veya sıvı çarpmasına maruz bırakarak sıvı metali daha küçük parçalara ayırmaktır. Hava, azot ve argon en çok kullanılan gazlardır. Su ise sıvılar içinde en çok kullanılandır. Atomizasyon yönteminde, atomize eden akışkanın basıncı ve hacmi, sıvı metalin akış çapı gibi birçok parametreyi değiştirerek toz boyutu dağılımını kontrol etmek mümkündür. Tanecik şekli ise katılaşma hızı ile belirlenir, düşük soğutma kapasiteli gazlar için küresel şekilden yüksek soğutma kapasiteli su için karmaşık şekle dönüşür. Genelde bu toz üretim metodu ergitilebilen tüm malzemeler için uygulanabilir ve ticari olarak demir, takım çelikleri, alaşımlı çelikler, bakır, pirinç, bronz, alüminyum, kalay, kurşun, çinko ve kadmiyum tozlarının üretilmesinde kullanılır. Krom içeren alaşımlar gibi kolayca oksitlenen metallerde atomizasyon argon gibi asal gazlar yardımıyla gerçekleştirilir. Atomizasyon, alaşımı oluşturan tüm metallerin ergimiş durumda tamamen alaşımlandığı için, özellikle alaşımların toz halinde üretilmesinde faydalı bir yöntemdir. Böylece her toz taneciği aynı kimyasal bileşime sahip olur.



Şekil 2.2: Atomizasyon yöntemi (Turktoz.gazi.edu.tr 2004)

Ayrıca, artan oranlarda uygulama alanı bulan birçok atomizasyon yöntemi vardır. Bunlardan en önemlisi santrifüj atomizasyonudur, ergimiş metalin damlacıkları yüksek hızda dönen bir diskten fırlatılırlar. İki çeşit santrifüj atomizasyonu vardır. Bunlardan birinde, bir kap içindeki ergiyik metalin, damlacıklara ayrılması için uygun bir hızda

düşey eksen etrafında döndürülür veya bir metal demeti dönen bir disk veya koni üzerine akıtılır. Diğerinde ise, bir metal çubuk yüksek hızda döndürülür ve serbest uça elektron ışını veya plazma arkı vb. ile ergitilir. Bu ikinci tip işlem, Döner Elektrot Atomizasyonu olarak bilinir ve çubuk düşey veya yatay ekseninde döndürülebilir. Bu uygulamanın önemli bir üstünlüğü, atmosfer kontrollü bir ortamda, hatta vakumda bile çalışabilmesi, böylece çok reaktif olan metallere ait temiz tozlar üretmesidir.

2.1.2. Toz Özellikleri

Sinterlenmiş parçaların özellikleri toz boyutu, boyut dağılımı ve yüzey şartları gibi toz özellikleri tarafından etkilenir. Tozların görünür yoğunluğu, yani preslenmemiş ve yerleşmemiş tozların verilen hacminin kütlesi, önemli bir parametredir. Görünür yoğunluk tozlardaki boşluk derecesi ve toz şeklinin bir fonksiyonudur. Toz seçimi çeşitli zıt toz özellikleri arasında pazarlık yaparak gerçekleşir. Mesela toz şeklinin karmaşılaşması ve gözenekliliğin artması görünür yoğunluğu düşürür. Görünür yoğunluğun düşmesi ise presleme aşamasında hacim azalmasını artırır ve böylece soğuk kaynak miktarını artırır. Neticede daha yüksek ham mukavemetli parça elde edilmiş olur. Parçanın sinterlenme verimi de soğuk kaynak miktarının artmasından dolayı artacaktır. Belirli bir basınçta elde edilen yoğunluk, basılabilirlik de önemli bir toz özelliğidir. Düşük basılabilirliğe sahip tozlar çok yüksek basınca, yüksek kapasiteli preslere ve daha dayanıklı kalıplara ihtiyaç duyarlar. Kalıp içerisindeki tozların paketlenme verimliliği toz boyut dağılımına geniş ölçüde bağlıdır. Büyük tozlar arasında oluşan boşluklar küçük boyuttaki tozlar ile doldurulabilir.

2.1.3. Toz Metalurjisi İle Parçaların Üretimi

Parçayı oluşturan tozlar ve yağlayıcılar homojen bir karışım elde edilinceye kadar karıştırılırlar. Karışım daha sonra kalıbın içerisine doldurulur ve basınç altında sıkıştırılır, son olarak parçalar sinterlenir. Küresel ve iri bronz tozlarından filtre elemanlarının basınç kullanılmadan üretimi istisnai bir durumdur. Bu işlemde tozlar

uygun şekilli kalıp içerisine doldurulur ve kalıpla birlikte sinterlenir. Tozları sıkıştırmanın tek eksenli presleme, haddeleme, ekstrüzyon, enjeksiyon kalıplama, izostatik presleme gibi birçok metotları vardır. Bu metotların seçimi parça geometrisine ve üretim miktarına bağlıdır.

2.1.3.1. Karıştırma

Metalik tozlar, yağlayıcılar ve isteğe bağlı alaşım elementleri ile homojen bir karışım elde etmek için karıştırılır. Karışım içerisine genellikle %0,5 – 1,5 arası yağlayıcı eklenir. Metalik stearik ve parafin en çok kullanılan yağlayıcılardır. Yağlayıcı kullanmanın ana amacı, toz kütleleri ile takım yüzeyleri ve kalıp duvarları arasındaki sürtünmeyi azaltmak, tozların sıkıştırma esnasında kaymalarını sağlamaktır. Bunlar parçanın tabanından tavanına kadar düzgün bir yoğunluğun oluşmasına yardımcı olur.

2.1.3.2. Presleme

En yaygın sıkıştırma yolu, bir çelik veya sert metal kalıp içerisinde 300 – 800 MPa basınç altında eksenel preslemedir. Tek bir operasyonla karmaşık parçaları yüksek üretim hızıyla (dakikada 25 parça) üretmek mümkündür. Presleme sonrası parça kalıptan çıkarılabilecek yeterli mukavemete sahiptir ve sinterleme öncesi taşıma işlemleri yapılabilir. Yüksek basılabilme kabiliyetindeki demir tozları 800 MPa basınç altında $7,3 \text{ g/cm}^3$ (veya % 93 teorik yoğunluk) yoğunluğa ulaşabilir. Ilık presleme kullanılarak, özel yağlayıcı katılmış toz $130 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye ve kalıp $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye ısıtılır, yoğunluk soğuk preslemeye göre $0,2 \text{ g/cm}^3$ daha artırılabilir. Ilık preslenmiş parçalar sinterleme öncesi talaşlı imalat için gerekli olan mukavemete sahiptirler.

2.1.3.3. Sinterleme

Sinterleme, preslenmiş parçaların mukavemet kazandığı bir ısıtma işlemidir. En yaygın sinterleme sıcaklığı aralığı demir esaslı alaşımlar için 1100 – 1150 °C'dir. Bazı durumlar için 1250 °C'ye kadar olan yüksek sinterleme sıcaklıklarına ihtiyaç duyulur. Uygulamaya bağlı olarak sıcaklıktaki bekleme zamanı 10 ile 60 dakika arasında değişir. En yaygın kullanılan fırın çelik-tel örgülü kayışlı fırındır. Çelik-tel örgülü kayışlı fırınların sıcaklıkları en fazla 1150 °C'dir. Daha yüksek sıcaklıklar için yürüyen kiriş veya itmeli fırınlar yaygındır. Eğer sinterleme sıcaklığı 1150 °C üzerinde ise sinterleme maliyetleri önemli ölçüde yükselir. Sinterleme fırını içinde oksitlenmeyi önleyen bir atmosfer gereklidir. Kırılmış amonyak, endo-gaz veya azot-bazlı atmosferler yaygınca kullanılır. Sinterlenmiş parçaların boyut toleranslarının ve mekanik özelliklerinin sağlanması için fırın ortamında kontrollü karbon potansiyeline sahip olmak önemlidir. Sinterleme işlemi yağlayıcıyı alma, sinterleme ve soğutma basamaklarını kapsar. Fırının yağlayıcı alma bölgesinde, yağlayıcı yanar. Sinterleme esnasında birçok reaksiyon meydana gelir. Başlangıçta, fırın atmosferi tozların yüzeyindeki oksitleri indirger ve birbirleri ile temas halindeki tozlar arasında bağ oluşur. Sinterlemenin ana mekanizmaları yüzey ve hacim difüzyonudur. Difüzyon ile metalin yapışık gövdesi oluşur ve alaşım elementleri demir içerisine yayılırlar. Termodinamik kanunlar ile ifade edilen serbest enerjiyi en aza indiren kuvvet ile gözenek küreselleşmesi meydana gelir ve küçük gözenekler yok olurlar. Sinterlenmiş parçalar fırının soğutma bölgesinde koruyucu atmosfer içinde soğutulur. Özellikle 850 – 500 °C sıcaklıklar arasındaki soğutma hızı malzeme içerisindeki faz dönüşümlerinden dolayı mekanik özellikleri etkiler. Sinterleme esnasında makul boyut değişimi meydana gelir. Malzemelerin birçoğu boyutça daralır, fakat alaşım elementleri mesela bakır büyümeye sebep olur.

2.2. Kompozit Malzemeler

Kompozit Malzeme; matris ve takviye elamanlarından oluşan birbirine karışmayan iki veya daha fazla katının bileşimiyle oluşan katı malzemelere denir. Başka bir ifadeyle kompozit malzemeler birbirlerinin zayıf yönünü düzelterek üstün özellikler elde etmek

amacıyla bir araya getirilmiş deęişik tür malzemelerden veya fazlardan oluşmuş sistemlerdir.

Doęadaki malzemelerin çoęu "kompozit" olarak adlandırılan bileşik yapılı maddelerden oluşur. Bu karışımın temel özellięi, kendini oluşturan maddelerin özelliklerinden çok daha üstün özelliklere sahip olmasıdır.

2.2.1. Kompozit Malzeme Türleri

Kompozit malzemeler matris malzemenin türüne göre 3 ayrı gruba ayrılır. Bunlar;

- Metal Matrisli Kompozitler
- Polimer Matrisli Kompozitler
- Seramik Matrisli Kompozitler

2.2.1.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK)

Metal matrisli kompozit malzemelerin üretilmesinde matris malzemesi olarak genellikle metal ve alaşımları kullanılır. Metal matrisli kompozitler yüksek elastik modüle, yüksek çekme, basma ve kayma mukavemetine sahiptirler. Toz metalürjisi ile elde edilen kompozit malzemenin mekanik özellikleri iyidir. Günümüzde özellikle son yıllarda metal matrisli kompozitlerin üretilmesinde süreksiz olarak takviye edilmiş malzemeler tercih edilmiştir. Bunun sebebi bu malzemelerin kolay üretilebilmeleri ve kolay temin edilebilmeleridir (Yılmaz ve Akbulut 1994).

Metal matrisli kompozitler iki bileşenden meydana gelmektedir. Bunlardan biri metal matris dięeri ise takviye malzemesidir. Kompozit üretilirken matris ve takviye malzemesi karıştırılırlar.

2.2.1.2. Polimer Matrisli Kompozitler

Polimer matrisli kompozitlerde matris olarak polyester, epoksi, fenol ve vinil ester kullanılır.

Takviye elamanı da üretilecek parçanın cinsine göre metal veya seramik bir malzeme olabilir. Örnek asansör kapılarının camları ve otomobil lastikleri bu sınıfa girer. Bunlar polimer matrisli metal takviyeli kompozit bir malzemedir.

2.2.1.3. Seramik Matrisli Kompozitler

Seramik matrisli kompozitlerde matris malzemesi olarak seramik bir malzeme kullanılır. Seramikler inorganik bileşikler olarak adlandırılır. İyonik, iyonik + kovalent bağ karışımına sahip oldukları için kararlı bir yapıya sahiptirler ve bu özellikleri sayesinde çok sert, gevrek ve yüksek sıcaklığa dayanıklıdır.

Takviye elamanı olarak metal, metal alaşımları veya polimer bir malzeme kullanılabilir. Dış protezleri, endüstriyel fırınlarda kullanılan tuğla, beton, elektronik ve optik araçlar bu sınıfa girer.

2.3. Kompozit Malzemelerin Avantajları

- Düşük Maliyet
- Üstün su dayanımı
- Üstün korozyon dayanımı
- Malzeme üzerinde hasarların tolere edilmesi
- Doğal şartlara ve UV (ultraviole) ışınlarına karşı dayanım
- Elektrik ve termik yalıtım özelliği
- Işık geçirgenliği
- Mukavemet / Ağırlık Oranı

- Kalıplama boyutlarının toleransı (mm2 mertebesinde m2 mertebesine kadar üretim)
- Tasarım esnekliği (Büyük, küçük, sert, esnek, basit, karmaşık parça üretimi)
- Kendinden renklendirilebilme imkânı
- Parça uygunluğu (Birkaç parçadan oluşan mamuller tek kalıplama ile üretilebilmektedir. Bu özellik stoklama maliyetini, işlem basamaklarını ve işçiliği azaltmaktadır)

2.4. Kompozit Malzemelerin Dezavantajları

- Hammaddenin pahalı olması.
- Lamine edilmiş kompozitlerin özellikleri her zaman ideal değildir.
- Malzemenin kalitesi üretim yöntemlerinin kalitesine bağlıdır.
- Bazı tür kompozitlerin soğutulurak saklanması gerekmektedir.
- Kompozitler onarılmadan önce çok iyi olarak temizlenmeli ve kurutulmalıdır. Bazı durumlarda bu zor olabilir.
- Bazı kurutma teknikleri uzun zaman alabilmektedir.
- Sıcak kurutma gerekmektedir.

2.5. Kompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri

- Elle yatırma (Hand Lay-up)
- Püskürtme (Spray-up)
- Fiber Sarma (Filament Winding)
- Reçine Transfer Kalıplama RTM / Reçine Enjeksiyonu
- Profil çekme / Pultrüzyon (Pultrusion)
- Hazır Kalıplama / SMC, BMC (Compression Molding)
Hazır Kalıplama Pestili / SMC (Sheet Moulding Composites)
Hazır Kalıplama Hamuru / BMC (Bulk Moulding Composites)
- Vakum Bonding (Vacuum Bagging)

- Toz metalürjisi / Sinterleme
- Sıcak Presleme
- Sıvı Metal Emdirme

2.6. Kompozit Malzemelerde Kaplama

2.6.1. Kimyasal Kaplama (Electroless Kaplama)

Electroless nikel kaplama ilk defa 1946 yılında Brenner ve Riddel isimli araştırmacılar tarafından kullanılmıştır. Bu araştırmacılar, ilk denemelerini Wolframı nikel kaplayarak yapmışlardır. 1960'dan itibaren bu teknik geliştirerek çeşitli kullanım alanları bulmuşlardır. Günümüzde, gelişen teknoloji ve ortaya çıkan ihtiyaçlar doğrultusunda nikel kaplama işlemi seramik tozların üzerinde de denenmiş ve denenmektedir. Dünyada metal kaplama endüstrisinde electroless kaplama yöntemlerinde büyük artışlar meydana gelmiştir.

Akımsız nikel kaplama yöntemi diğer kaplama yöntemlerinden farklıdır. Çünkü bu suretçe elektrik akımı kullanılmaz. Kaplama kimyasalların birbirleriyle gerçekleştirdiği reaksiyon sonucu oluşur. Bu kaplama yönteminde birçok banyo çeşidi kullanılmaktadır. En çok kullanılan Hydrazine Hydrate banyosudur. Bu kaplama kendinden katalitik kimyasal indirgeme kaplamadır ve metodun kullanılması hem kolay hemde uygun fiyatlı olduğundan günümüz teknolojisinde en çok kullanılan tekniklerden birisidir. Bu kaplama, sertlik ve korozyon rezistansında değişmeye sebep olur. Parçanın tüm çevresinde aynı tarzda çökelti bırakır. Kaplama yapan araştırmacının sağlık koşullarının sağlanmasına dikkat edilmektedir.

Electroless Nikel Kaplamanın Diğer Kaplama Yöntemlerine Göre Üstünlükleri,

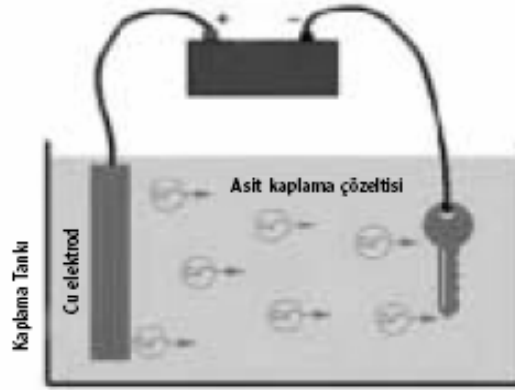
- Korozyon direncinin gerekli olduğu alanlarda ve buna benzer birçok yerlerde kullanılır.
- Parçanın bütün yüzeyinin eşit olarak kaplamasını sağlamaktadır.

- Kaplanan parçanın en iç kısımları ve erişilemeyen kısımlarını bu yöntemle kaplamak mümkündür.
- Elektrik motorlarla iç kaplama yaratmak genellikle kurulması yüksek maliyetli olan karışık anot düzenlemesi gerektirmektedir. Aynı durumda Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama ile başarmak mümkündür.
- Metal kalıplar Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplandığında, kaplama sonucunda kaplanmış çeliğin yüzeyi önceki orijinal halinden daha kaygan ve pürüzsüzdür. Dolayısıyla daha çok faydalıdır.
- Electroless (elektrik akımsız) nikel kaplama ile metal kalıp korunduğundan tamir masrafı da en az seviyeye iner.
- Üstün kimyasal ve atmosferik korozyon direnci
- İyi aşınma direnci
- Porozitesiz olması
- Çok defa kullanım
- İyi bir şekilde uniform olması ve herhangi bir kenar birikme bulundurmaması
- Lehimlenebilirlik, hafif metaller için sert kaplama olması
- Tabii yağlayıcı, çok iyi özellikler sağlaması
- Kalıp operasyonlarında kendi kendine parlatma sağlaması
- Birleşen metal yüzeylerinde dökülmeye karşı dirençli olması
- Nihai bitirme işlemleri için temel bir kaplama oluşturması
- Karışık makine parçaların veya aşınmaya maruz kısımlarda kısmi kaplaması
- Düşük maliyetli Electroless nikel kaplanmış yumuşak çelikler paslanmaz çeliklere benzer performans (Erol 2000)

2.6.2. Elektrolitik Kaplama

Bir metal yüzeyinin elektrolitik olarak kaplanması, oldukça basit bir işlemdir. Bu yöntemde, yüzeyi kaplanacak olan cisim uygun olarak seçilen bir elektrolite batırılır ve katod olarak kullanılır. Anod olarak ise; çökmesi kolay olan bir metal veya inert bir madde kullanılır.

Metallerin elektrolitik kaplanması genellikle elektrolitik hücrelerin dışında gerçekleştirilir. Kullanılan doğru akım, bir pil tarafından sağlanır. Teller, pilin iki terminalinden elektrolitik hücreye uzanır. Tellerden biri anoda, diğeri de katoda bağlıdır. Her iki elektrot, çeşitli pozitif ve negatif iyonlar (yüklü atom ve moleküller) içeren sulu bir çözelti içine batırılarak hazırlanır. Şekil 2.3’ te elektroliz yoluyla yapılan kaplamanın şematik gösterimi vardır. Elektrolitik kaplamada kaplama kalınlığı, akım şiddeti ve geçen zamana bağlıdır. İşlemin süresi ve verimi, katottaki akımın yoğunluğu ile ters orantılıdır. Bununla beraber akım şiddetinde aşırı bir yükselme, hidrojen iyonlarının oluşmasına yol açarak işlemin verimini düşürür. Dayanıklı bir yapıya sahip olan elektrolitik kaplama daha yüksek iletkenlik katsayısına sahip olmasına karşın, geniş yüzeylere uygulandığında kırılganlık özelliği de artmaktadır. Elektrolitik kaplamanın maliyeti de yüksek olmaktadır.



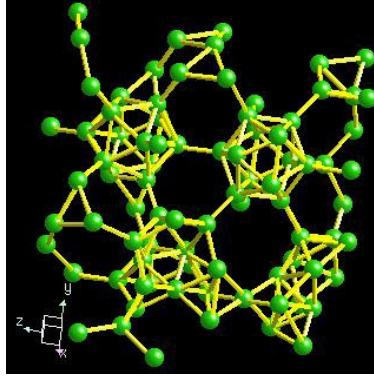
Şekil 2.3 : Elektrolitik kaplama banyosu

2.7. Kullanılan Malzemeler

2.7.1. Bor

Bor, periyodik tabloda B simgesiyle gösterilen, atom numarası 5, atom ağırlığı 10,81, yoğunluğu 2,84 gr/cm³, ergime noktası 2300 °C ve kaynama noktası 2550 °C olan, metalle ametal arası yarı iletken özelliklere sahip bir elementtir. Genellikle doğada tek

başına değil, başka elementlerle bileşikler halinde bulunur. Tabiatta yaklaşık 230 çeşit bor minerali vardır. Oksijenle bağ yapmaya yatkın olması sebebiyle pek çok değişik bor-oksijen bileşimi bulunmaktadır. Bor - oksijen bileşimlerinin genel adı borattır. Bor hexagonal yapıya sahiptir.(Yılmaz, A. (2002),"Her Derde Deva Hazinemiz Bor", TUBİTAK - Bilim ve Teknik Dergisi, Ankara, Mayıs 2002)



Şekil 2.4 : Bor'un kristal yapısı

Bor ilk olarak; 1808 yılında Humphry Davy, Gay-Lussac ve L. J. Thenard tarafından 50% saflıkta izole edilmiştir. Fakat bu kişiler bu maddeyi element olarak tanımlayamamışlardır. 1824 yılından Jöns Jacob Berzelius tarafından ilk kez tanımlanmıştır. Saf bor üretimi ilk kez Amerikalı kimyacı W. Weintraub tarafından 1909 yılında gerçekleştirilmiştir. (www.kimyaevi.org)

Borun temel cevherleri; tinkal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), kernit ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), kolemanit ($\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ve uleksit ($\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) gibi boratlardır. Çok yüksek sıcaklıkta (2000°C) bor birçok metalle reaksiyona girerek borürler oluşturur. Bu madde çok serttir, kimyasal olarak stabildir ve metalik iletkenliği gelişmiştir. Bazı metalik borürlerin kristallerinde bor atomları aralıklıdır, diğerlerinde zincirler veya bor atomu katmanları (tabakaları) mevcuttur.

Çeşitli metal veya ametal elementlerle yaptığı bileşiklerin gösterdiği değişik özellikler, endüstride pek çok çeşit bor bileşiğinin kullanılmasına imkân sağlamaktadır. Bor, bileşiklerinde metal dışı bileşikler gibi davranır, ancak, farklı olarak saf bor, karbon gibi

elektrik iletkenidir. Bor hidratlar silikon ve karbon bileşiklerine benzer özellikler gösterir. Kristalize bor görünüm ve optik özellikleri açısından elmasa benzemektedir ve neredeyse elmas kadar serttir. Endüstriyel açıdan önemli bor bileşikleri arasında; boraks (tinal, sodyum kökenli bor bileşikleri), kolemanit (kalsiyum kökenli bor bileşikleri), üleksit (sodyum-kalsiyum kökenli bor bileşikleri) ana gruplaması altında kernit, probertit, szyabelit, datolit, sasolit, boraks dekahidrat, boraks pentahidrat, susuz boraks, borik asit, sodyum per borat, susuz borik asit, hidroborasit sayılabilir. Bor madenlerinin değeri genellikle içindeki B_2O_3 (bor oksit) ile ölçülmekte, yüksek oranda B_2O_3 bileşiğine sahip olanlar daha değerli kabul edilmektedir.(<http://www.etiholding.gov.tr>).

2.7.1.1. Bor Kullanım Alanları

Bor, özellikle de boraks binlerce yıldan beri kullanılmaktadır. Babillerin bor'u kıymetli eşyaların ergitilmesinde, Mısırlıların mumyalamada, Eski Yunanlıların ve Romalıların temizlikte, Mısırlıların, Mezopotamya uygarlıklarının ve Arapların bazı hastalıkların tedavisinde bor'dan yararlandığı bilinmektedir. (Ölçen, N., (2001) "Bor Madeninin Enerji Alanındaki Önemi", Uludağ Üniversitesi Makine Müh. , Tez, 2001)

Bor bileşikleri, özellikle boraks yüzyıllardır bilindiği halde borun saf elementi ilk kez 1808 yılında Fransız kimyager Joseph Gay-Lussac ve Baron Louis Thenard ve bağımsız olarak İngiliz kimyager Sir Humphry Davy tarafından hazırlanmıştır.

Hafifliği, gerilmeye olan direnci ve kimyasal etkilere dayanıklılığı sebebiyle; plastiklerde, sanayi elyafı üretiminde, lastik ve kâğıt endüstrisinde, tarımda, nükleer enerji santrallerinde, roket yakıtlarında da kullanılmaktadır. Camın ısıyla genleşmesini önemli ölçüde indirdiği, camı asite ve çizilmeye karşı koruduğu, titreşim, yüksek ısı ve ısı şoklarına karşı dayanıklılığı sağladığı için ısıya dayanıklı cam gereçleri ve elektronik ve uzay araştırmalarında kullanılacak üstün nitelikli camların üretiminde de önemli yeri vardır.

Bazı bor bileşikleri yüksek sertlik derecesine sahiptir. Bu sebeple, aşındırıcı ve ışık kıran olarak, metalleri ve süper alaşımları kesme, bileme ve cilalamada kullanılmaktadır. Bor bileşikleri tungsten karbürü göre daha yüksek kesme oranına, sürekli-ağır-iş görme kabiliyetine sahiptir ve soğutuculara ihtiyaç göstermez. (Garrett, D., (1998) "Borates: Handbook of Deposits, Processing, Properties and Use", San Diego Academic Press, 1998).

a. Cam Sanayi : Bor; pencere camı, şişe camı v.b. sanayilerde ender hallerde kullanılmaktadır. Özel camlarda ise borik asit vazgeçilemeyen bir unsur olup, rafine sulu / susuz boraks, borik asit veya kolemanit / boraks gibi doğal haliyle kullanılmaktadır. Çok özel durumlarda potasyum pentaborat ve bor oksitler kullanılmaktadır. Bor, ergimiş haldeki cam ara mamulüne katıldığında onun viskozitesini arttırıp, yüzey sertliğini ve dayanıklılığını artırdığından ısıya karşı izolasyonun gerekli görüldüğü cam mamullerine katılmaktadır.

b. Seramik Sanayi : Emayelerin viskozitesini ve doyunlaşma ısını azaltan borik oksit % 20' ye kadar kullanılabilir. Özellikle emayeye katılan hammaddelerin % 17–32' si borik oksit olup, sulu boraks tercih edilir. Bazı hallerde borik oksit veya susuz boraks da kullanılır.

c. Temizleme ve Beyazlatma Sanayi : Sabun ve deterjanlara mikrop öldürücü ve su yumuşatıcı etkisi nedeniyle % 10 boraks dekahidrat ve beyazlatıcı etkisini artırmak için toz deterjanlara % 10–20 oranında sodyum perborat katılmaktadır.

d. Yanmayı Önleyici (Geciktirici) Maddeler : Borik asit ve boratlar selülozik maddelere, ateşe karşı dayanıklılık sağlarlar. Tutuşma sıcaklığına gelmeden selülozdaki su moleküllerini uzaklaştırırlar ve oluşan kömürün yüzeyini kaplayarak daha ileri bir yanmayı engellerler.

e. Tarım Sektörü : Bor mineralleri bitki örtüsünün gelişmesini artırmak veya önlemek amacıyla kullanılmaktadır. Bor, değişken ölçülerde, birçok bitkinin temel besin maddesidir. Bor eksikliği görülen bitkiler arasında yumru köklü bitkiler (özellikle

şeker pancarı), kaba yoncalar, alfa alfalar, meyve ağaçları, üzüm, zeytin, kahve, tütün ve pamuk sayılmaktadır. Bu gibi hallerde susuz boraks ve boraks pentahidrat içeren karışık bir gübre kullanılmaktadır. Bu ise, suda çok eriyebilen sodyum pentaborat ($\text{NaB}_5\text{O}_8 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) veya disodyum oktaboratin ($\text{Na}_2\text{B}_8\text{O}_{13}$) mahsulün üzerine püskürtülmesi suretiyle uygulanmaktadır.

f. Metalürji Sanayi : Boratlar yüksek sıcaklıklarda düzgün, yapışkan, koruyucu ve temiz, çapaksız bir sıvı oluşturma özelliği nedeniyle demir dışı metal sanayinde koruyucu bir cüruf oluşturu ve ergitmeyi hızlandırıcı madde olarak kullanılmaktadır.

g. Nükleer Uygulamalar : Atom reaktörlerinde borlu çelikler, bor karbürler ve titanbor alaşımları kullanılır. Paslanmaz borlu çelik, nötron absorbanı olarak tercih edilmektedir. Yaklaşık her bir bor atomu bir nötron absorbe etmektedir. Atom reaktörlerinin kontrol sistemleri ile soğutma havuzlarında ve reaktörün alarm ile kapatılmasında B kullanılır. Ayrıca, nükleer atıkların depolanması için kolemanit kullanılmaktadır.

h. Enerji Depolama : Termal depolama pillerindeki, sodyum sülfat ve su ile yaklaşık % 3 ağırlıktaki boraks dekahidratın kimyasal karışımı gündüz güneş enerjisini depolayıp, gece ısınma amacıyla kullanılabilir. Ayrıca, binalarda tavan malzemesine konulduğu takdirde güneş ışınlarını emerek, evlerin ısınmasını sağlayabilmektedir.

ı. Otomobil Hava Yastıkları ve Antifriz : Ayrıca otomobillerde antifriz olarak ve hidrolik sistemlerde de kullanılmaktadır. Bor, hava yastıklarının hemen şişmesini sağlamak amacıyla kullanılmaktadır. Çarpma anında, elementel bor ile potasyum nitrat toz karışımı elektronik sensor ile harekete geçirilir.

i. Atık Temizleme : Sodyum borohidrat, atık sulardaki civa, kurşun, gümüş gibi ağır metallerin sulardan temizlenmesi amacıyla kullanılmaktadır.

j. Yakıt : Sodyum tetraborat, özel uygulamalarda yakıt katkı maddesi olarak kullanılmaktadırlar. Daha önce Amerikan Donanması tarafından uçuş yakıtı olarak kullanılmıştır.

k. Sağlık : BNCT (Boron Neutron Capture Therapy) kanser tedavisinde kullanılmaktadır. Özellikle; beyin kanserlerinin tedavisinde hasta hücrelerin seçilerek imha edilmesinde kullanılmakta ve sağlıklı hücrelere zararının minimum düzeyde olması nedeniyle tercih nedeni olabilmektedir.

l. Bor'un Diğer Kullanım Alanları : Tekstil sanayinde, nişastalı yapıştırıcıların viskozitelerinin ayarlanmasında, kazeinli yapıştırıcıların çözücülerinde, proteinlerin ayrıştırılmasında yardımcı madde boru ve tel çekmede akıcılığı sağlayıcı madde, dericilikte kireç çöktürücü madde olarak boraks kullanılmaktadır. Bor karbür ve bor nitrür; döküm çeperlerinde yüksek sıcaklığa dayanıklı (refrakter) malzeme püskürtme memelerinde de aşınmaya dayanıklı (abrasif) malzeme olarak kullanılan önemli bileşiklerdir.

Ahşap malzeme korunması için sodyum oktaborat kullanılır. % 30' luk sodyum oktaborat çözeltisi ile muamele görmüş tahta malzeme yavaş yavaş kurutulursa bozunmadan ve küllenmeden uzun süre kullanılabilir. (ETİBOR A.Ş. web sitesi)

2.7.2. Nikel

Yer kabuğunun belli başlı elementlerinden olan nikel doğada çoğunlukla demirle birlikte olmak üzere sülfürler, arsenürler ve silikatlar şeklinde bulunur. Nikel ilk olarak 1751 yılında Axel Fredrik Cronstedt tarafından keşfedilmiştir. (www.kimyaevi.org)

Nikel, maden cevherinin zenginleştirilip kavrulmasından sonra, elektrik fırınında ergitilmesiyle elde edilir: buna ham nikel denir. Son arıtma için genellikle elektroliz denilen kimyasal yöntemle başvurulur.

Dünya nikel üretiminin yaklaşık olarak yarısı Kanada'da üretilir; bu bakımdan Kanada'yı Sovyetler Birliği, Yeni Kaledonya, Küba ve Amerika Birleşik Devletleri izler. Türkiye'de bulunan nikel yatakları işletmeye elverişli zenginlikte değildir.

Saf nikel özellikle sağlamlığı nedeniyle kullanılır. Kimyasal etkenlerden etkilenmez, hava değişimlerinden bozulmaz. Bu özelliği yüzünden nikel, birçok alaşım türünün yapımında aranan bir elemandır. Bu alaşımlardan bazılarında yüksek oranda nikel bulunur. (Ferronikel, Nikrom) bunlar az genişir, yüksek ısılara dayanır ve deniz suyundan etkilenmez. Bazı alaşımlar da çelik esasına dayandırılır. Nikel-kromlu çelikler, hiç oksitlenmediklerinden, sanayide pek çok yerde kullanılır.(www.bilim.biz)

Çizelge 2.1: Nikel'in özellikleri

Sembol	Ni
Atom numarası	28
Atom ağırlığı	58.6934 g/mol
Oda koşullarında (25°C 298 K)	Gümüşümsü parlak metalik katı

2.7.2.1. Nikel Kullanım Alanları

- Paramanyetik özelliğinden dolayı dış etkilere dayanıklıdır. Bu nedenle eşyaların üzerlerinin elektrolitik kaplanmasında,
- Aşınmaya karşı dirençli alaşımların eldesinde,
- Pillerin ve akülerin yapımında,
- Cama yeşil renk vermek amacıyla,
- Özel çeliklerin yapımında,
- Hidrojenasyon reaksiyonlarında katalizör olarak,
- Madeni paraların yapımında,

3. MATERYAL VE METOT

Yaptığımız çalışmada Bor, Nikel, Hydrazine Hydrate, Amonyak ve Saf Su kullanılmıştır. Bor olarak, Tinkal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) , Nikel olarak ise Nikel klorür ($\text{NiCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) kullanılmıştır.

3.1. Boraks (Tinkal) :



Şekil 3.1: Boraks' ın mineral şekli

Çizelge 3.1: Tinkal'ın özellikleri

Kimyasal Bileşimi	($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
Kristal Sistemi	Monoklinik
Kristal Biçimi	Kısa prizmatik kristalli, bazen levhamsı
Sertlik	2- 2,5 Mohs
% B_2O_3 içeriği	% 36.6
Ayrıcı Özellikleri	Kristal şekli, düşük özgül ağırlığı, suda çözünabilirliği
Bulunuşu	Tinkal suyunu kaybederek kolaylıkla Tinkalkonit' e dönüşebilir. Kille ara katkılı Tinkalkonit ve Üleksit ile birlikte bulunur. Ülkemizde Eskişehir-Kırka yataklarından üretilmektedir. Boraks, evaporitik ortamlarda oluşan bir mineraldir. Tuzlu göl sularının buharlaşması ile oluşur. Karbonatlar, sülfatlar ve halit gibi diğer mineraller ile birlikte bulunur.

3.2. Numunelerin Hazırlanması

3.2.1. Electroless (Elektrik Akımsız) Nikel Kaplama İşlemi

Electroless nikel kaplamada kesinlikle elektrik akım olmaksızın kimyasalların birbiri ile girmiş oldukları reaksiyon sonucu meydana gelmektedir. Kaliteli bir nikel kaplama için bazı parametrelerin dikkatli seçilmesi gerekmektedir. Bu parametreler; Banyo ısısı, pH, Nikel oranı, İndirgeme konsantresi, Banyonun yoğunluğudur. Bu parametrelerden en önemlisi ise pH'ın iyi ayarlanmasıdır.

Çizelge 3.2 : Bor ve Ni tozları için hazırlanan nikel kaplama banyosunun

Çizelge3.2. (Devam) kimyasalları ve oranları

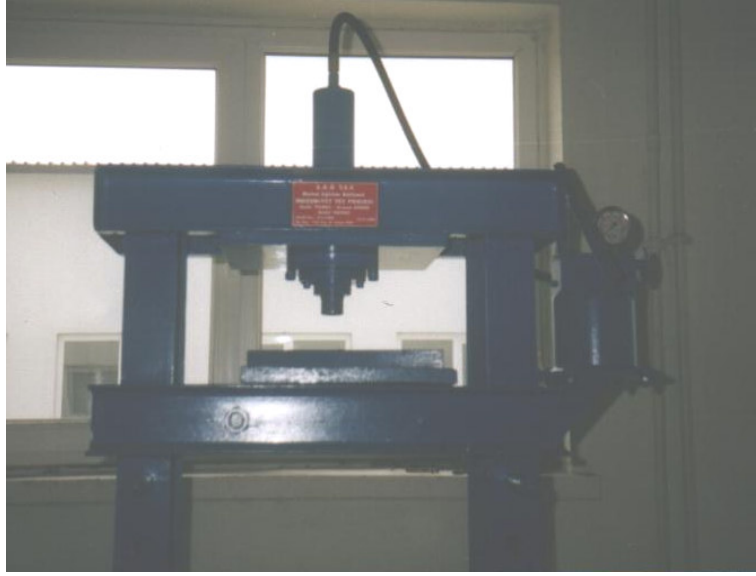
KİMYASALLAR	
B ₂ O ₃	70 gr.
Nickel Chloride (NiCl ₂ .6H ₂ O)	30 gr.
Hydrazine Hydrate (N ₂ H ₄ .H ₂ O)	30 gr.
Saf Su	70 gr.
Sıcaklık (°C)	95 °C
pH Değeri	10

Kaplama banyosu için gerekli oranlar hazırlandıktan sonra, yaklaşık 800ml'lik bir beher içerisine sırasıyla Hydrazine hydrate (% 30) + saf su (% 70) karışımı, NiCl₂6H₂O (30 gr) konularak ortama ısı verilmeye başlanır. Banyo sıcaklığı 40- 50 °C olduğunda B₂O₃ tozu ile saf su eklenir ve karıştırılmaya başlanır. Banyonun sıcaklığı 95 °C ' ye ulaştığında pH' ı 10'a ayarlamak için amonyak ekleyerek reaksiyonun başlaması sağlanır. Yaklaşık 60 dakika süren reaksiyon tamamlanarak kaplanmış numuneler banyodan alınır. İlk önce birkaç kez saf su ile daha sonrada aseton ile ve son olarak ta tekrar saf su' da filtreden geçirilerek yıkanır. Daha sonraki aşamada yıkanmış olan tozlar kurutma fırınında kurutularak bir sonraki aşamaya hazır hale getirilmiştir.

3.2.2. Deneyisel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

3.2.2.1. Presleme

Bu çalışmada kullanılan Bor ve Ni toz karışımından 5 adet numune preslenmiştir. Presleme soğuk olarak hidrolik preste (Şekil 3.2), 300 bar basınç altında yapılmıştır. Preslenen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası ağırlığı, sinterleme öncesi ve sonrası numune çapı , yüksekliği ve yoğunluğu çizelge 4.1 ' de verilmiştir.



Şekil 3.2: Hidrolik pres

3.2.2.2. Sinterleme

Hazırlanan numuneler Argon gazı ortamında tüp fırında (Şekil 7) ayrı ayrı 900, 1000, 1100, 1200 ve 1300 ⁰C'de sinterlenmeye çalışılmıştır. Sinterlenme sırasında ısıtma hızı 10⁰C / dk olarak alınmıştır. Ve numuneler en yüksek sıcaklıkta 2 saat bekletilmiştir.



Şekil 3.3: Tüp fırın

3.2.2.3. Yoğunluk Hesabı

Bu çalışmada kullanılan B_2O_3 tozları elektrik akımsız kaplama yöntemi ile nikel kaplanmış olup, kaplanan 5 adet numunenin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunlukları formül yardımı ile hesaplanmıştır.

3.2.2.4. Vickers Mikrosertlik Cihazı

Mikroyapı incelemeleri için hazırlanan numuneler üzerinde aynı zamanda mikro sertlik ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Her bir numune üzerinden 4 farklı yerden alınan sertlik değerlerinin ortalaması alınarak yapılmış olup, sertlik testleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi'nde bulunan Shimadzu HMV 2 L mikro sertlik cihazı ile yapılmıştır.

3.2.2.5. SEM- EDX Analizi

Elektron ışını kullanan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), çok daha derin incelemeler için tercih edilen bir analiz cihazıdır. Optik mikroskopla kıyaslanmayacak kadar yüksek büyütmeleme çıkma özelliğine sahip bu cihaz detaylı malzeme karakterizasyonları için tercih edilen bir cihaz haline gelmiştir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ' nda mevcut olan yüksek çözünürlükten dolayı malzemenin parlatılması inceleme açısından avantaj sağlamaktadır. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ' nda incelenecek numunelerin en önemli özelliklerinden biri iletken olmalarıdır. Eğer incelenecek malzeme iletken değilse nanometre mertebesinde iletken bir filmle numune kaplanarak iletken hale getirilmelidir.

EDX (Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi), elektron bombardımanı sonucunda x- ışınlarının bir arada toplanması ile elde edilen bilgilerin değerlendirilmesinde kullanılan spektrometredir. Farklı x- ışınlarının birbirinden ayrılması EDX (Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi) sistemlerinde silisyum- lityum detektörü ile sağlanmaktadır. Birçok SEM ve TEM (Transmission Electron Microscope) cihazlarında EDX bulunmaktadır (Turan 1998).

Nikel kaplanan tozlar ile sinterlenen numuneler ve ark fırınında ergitilen numunelerden elde edilen parçalar SEM- EDX analizlerine tabi tutulmuştur. SEM cihazı (LEO 1430 VP)'nın üzerinde bulunan EDX ekipmanı (RÖNTEC) ile yapılan bu analizler Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Geliştirme Merkezi' nde yapılmıştır.

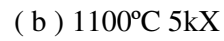
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Fiziksel Özelliklerin İncelenmesi

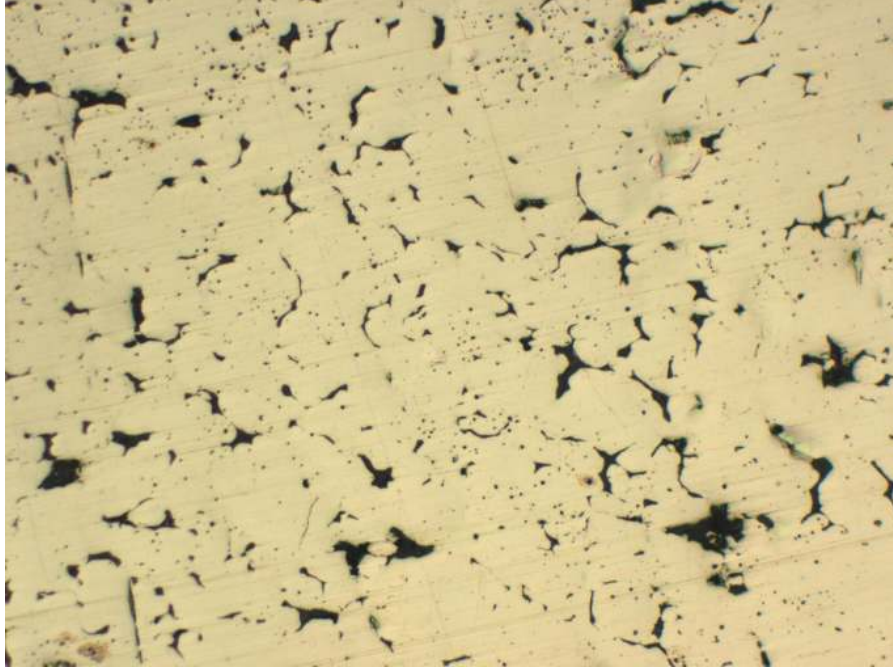
Bu bölüm ağırlıkça, yaklaşık %70 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$), %30 Ni tozlarından hazırlanan karışımın nikel kaplama işlemi ve sonrası özelliklerin incelenmesi için yapılan deneyleri kapsamaktadır.

Çizelge 4.1. Numune özellikleri

Malzeme	Basınç	Sıcaklık	Sinterleme Süresi Saat	Ortam	Sint. Öncesi Ağırlık(gr)	Sint. Sonrası Ağırlık(gr)	Ağırlık Kaybı (gr)	Numune Çapı (mm)	Numune Yüksekliği (mm)	Yoğunluk (gr/cm ³)
%70($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$) %30Ni	300bar	900	2	Argon	2,462	2,437	0,025	15,5	2,85	4,52
		1000	2	Argon	2,423	2,402	0,021	15,25	2,7	4,87
		1100	2	Argon	2,101	2,082	0,023	14,3	2,33	5,47
		1200	2	Argon	2,043	2,020	0,022	14,3	2,33	5,32
		1300	2	Argon	2,400	2,368	0,027	14,25	2,55	5,86

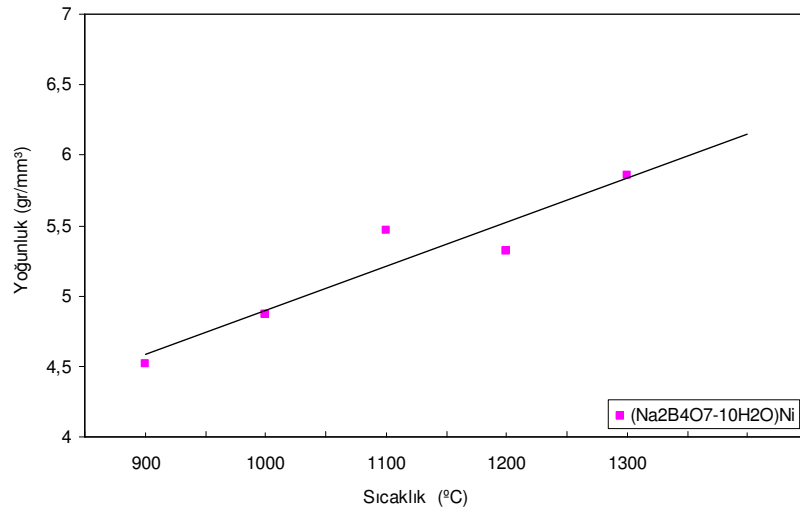


Gözeneklilik oldukça azalmıştır ve tane sınırları görülebilmektedir. Resim 4.1 d' de 1300 °C' de sinterlenmiş numunenin 5kX büyütmede SEM fotoğrafı görülmektedir. 1300 °C'de sinterlenen numunede sıcaklık Ni ergime sıcaklığına yaklaştığından serbest haldeki Ni taneciklerinin bazıları ergiyerek kürecikler halinde bulunduğu gözlenmektedir.



Resim 4.2 : %70 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$), %30 Ni kompozitinin optik görüntüsü 100X

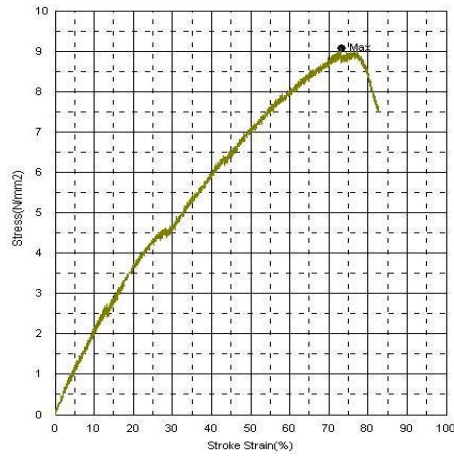
Resim 4.2'de Ni kaplanmış Tinkal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$) kompozitinin 100X büyütme oranında optik görüntüsü verilmiştir. Resimde gözenekli yapı görülmektedir. Resimde açık krem renkli bölüm kompozitin tamamına yayılmış durumdadır. Koyu siyah kısımlar boşluklar olarak göze çarpmaktadır. Şekil 4.10'daki çizgisel analiz sonuçları da Bor mineralinin olduğu gözlenmiştir.



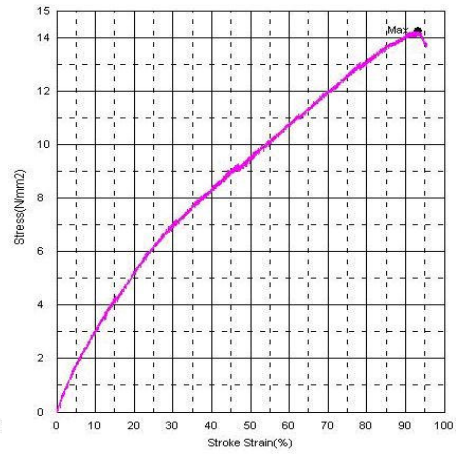
Şekil 4.1 Yoğunluk-sıcaklık değişim eğrisi

Şekil 4.2’de Basma mukavemeti deneyi grafikleri verilmiştir. Ni kaplanmış Tinkal tozları sinterlendikten sonra basma mukavemeti deneyi uygulanmıştır. En yüksek basma mukavemeti 1300°C’de 33,13 MPa bir basma mukavemeti tespit edilmiştir. En düşük ise 900°C’de 9,13MPa olarak gözlenmiştir.

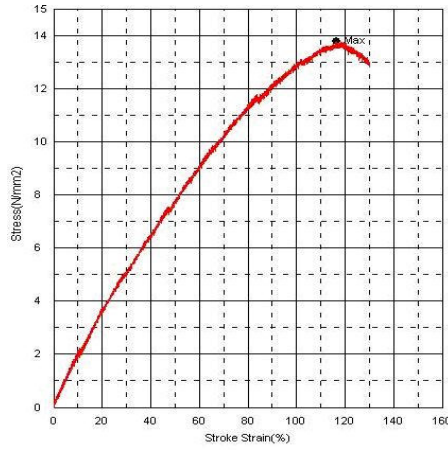
4.2. Mekaniksel Özelliklerin İncelenmesi



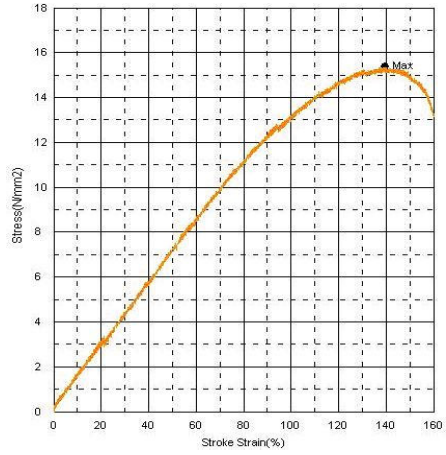
(a) 900°C



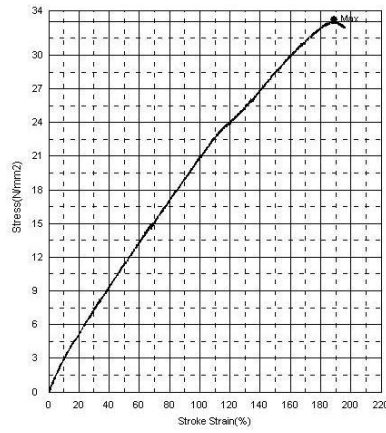
(b) 1000°C



(c) 1100°C



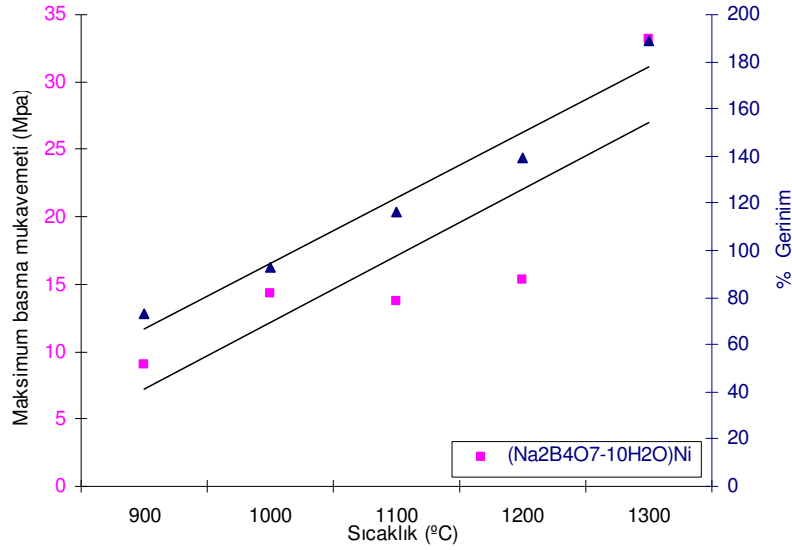
(d) 1200°C



(e) 1300°C

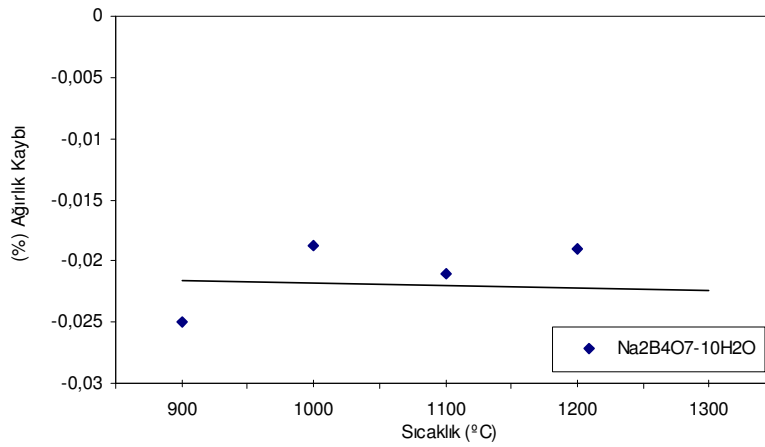
Şekil 4.2 : Basma mukavemeti deneyi grafikleri

Şekil 4.3'te Ni kaplanmış Tinkal'in ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-H}_2\text{O}$) tozlarının sinterlenmiş ve üretilen kompozit numunelerin basma mukavemeti-sıcaklık değişim grafiğini göstermektedir. Yine grafikten anlaşılabacağı üzere en yüksek basma 1300°C 'de $33,13 \text{ MPa}$ bir basma mukavemeti tespit edilmiştir.



Şekil 4.3 Basma mukavemetinin sıcaklıkla değişim eğrisi

Şekil 4.4'te % ağırlık kaybı grafiği verilmiştir. En fazla ağırlık kaybı 1300°C 'de gözlenmiştir.



Şekil 4.4 : % Ağırlık kaybı

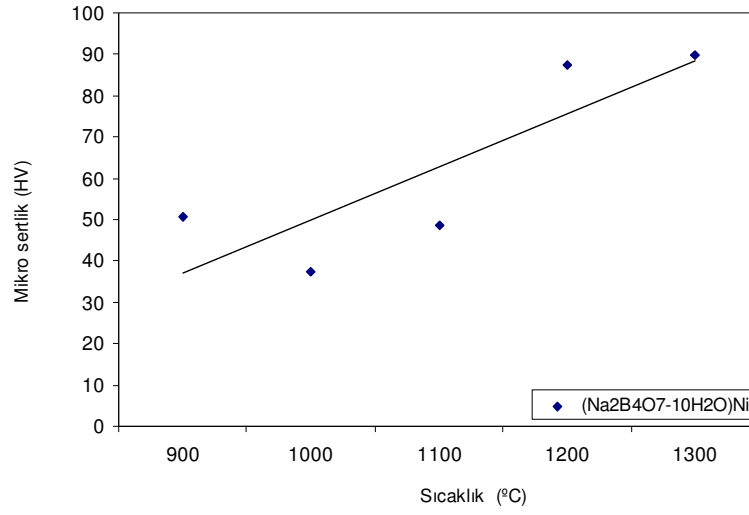
4.2.1. Vickers Mikrosertlik Sonuçları

Çizelge 4.2 : Farklı sinterleme sıcaklığındaki numunenin mikro sertlik değerleri

	900 ⁰ C (Argon Atmosfer) HV	1000 ⁰ C (Argon Atmosfer) HV	1100 ⁰ C (Argon Atmosfer) HV	1200 ⁰ C (Argon Atmosfer) HV	1300 ⁰ C (Argon Atmosfer) HV
1	39.0	53.3	41.1	63.2	61.1
2	37.2	55.0	63.6	51.7	60.2
3	57.6	38.0	48.1	89.8	73.2
4	62.2	59.0	41.6	139.0	164.9
Ağırlık	0.2 HV	0.2 HV	0.2 HV	0.2 HV	0.2 HV
Ort.	49	37.325	48.6	85.925	89.85

Tablo 4.2’de kompozit numunelerin mikro sertlik değerleri verilmiştir. Mikroyapı incelemeleri için hazırlanan numuneler üzerinde aynı zamanda mikro sertlik ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Her bir numune üzerinden 4 farklı yerden alınan sertlik değerlerinin ortalaması alınarak yapılmıştır.

Şekil 4.5'te mikrosertlik-sıcaklık değişim grafiği verilmiştir. Numunelerde mikrosertlik değerinin sıcaklıkla arttığı gözlenmiştir. En yüksek mikrosertlik 89,85HV ile 1300°C'de en düşük sertlik değeri 1000°C'de 37,32HV olarak gözlenmiştir.

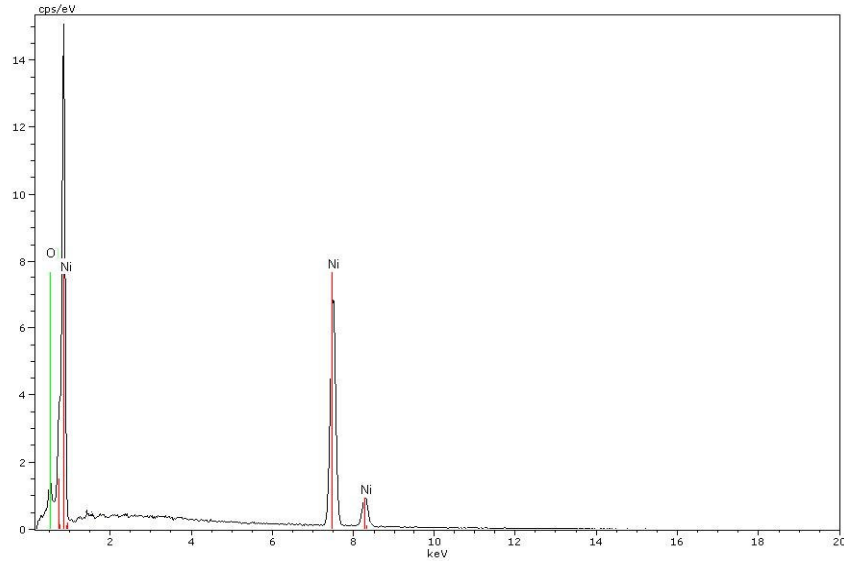
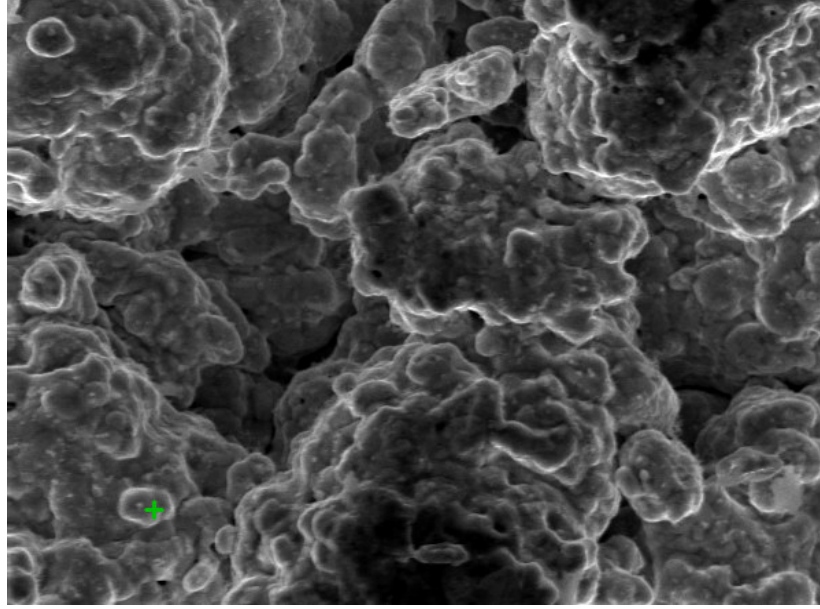


Şekil 4.5 : Mikrosertlik-Sıcaklık değişim grafiği

4.3. Metalografik Özelliklerin İncelenmesi

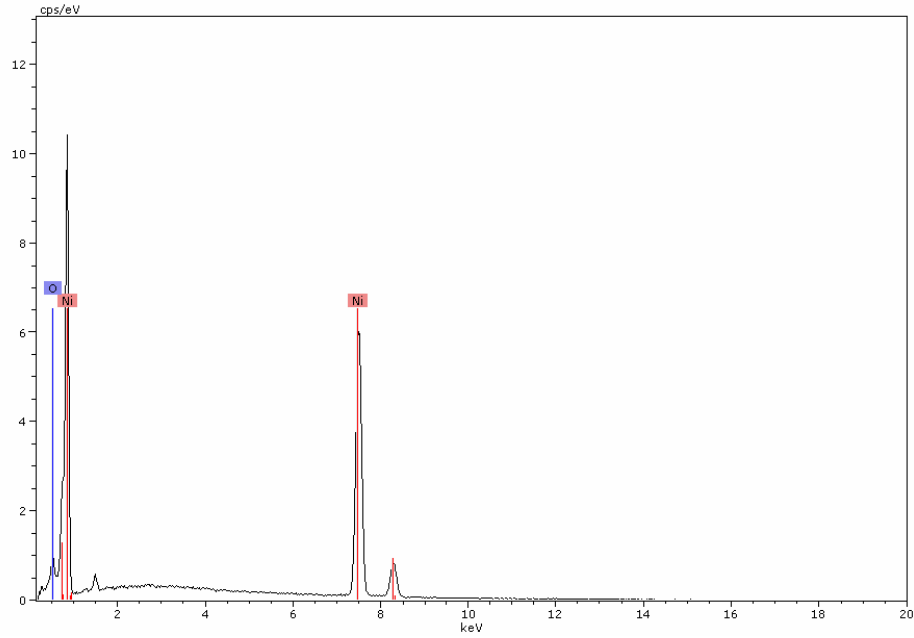
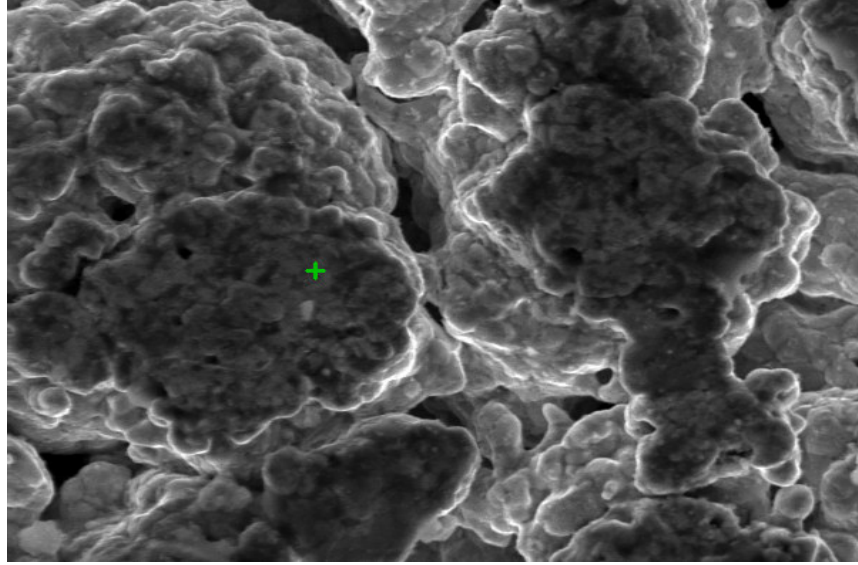
4.3.1. EDX (Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi) Analizleri

Şekil 4.6'da %70Tinkal+%30Ni kompozitinin 900C° EDX analizi verilmiştir. noktasal analiz uygulanmıştır analiz sonuçlarına göre Ni ve O elementi bulunmuştur.



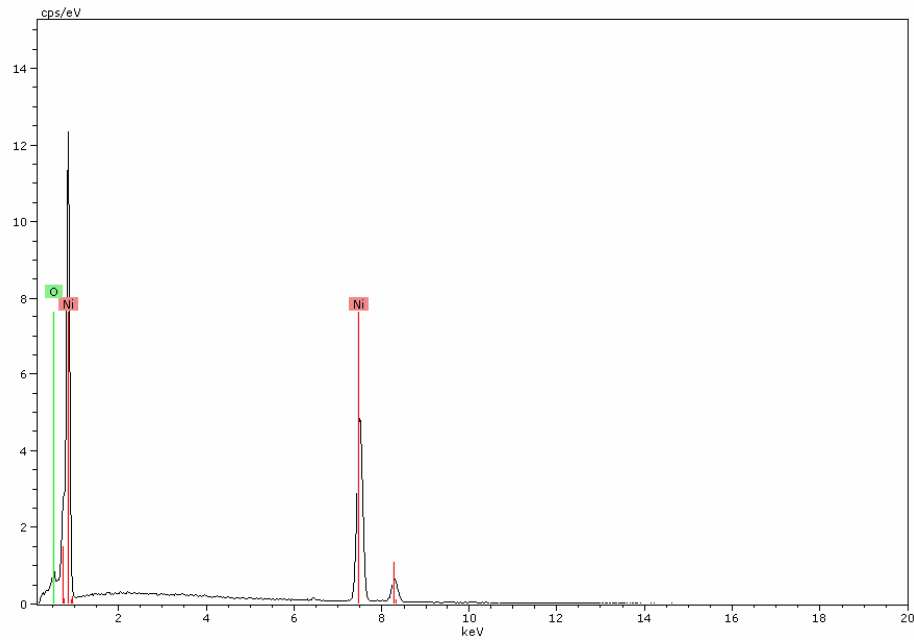
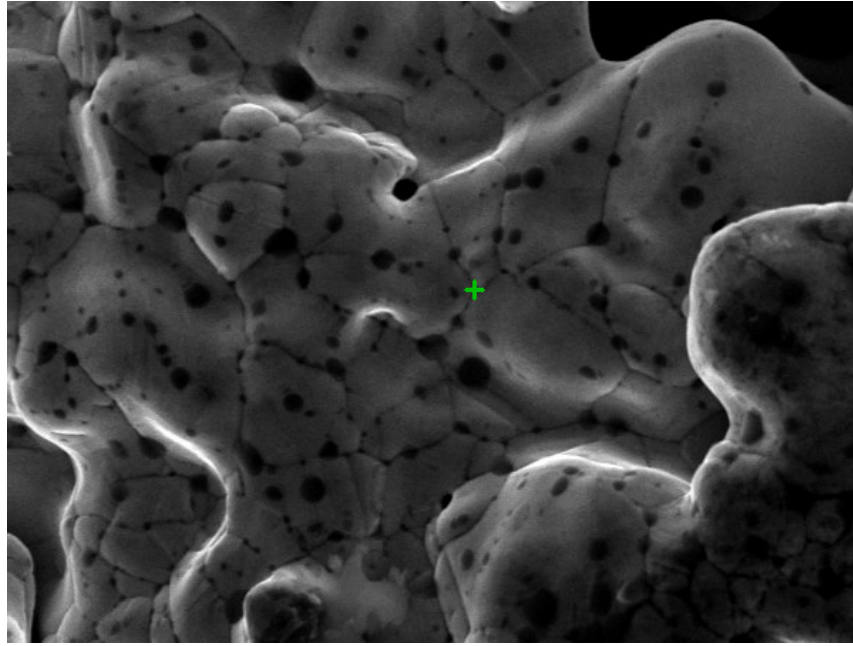
Şekil 4.6 : %70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 900C°

Şekil 4.7’de %70Tinkal+%30Ni kompozitinin 1000C° EDX analizi verilmiştir. Noktasal analiz uygulanmıştır ve analiz sonuçlarına göre Ni ve O elementi bulunmuştur. Ni kaplama uygulandığı için Tinkal tamamen kaplandığı düşünülmektedir.



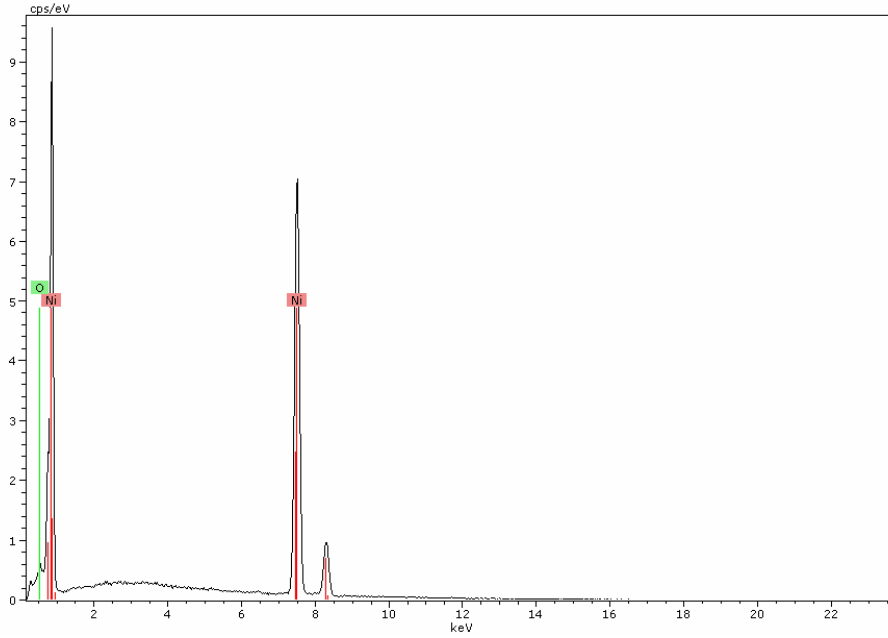
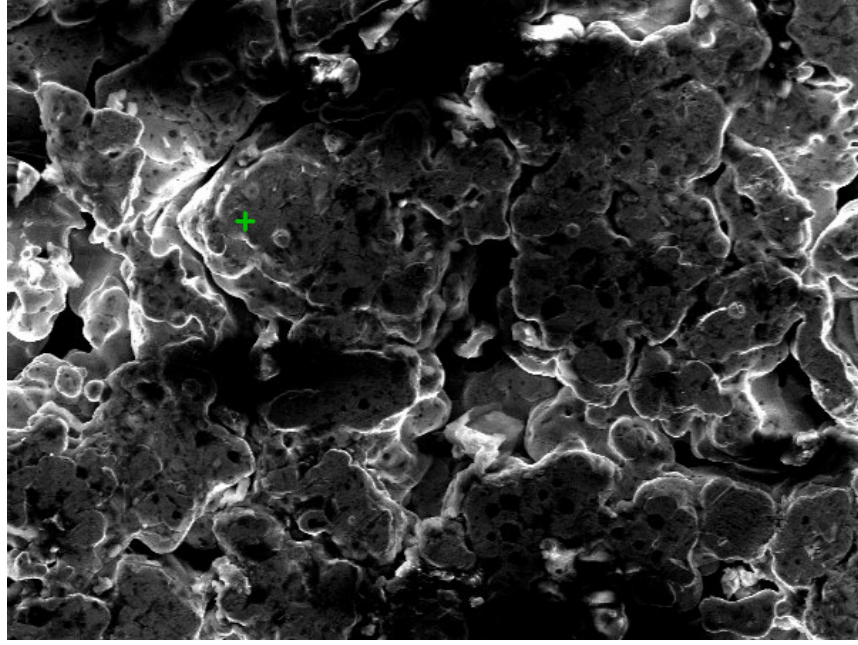
Şekil 4.7 : %70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1000C°

Şekil 4.8’de %70Tinkal+%30Ni kompozitinin 1100C° EDX analizi verilmiştir.tane sınırına noktasal analiz uygulanmıştır analiz sonuçlarına göre Ni ve O elementi olduğu gözlenmiştir.



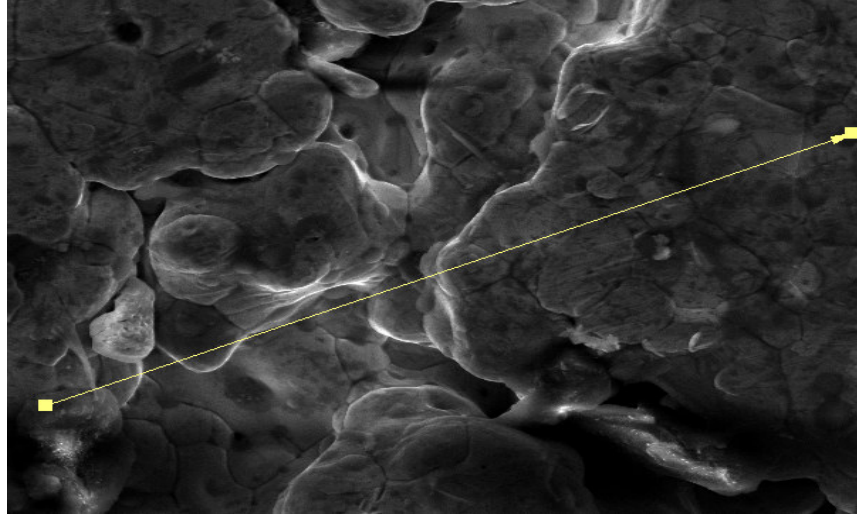
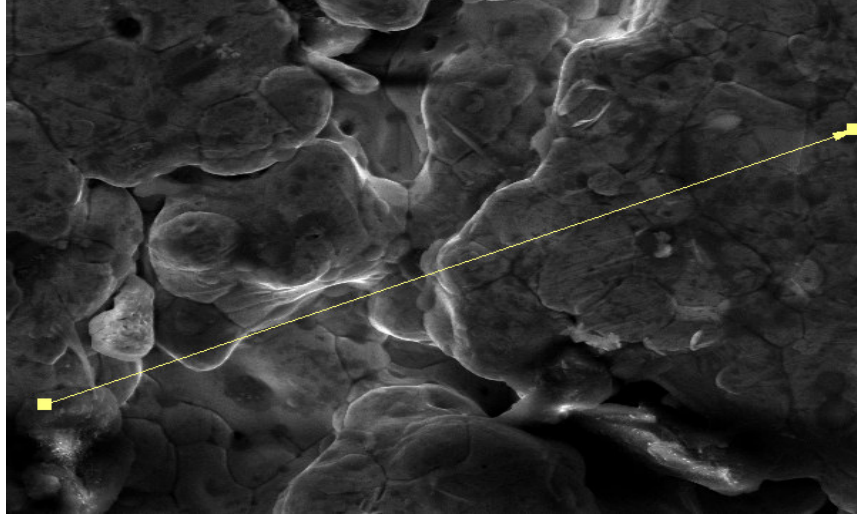
Şekil 4.8 : %70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1100C°

Şekil 4.9’da %70Tinkal+%30Ni kompozitinin 1200C° EDX analizi verilmiştir. noktasal analiz uygulanmıştır analiz sonuçlarına göre Ni ve O elementi bulunmuştur. Ni kaplama uygulandığı için Tinkal tamamen kaplandığı düşünülmektedir.

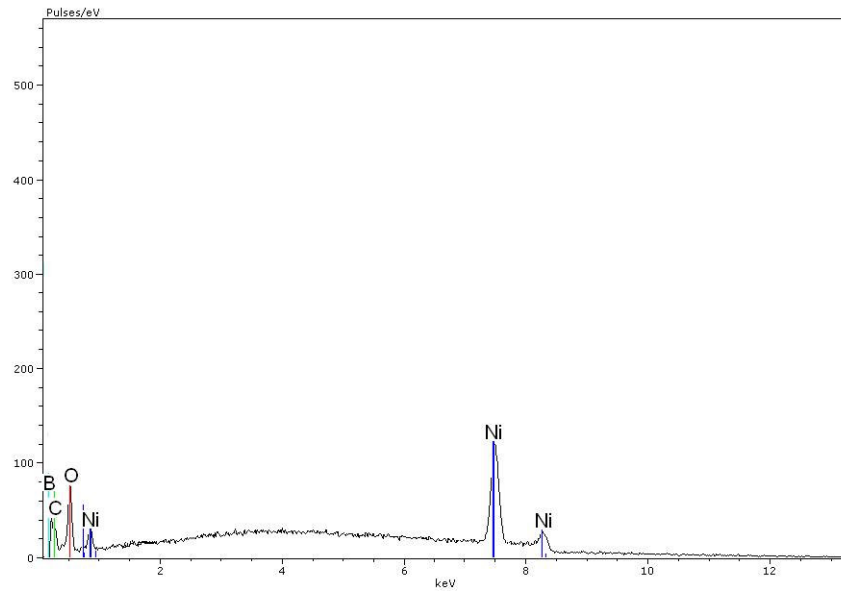
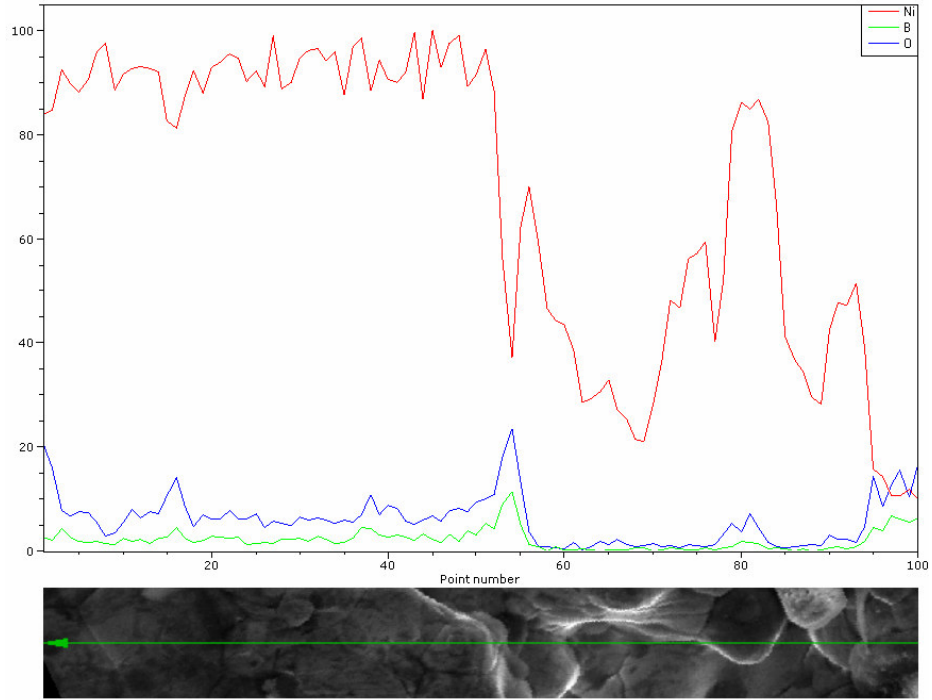


Şekil 4.9 : %70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi 1200C°

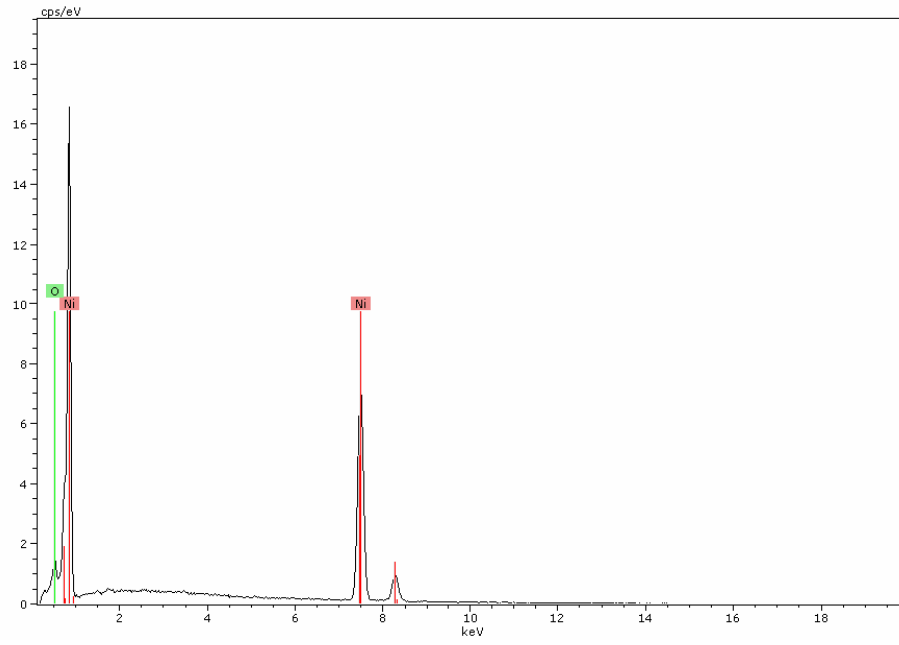
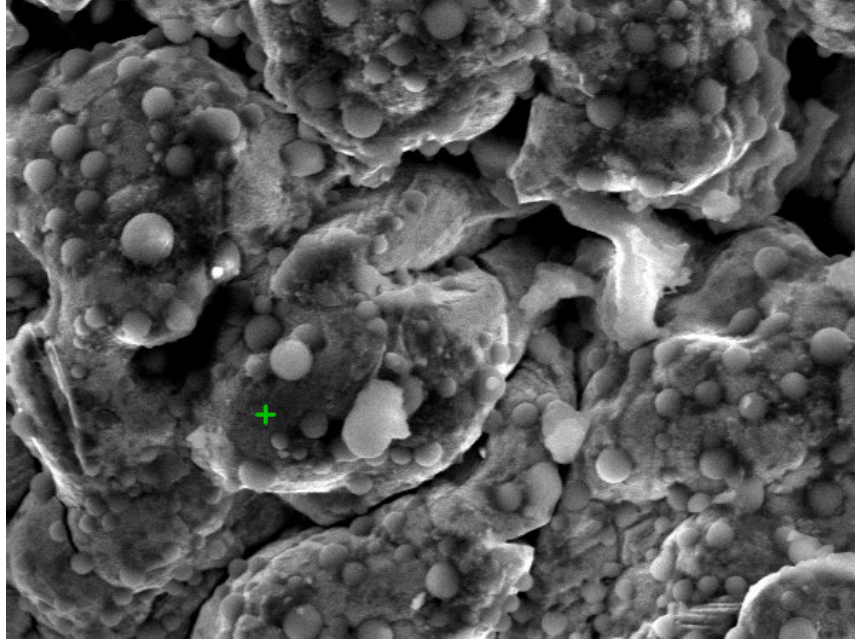
Şekil 4.10'da %70Tinkal+%30Ni kompozitinin 1300C° EDX analizi verilmiştir. çizgisel analiz uygulanmıştır analiz sonuçlarına göre B, Ni ve O elementi bulunmuştur. Tinkal cevheri elektrik akımsız kimyasal kaplama sonucunda Bor mineralinin Ni kaplanarak kompozitte bulunduğu gözlenmiştir. Analiz sonucu da bunu desteklemektedir.



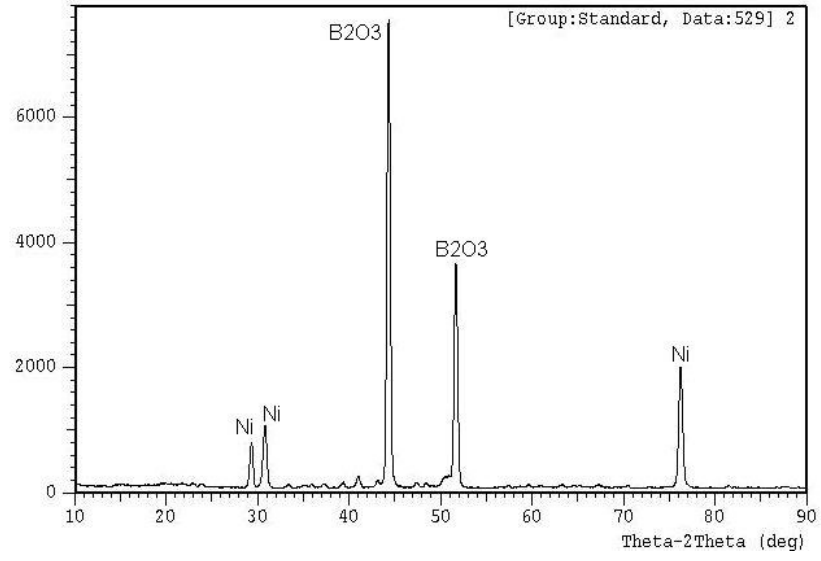
Şekil 4.10'da %70Tinkal+%30Ni kompozitinin EDX analizi (1300C°)



4.10 : %70 Tinkal+%30 Ni kompozitinin EDX analizi (1300C°)



Şekil 4.11 : %70 Tinkal+%30 Ni kompozitinin EDX analizi 1300C°



Şekil 4.12 : %70Ti+30Ni kompozitinin XRD analizi 1300C°

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Yapılan bu çalışmada ilk olarak “%70 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 10\text{H}_2\text{O}$), Tinkal’in nikel kaplanması” üzerine deneysel çalışmalar yapılmıştır. Burada kullanılan electroless(elektrik akımsız) nikel kaplama yönteminde, kullanılan banyo kimyasallarının oranları ile banyo sıcaklığı ve pH değerinin iyi ayarlanması, reaksiyonun tam olarak gerçekleşmesi gerektiği kanısına varılmıştır. Kaplanmış tozların sinterlenmesi için tüp fırında argon atmosferi seçilmiştir. sinterleme işlemi sonucu ortalama 33,13HV sertliğe, tok bir yapıya sahip olan kompozit bir malzeme elde edilmiştir.

Ni kaplanmış “Tinkal” tozları 900, 1000, 1100, 1200 ve 1300 $^{\circ}\text{C}$ sinterleme sıcaklığı seçilmiştir. Bu sıcaklıklarda normal atmosfer ve argon gazı korumalı atmosferde sinterleme işlemleri gerçekleşmiştir. Bu farklı sinterleme sıcaklıkları birbiri ile kıyaslandığında kompozitin en iyi normal atmosfer ve argon gazı korumalı atmosferde 1300 $^{\circ}\text{C}$ ’ de sinterlendiği, 900 $^{\circ}\text{C}$ ’ de argon gazı korumalı atmosferde de kompozitin sinterlendiği ancak yapılan mikrosertlik analizi sonucu diğer sıcaklıklara göre düşük olduğu gözlemlenmiştir. Tinkal cevherinin kimyasal yöntemle nikel kaplanarak üretilen kompozitinin mekaniksel özelliklerinin incelenmesi sonucu bu yöntemin birçok avantajlarının olduğu gözlemlenmiştir. Yapılan bu çalışmalar gösteriyor ki toz metalurjisi metodu kullanılarak üretilen kompozitlerinde nikel kaplama alternatif bir metot olarak kullanılabilirliğini kanıtlamıştır. Tinkal’in metallerle kompozit oluşturarak düşük yoğunluk, yüksek elastik modülü ve yüksek kırılma tokluğu gibi iyi mekanik özelliklerin elde edildiği gözlemlenmiştir.

Kimyasal metotla nikel kaplanmış Tinkal cevherinin katı hal sinterlemesi, gerekli deneylerin yapılarak sonuçlarının analiz edilmesi bu çalışmanın genel amacı olarak belirlenmiştir. Literatüre bakıldığında kimyasal nikel kaplama ile ilgili birçok çalışma bulabiliriz. Bunlardan $\text{AlN} + \text{Al}$ tozlarının nikel kaplanarak sinterlenmesi gerçekleştirilmiştir. Hatta oluşan ekzotermik reaksiyonla sinterleme sıcaklığı 640 $^{\circ}\text{C}$ olarak belirtmiştir(Hanyaloğlu 1996).

Kaplama tekniklerinden kimyasal kaplama tekniği yine literatürde birçok araştırmacı tarafından kullanılmıştır. Ancak kullanılan kaplama banyoları yapılan bu tez çalışmasından farklıdır. Örneğin Sharma ve arkadaşları tungsten karbür(WC)' ü nikel kaplamaya çalışmışlar ve kaplamadan kaynaklanan Ni_3P elde etmişlerdir.

Bu çalışmada kullanılan kaplama tekniğinde $NiCl_2.6H_2O$ (Nickel chloride)' ın yanı sıra Hydrazine Hydrate ($N_2H_4.H_2O$) kullanılarak tam nikel elde edilmiştir. Bu da sinterleme için büyük bir avantaj olmuştur. Sinterleme sıcaklığına ve tekniğine bakıldığında çalışmada geçici sıvı faz sinterlemesi ve oluşabilecek ekzotermik reaksiyonlar göz önünde tutularak literatürde de belirtildiği üzere $1150^{\circ}C$ ' de sinterleme gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sıcaklığı üzerinde Velez ve arkadaşları WC kompozitinin sıvı faz ile farklı sıcaklıklarda sinterleme yapmışlar ve $1150^{\circ}C$ uygun sıcaklık olarak tespit etmişlerdir. Bu sıcaklıkta elde ettikleri fazın Ni_2W_4C şeklinde olduğunu Gidikova ve arkadaşlarının çalışmasını referans göstererek ispatlamışlardır.

Surender ve arkadaşlarının elektroliz yoluyla yapmış oldukları nikel kaplama sonucunda WC toz tanecikleri üzerinde yaklaşık $0,2 A/cm^2$ boyutlarında nikel parçacıkları elde ettikleri bilinmektedir. Bizim yaptığımız çalışmada da nikel tanecik boyutlarının yaklaşık $0,5 \mu m$ olarak tespit etmiş bulunmaktayız. Bu da gösteriyor ki kimyasal metotla nikel kaplama sonucu tane boyutu standartlarda elde edilmiştir.

Tüm bu bilgiler ışığı altında yapılan deneysel sonuçlar bize şu sonuçları vermiştir;

- Tinkal cevheri electroless nikel kaplama yöntemiyle nikel kaplanmıştır.
- Hydrazine hydrate banyosu saf nikel elde etmemizi sağlamıştır.
- Nikel kaplanan Tinkal cevheri analizler sonucu kaplama işleminin gerçekleştiği gözlenmiştir.
- Kaplanan Tinkal cevheri sinterleme işleminde argon atmosferinde tüp fırın seçilmiş, sinterleme sonrası elde edilen numunenin ortalama sertlik değeri $89,85 HV$ olarak ölçülmüştür.

- Katı hal sinterleme metodu ile 1300 °C’ de nikel kaplanmış Tinkal cevheri sinterlenmiştir.
- Sinterleme argon gazı altında yapılarak oksidasyon önlenmeye çalışılmıştır.
- Normal atmosfer altında sinterleme oksidasyonu ve genel olarak NiO meydana getirdiği, numunenin koyu gri rengi sinterleme sonucu yeşilimsi renge dönüşerek tesbit edilmiştir.
- Sinterleme sonrası malzemenin yoğunluğunda bir artış elde edilmiştir.
- Sinterleme sonrası en uygun sıcaklık olan 1300 °C’ de argon atmosferi altında olduğu tesbit edilmiştir.
- Kimyasal yöntemle nikel kaplanmış olan Tinkal cevheri hazırlanan numunelerin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunlukları ile sinterleme sonrası sertlik değerleri istenilen değerlerde çıkmamıştır. Bunun nedenleri ise, çalışmada uygulanan tek eksenli soğuk presleme sonucu oluşan gözenekli bir yapının olması, preslemede kullanılan tozların tane boyutlarının aynı olması olarak düşünülmektedir.

5.2. Öneriler

- Şekillendirmenin tek eksenli soğuk presleme yerine soğuk izostatik presleme ile yapılması presleme sonucu yapıdaki gözenekliliğin ortadan kalkmasını sağlayabilir.
- Yine gözenekliliğin oluşmaması için kuru preslemede aglomerasyonun yapılması gerekmekte ve toz granülometresi ayarlaması yapılmalıdır.
- Sinterleme kesinlikle koruyucu gaz atmosferinde gerçekleştirilmeli ve sinterleme sıcaklığında bekleme süresi dikkate alınmalıdır.
- Sağlık açısından kaplama esnasında gerekli koruyucu önlemler kesinlikle alınmalıdır.
- Tinkal’ın nikel kaplama sonrası yıkama işlemine önem verilmeli ve gerekirse yıkama defalarca tekrarlanmalıdır. Son olarak ta asetonla iyi bir şekilde yıkandıktan sonra etüvde 24 saat bekletilmelidir.

6. KAYNAKLAR

- Chen, Y., Cao, M., Xu, Q., ve Zhu, J., 2003.”Electroless Nickel Plating on Silicon Carbide Nanoparticles”, Surface and Coatings Technology, pp. 90- 94.
- Erol, A., 2000 , “The electroless nickel plating of silicon carbide and aluminium powder mixtures”, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Dergisi, 2 (1) s.135-142
- German, R., M., 1996, “Sintering Theory and Practice”, John Wiley & Sons, Inc, pp. 8-13, New York.
- German, R., M., 1996, “Sintering Theory and Practice”, John Wiley & Sons, Inc, pp. 3-20, New York.
- Kretz, F., Gacsi, Z., Kovacs, J., ve Pieczonka, T., 2004,”The Electroless Deposition of Nickel on SiC Particles for Aluminum Matrix Composites”, Surface and Coatings Technology, pp. 575- 579.
- Kurt, A., 1992, “Toz Metal Bronz Yatak Malzemelerinin Özellikleri” Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Öveçoğlu, M., L., 1997, “Toz Metalurjisi: Tarihsel Gelişim, Üretim Aşamaları ve Yeni Eğilimler”, 9. Uluslararası Metalurji Ve Malzeme Kongresi, s 449- 475, İstanbul.
- Sarıtaş, S., 1995, “Powder Metallurgy Processed Materials, Metallurgy and Materials”, Gazi Üniversitesi Müh. Mim. Fak., pp. 437-445,Ankara.
- Sharma, A., K., Suresh, M., R., Bhojraj, H., Narayanamurthy, ve H., Sahu, R., P., 1998, “Electroless Nickel Plating on Magnesium Alloy”, Metal Finishing, Mar, pp 10-18.

Velez, M., Quinones, H., Di Giampaolo, A., R., Lira, J., ve Grigorescu, I., C., 1999,” Electroless Ni±B Coated WC and VC Powders as Precursors for Liquid Phase Sintering”, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, pp. 99-102.

Yılmaz, F., Akbulut, H., 1994,“Seramik Partiküllerle Takviye Edilmiş Alüminyum-Bakır Alaşımlarının İncelenmesi” TÜBİTAK Makine Malzeme ve İmalat Sistemleri Araştırma Grubu.

<http://www.turktoz.gazi.edu.tr/makale.htm>, 10.4.2004.

<http://www.kimyaevi.org/elementler/bor/bor.asp>

<http://www.etiholding.gov.tr>

<http://www.bilimbiz.com>

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	Derya Akın
Doğum Yeri	İzmir
Doğum Tarihi	24.01.1982
Medeni Hali	Evli
Yabancı Dili	İngilizce
Eğitim Durumu (Kurum Ve Yıl)	
Lise	İZMİR İNÖNÜ LİSESİ 1995-1998
Lisans	AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ Metal Eğitimi Bölümü 2001-2005
Yüksek Lisans	Afyon Kocatepe Üniversitesi Metal Eğitimi Ana Bilim Dalı 2005-2008
Çalıştığı Kurum/Kurumlar Ve Yıl Aralığı	
Afyon Kocatepe Üniversitesi İşçehisar Meslek Yüksekokulu	2006-2007
Dumlupınar İlköğretim Okulu	2006-2007
Özlem Özyurt İlköğretim Okulu	2007-
Yayınları (SCI Ve Diğer)	

Diğer Konular