

**SICAK PRESLEME TEKNİĞİYLE ÜRETİLEN CoCrMo TOZ
ALAŞIMININ SİNERLEME SICAKLIKLIĞININ MİKROYAPI
ÜZERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

Ahmet BALIN

Yüksek Lisans Tezi

Metalurji Eğitimi Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. İlyas SOMUNKIRAN

OCAK-2011

**T.C
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SICAK PRESLEME TEKNİĞİYLE ÜRETİLEN CoCrMo TOZ ALAŞIMININ
SİNERLEME SICAKLIKLIĞININ MİKROYAPI ÜZERİNE
ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet BALIN

(08122102)

**Ana Bilim Dalı: Metalurji Eğitimi
Bilim Dalı: Döküm**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 17 Ocak 2011

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. İlyas SOMUNKIRAN

OCAK-2011

**T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SICAK PRESLEME TEKNİĞİYLE ÜRETİLEN CoCrMo TOZ ALAŞIMININ
SİNERLEME SICAKLIĞININ MİKROYAPI ÜZERİNE ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet BALIN

Anabilim Dalı: Metalurji Eğitimi

Programı: Döküm

Bu Yüksek Lisans Tezi, 03/02/2011 tarihinde aşağıda belirtilen jüri tarafından oybirliği / oyçokluğu ile başarılı / başarısız olarak değerlendirilmiştir.

Danışman : **Yrd. Doç. Dr. İlyas SOMUNKIRAN**

Üye : **Doç. Dr. Mehmet KAPLAN**

Üye : **Doç. Dr. Hanbey HAZAR**

Bu Yüksek Lisans Tezinin kabulü, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun .../.../2011 tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans çalışmamda fikir ve önerileriyle beni yönlendiren ve her konuda yardımlarını esirgemeyen Sayın Hocam Yrd. Doç. Dr. İlyas SOMUNKIRAN' a, Mekanik Metalurji Bilim Dalı öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Halis ÇELİK'e ve Döküm Bilim Dalı Başkanı Sayın Doç. Dr. Mehmet KAPLAN' a yürekten teşekkür ederim. Ayrıca deney numunelerinin üretimi esnasında bilgi ve tecrübesiyle her türlü yardım ve desteğini esirgemeyen Tunceli Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Sayın Yrd. Doç. Dr. Ertuğrul ÇELİK'e de özellikle teşekkür ederim.

1945 nolu proje kapsamında maddi destek ile çalışmalarımı tamamlamamı sağlayan Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (FÜBAP)' ne teşekkür ederim.

Özellikle her türlü desteğini benden esirgemeyen sevgili saygıdeğer aileme teşekkürlerimi en içten dileklerle sunarım.

Ahmet BALIN
ELAZIĞ – 2011

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	I
İÇİNDEKİLER.....	II
ÖZET	V
SUMMARY	VI
ŞEKİLLER LİSTESİ	VII
TABLolar LİSTESİ	XI
KISALTMALAR LİSTESİ	XII
SEMBOLLER LİSTESİ	XIII
1. GİRİŞ	1
1.1. TOZ METALURJİSİ.....	2
1.1.1. T/M Parçaların Pazar Payları	3
1.1.2. Toz Metalurjisinin Geleneksel ve Yeni Uygulama Alanları	3
1.1.3. Toz Metalurjisinin Diğer Üretim Yöntemlerine Göre Faydaları.....	4
1.1.4. Toz Metalurjisinin Genel Avantajları.....	4
1.1.5. Metal Tozlarının Üretim Yöntemleri.....	5
1.1.5.1.Kimyasal Yöntemler.....	5
1.1.5.1.1. Gaz Altında Katının Ayrışması	5
1.1.5.1.2. Termal Ayrışma	6
1.1.5.1.3. Sıvı Fazdan Çöktürme	6
1.1.5.1.4. Gazdan Çöktürme.....	6
1.1.5.2.Elektrolitik Yöntemler.....	6
1.1.5.3.Mekanik Yöntemler.....	7
1.1.5.4.Atomizasyon.....	8
1.1.5.5.Ticari Yöntemler	8
1.1.5.5.1. Su Atomizasyonu.....	8
1.1.5.5.2. Gaz Atomizasyonu	9
1.1.5.5.3. Yağ Atomizasyonu	10
1.1.5.5.4. Vakum Atomizasyonu	10
1.1.5.5.5. Döner Elektrot Atomizasyonu.....	11
1.1.5.6.Yan Ticari Yöntemler.....	12

1.1.5.6.1. Ultrasonik Gaz Atomizasyonu	12
1.1.5.6.2. Döner Disk Atomizasyonu	12
1.1.5.6.3. Silindir Atomizasyonu	13
1.1.5.6.4. Santrifüj Yöntemi	13
1.1.5.6.5. Titreşim Elektrod Yöntemi	14
1.1.6. T/M Yöntemi ile Parça Üretim Süreci	14
1.1.7. Tozların Karıştırılması	15
1.1.8. Karışımın Preslenmesi	16
1.2. SICAK PRESLEME	16
1.2.1. İşlem İlkeleri	17
1.2.2. Sıcak Preslemede Farklı Üretim Parametreleri	20
1.2.3. Toz Karışımlarının Hazırlanması	20
1.2.4. İşlem Ekipmanları	22
1.2.5. Tozların Sıcak Preslenmesi	23
1.2.6. Sıcak Presleme Makinesi	23
1.2.7. Sıcak Presleme Kalıbı	24
1.2.8. Sıcak Presleme ve Sinterleme İşlemi	25
1.2.9. Sıcak Preslemenin Avantajları	26
1.3. SİNERLEME	26
1.3.1. Katıhal Sinterlemesi	27
1.3.2. Katıhal Sinterleme Aşamaları	28
1.3.3. Sıvı Faz Sinterlemesi	30
1.3.4. Sıvı Faz Sinterleme Aşamaları	30
1.3.5. Sıvı Akışı İle Yeniden Düzenleme	32
1.3.6. Çözünme-Yeniden Çökelme Aşaması	33
1.3.7. Mikroyapısal İrileşme	35
1.3.8. Sürekli ve Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi	36
1.3.9. Sinterlemeye Etki Eden Faktörler	38
1.3.10. Sıcaklık ve Süre	39
1.3.11. Toz Partiküllerinin Boyutu	39
1.3.12. Toz Karışımlarının Bileşimi	40
1.3.13. Ham Yoğunluk	40

1.3.14. Koruyucu Atmosferin Bileşimi	41
1.4. T/M TEKNOLOJİSİ VE METALİK BİYOMALZEMELER	42
1.4.1. Toz Metal Teknolojisinin Biyomalzemelere Sağladığı Katkılar	43
1.4.2. Biyomalzemelerin Toz Metalurjisi ile Şekillendirilmesi	45
1.4.3. Biyomalzemelerin Kullanım Yerleri	47
1.4.4. Kobalt Esaslı Alasımlar	48
1.4.5. Biyomalzemelerin Geleceği	50
2. MATERYAL VE METOT	52
2.1. Deney Numunelerinin Üretimi ve Kullanılan Tozların Özellikleri	52
2.2. Toz Karışımının Hazırlanması	58
2.3. Sıcak Presleme Grafit Kalıpları ve Metal Çekirdek Kalıbın Hazırlanması	59
2.4. Sıcak Presleme İşlemi	63
2.5. Yoğunluk Ölçme İşlemi	66
2.6. Mikrosertlik Ölçüm İşlemi	67
2.7. Üç Noktalı Eğme Deneyi	69
2.8. Mikroyapı İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması ve Mikroyapı Çalışmaları	71
2.9. Optik Görüntülerin Alınması ve Gözeneklilik Oranının Tespit Edilmesi	72
2.10. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Görüntüleri ve EDX Analizi	72
2.11. XRD İncelemesi	73
3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA	74
3.1. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları	74
3.2. Üç Noktalı Eğme Deneyi Sonuçları	76
3.3. Mikrosertlik Ölçüm Sonuçları	78
3.4. Optik Görüntüler ve Gözenekliliğin Tesbiti	79
3.5. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve EDS-EDX Sonuçları	83
3.6. Kırık Yüzey İncelenmesi	99
3.7. X-Ray Işınımı İncelenmesi	101
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	105
5. ÖNERİLER	109
KAYNAKLAR	110
ÖZGEÇMİŞ	115

ÖZET

Bu çalışmada CoCrMo toz metal alaşımı sıcak presleme tekniğiyle üretilmiştir ve üretilen bu numunelerde mikroyapısal ve mekaniksel olarak incelemede bulunulmuştur. % 67.5 Co, % 27.5 Cr, % 5 Mo oranında karıştırılan metal tozları 88 tipi 360° dönebilen karıştırıcıda polietilen glikol (PEG) yağlayıcı ve Cr kaplı bilyalar eklenerek homojen bir şekilde karıştırılmıştır. Daha sonra hazırlanan karışımlar grafit kalıplara doldurularak argon gazı atmosferindeki tam otomasyonlu sıcak preste 750, 800, 850, 900 °C'deki dört farklı sıcaklıkta 115 Bar basınç altında sinterlenerek deney numuneleri elde edildi. Bu numunelere imalat sonrası gerekli metalografik işlemler yapıldıktan sonra üç noktadan eğme, kırık yüzey, mikrosertlik, yoğunluk ölçümü, mikroyapı, XRD incelemeleri yapılmıştır.

Deneysel çalışmalar sonucunda sinterleme sıcaklığının artmasıyla birlikte eğilme-uzama mukavemetlerinin, mikrosertliklerin ve yoğunlukların doğrusal olarak arttığı; buna karşın gözenekliliğin 3 nolu numune haricinde doğrusal olarak azaldığı gözlenmiştir. 3 nolu numunede oluşan bileşik karakterli yapıların mikrogözeneklerde çökelmelere neden olmasından dolayı topaklaşmalar görülmüştür. Mikroyapı incelemeleri neticesinde 750 ve 800 °C sinterleme sıcaklıklarının yetersiz olduğu ve bundan sonraki sinterleme sıcaklıklarında daha az gözenekli ve daha iyi bileşik karakterli yapıların olduğu gözlenmiştir. 850 °C sinterleme sıcaklığında ise yapraksı bölgeye denk geldiği için bileşik karakterli yapıların çökelmeleri gözlenmiştir. XRD incelemelerinde ise numunelerin daha çok elementel halde oldukları tespit edilmiştir. Artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte Co-Mo arasında çok sayıda bileşik oluşmuştur. Cr'un ergime sıcaklığının çok yüksek olmasından dolayı bileşik oluşturmamış sürekli elementel halde bulunduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada; sıcak presleme tekniğiyle farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen CoCrMo toz alaşımları 900 °C' deki sinterleme sıcaklığında en iyi mikroyapı ve bazı mekanik özelliklere sahip olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Sıcak presleme, Toz metalurjisi, mikroyapı, CoCrMo süperalaşım.

SUMMARY

The Investigation of The Effect of Sintering Heat on Microstructure in CoCrMo Powder Alloy Produced via Hot Pressing Technique

In this study, CoCrMo powder metal alloy was produced by means of hot pressing technique and this specimens which was produced was investigated as mechanical and microstructural. Metal powders added in ratio wt.% 67.5 Co, 27.5 Cr and 5 Mo were mixed as homogen by adding PEG lubricator and balls covered with Cr in a mixer which can turn 360 °C. Then these mixtures were sintered in hot press which have in argon atmosphere at temperature of 750, 800, 850, 900 °C and pressure of 115 MPa by filling to graphite molds. Then this samples producted have done three point bending, fracture surface, micro hardening, density measurement, microstructure, X-Ray diffraction investigation when done necessary metallographic procedure.

Experimental studies and the results showed that sintering treatments during different temperatures increases the bending-extension strength micro hardening and intensity increases as linearly and the porosity sample linearly decreased except 3th sample. Lumpys occurred due to the deposition of microporosity composite character of structures. The result of this study showed that microstructure investigations observed as lower a result of the sintering temperature of 750 and 800 ° C and in subsequent higher sintering temperatures observed less porous and better the composite character of buildings. region the composite character with flaky were observed precipitation structures at sintering temperature of 850 ° C . The elemental structures were observed in this examples as a result of XRD diffractions. A large number of compounds between Co-Mo were formed as well as increasing the sintering temperature. Due to high melting temperature of Cr, Cr has not created the compound and were always observed in elemental structure. In this study, produced CoCrMo powder alloys via hot pressing technique in different sintering temperatures were observed to have been at the best sintering temperature on microstructure and mechanical properties at 900 ° C.

Key Words: *Hot pressing, powder metallurgy, microstructure, CoCrMo superalloy*

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1. T/M parçaların pazar payları	3
Şekil 1.2. Elektrolitik çökelme	7
Şekil 1.3. Mekanik öğtozlaütme	7
Şekil 1.4. Su atomizasyonu	8
Şekil 1.5. Dikey gaz atomizasyonu	9
Şekil 1.6. Küresel şekilli gaz atomize kalay tozlarının genel yüzey görüntüleri	10
Şekil 1.7. Vakum atomizasyon düzeneği	11
Şekil 1.8. Döner elektrot atomizasyon yöntemi	11
Şekil 1.9. Ultrasonik gaz atomizasyonu işlemi	12
Şekil 1.10. Döner disk atomizasyon işlemi	12
Şekil 1.11. Silindir atomizasyon düzeneği	13
Şekil 1.12. Santrifüj yöntemi	14
Şekil 1.13. Titreşim elektrot yöntemi	14
Şekil 1.14. Toz metalurjisi işleminin şematik gösterimi	15
Şekil 1.15. İndüksiyon ile kalıbın ısıtılması	18
Şekil 1.16. Endirekt ısıtma tekniği	19
Şekil 1.17. Direkt ısıtma tekniği	19
Şekil 1.18. Toz karıştırma sistemleri	20
Şekil 1.19. Üç boyutlu dönebilen toz karıştırma mikseri	21
Şekil 1.20. Sıcak presleme makinesi	24
Şekil 1.21. Grafit kalıbın perspektif görünümü	25
Şekil 1.22. Sinterleme sıcaklık-zaman grafiği	26
Şekil 1.23. Küresel partiküller için katı hal sinterleme aşamaları	29
Şekil 1.24. Sinterleme sırasında metalurjik bağların oluşumu ve gözeneklerin değişimi	29
Şekil 1.25. Geleneksel sıvı faz sinterleme ve bağıntılı mikroyapısal değişimler	31
Şekil 1.26. Sıvı faz sinterlemesinde aşamaların şematik olarak gelişimi	31
Şekil 1.27. Yeniden düzenlenme ve çok kristalli parçacıkların parçalanmasının şematik gösterimi	33

Şekil 1.28. Temas bölgelerinde ergiyeğin tane sınırı boyunca ilerlemesi ve yumru oluşumu.....	34
Şekil 1.29. Geçici sıvı faz sinterlemesi 1	37
Şekil 1.30. Geçici sıvı faz sinterlemesi 2	37
Şekil 1.31. Sürekli sıvı faz sinterlemesi 1	38
Şekil 1.32. Sürekli sıvı faz sinterlemesi 2	38
Şekil 1.33. Gözenek miktarının mekanik özelliklere etkisi.....	41
Şekil 1.34. Ortopedide kullanılan çeşitli implantlar ve kullanım yerleri	47
Şekil 2.1. CoCrMo tozunun 200 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	53
Şekil 2.2. CoCrMo tozunun 200 büyütmedeki EDS sonuçları	54
Şekil 2.3. 500 büyütmede alınmış SEM görüntüsü ve 2 nolu spektrum.....	55
Şekil 2.4. 2 nolu spektrum EDX ve EDS analizleri	55
Şekil 2.5. Cr tozunun 1000 büyütmede SEM görüntüsü	56
Şekil 2.6. 1 nolu noktadan alınan EDS ve EDX analizleri	56
Şekil 2.7. 2000 büyütmede alınmış Mo tozunun SEM görüntüsü.....	57
Şekil 2.8. 1 nolu noktanın EDX ve EDS analizleri	57
Şekil 2.9. Numunelerin üretiminde kullanılan 88 tipi mikserin ön, yan, üst görünüşleri	58
Şekil 2.10. Kompaktlanmaya hazır haldeki grafit kalıp	59
Şekil 2.11. Sıcak presleme kalıbının hazırlanışı.....	62
Şekil 2.12. Sıcak presleme işlemiyle elde edilen numune.....	63
Şekil 2.13. Sıcak presleme makinesi komple ünitesi	64
Şekil 2.14. İşlem basamakları.....	66
Şekil 2.15. Mikrosertlik ölçüm cihazı	67
Şekil 2.16. Vickers sertlik ucu şematik gösterimi	68
Şekil 2.17. Alınan sertlik izlerinin gösterimi.....	69
Şekil 2.18 a) ASTM B 528-83a sıtandardına göre hazırlanmış eğme aparatı, b) Eğme deneyi aparatı resmi	70
Şekil 2.19. Bilgisayar kontrollü nümerik eğme deneyi makinası.....	70
Şekil 2.20. a. Hassas kesme cihazı, b. Kesim işlemlerinin yakından görünüşü	71
Şekil 2.21. Parlatma cihazları.....	71
Şekil 2.22. a. Bilgisayar kontrollü optik mikroskop, b. Görüntü aktarma ünitesi.....	72

Şekil 2.23. a) taramalı elektron mikroskobu (SEM), (b) EDX analiz cihazı.....	73
Şekil 3.1 Sıcaklıkla birlikte gözeneklilik oranının değişimi	74
Şekil 3.2 Sıcaklıkla birlikte yoğunluk oranlarında değişim	75
Şekil 3.3 Co-Cr ikili denge diyagramı	76
Şekil 3.4 Eğme deneyi verileri	77
Şekil 3.5 Mikrosertlik değerleri.....	78
Şekil 3.6. 750 °C’ de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış; ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü	80
Şekil 3.7. 800 °C’ de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış; ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü	80
Şekil 3.8. 850 °C’ de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış; ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü	81
Şekil 3.9. 900 °C’ de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış; ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü	81
Şekil 3.10. Soğuk preslenmiş % 27.5 Cr içeren numunenin dağlanmadan alınmış optik görüntüsü (100x).....	82
Şekil 3.11. 750 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü.....	83
Şekil 3.12. 750 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri	84
Şekil 3.13. 800 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü.....	85
Şekil 3.14. 800 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri	85
Şekil 3.15. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü.....	86
Şekil 3.16. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri	87
Şekil 3.17. 900 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü.....	88
Şekil 3.18. 900 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri	88

Şekil 3.19. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve 5 nolu spektrum.....	89
Şekil 3.20. 5 nolu spektrumun EDS ve EDX analizleri	90
Şekil 3.21. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve 5 nolu spektrum.....	91
Şekil 3.22. 3 nolu spektrumun EDS ve EDX analizleri	91
Şekil 3.23. 750 °C’ de sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve 3 nolu spektrum.....	92
Şekil 3.24. 3 nolu spektrumun EDS ve EDX analizleri	93
Şekil 3.25. 750 °C’ de sinterlenmiş 1 nolu numunenin sem görüntüleri	94
Şekil 3.26. 800 °C’ de sinterlenmiş 2 nolu numunenin sem görüntüleri	95
Şekil 3.27. 850 °C’ de sinterlenmiş 3 nolu numunenin sem görüntüleri	96
Şekil 3.28. 900 °C’ de sinterlenmiş 4 nolu numunenin sem görüntüleri	97
Şekil 3.29. Mo-Co ikili alasmım denge diyagramı	98
Şekil 3.30. Kırık yüzeylerin 200 büyütmede alınmış SEM görüntüleri	100
Şekil 3.31. 1 nolu numunenin XRD analizi.....	101
Şekil 3.32. 2 nolu numunenin XRD analizi.....	102
Şekil 3.33. 3 nolu numunenin XRD analizi.....	103
Şekil 3.34. 4 nolu numunenin XRD analizi.....	104

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 1.1 Sinterleme değişkenlerinin etkileri	27
Tablo 1.2 Sinterleme esnasındaki değişimler ve etkileri.....	39
Tablo 1.3 Biyomalzemelerin kullanım alanlarıyla avantaj ve dezavantajları	48
Tablo 1.4 Protez malzemesi olarak kullanılan Kobalt-Krom esaslı bazı özel alaşımların % ağırlık olarak kimyasal kompozisyonları.....	49
Tablo 1.5 Kobalt-Krom esaslı bazı özel alaşımların mekanik özellikleri	49
Tablo 2.1 Toz karışım oranları.	58
Tablo 2.2. Otomasyon sistem reçetesi	65
Tablo 3.1 Yoğunluk ölçümü sonucu verileri	74
Tablo 3.2 Su atomizasyon (WA) tozlarıyla yapılan malzeme işlem parametreleri.....	75

KISALTMALAR LİSTESİ

T/M	: Toz metalurjisi
PTEF	: Politetrafloroetilen
PEG	: Polietilenglikol
ASTM	: American Society for Testing and Materials
HA	: Hidroksiapatit
HV	: Vickers sertlik ölçümü
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
EDS	: Energy-dispersive
EDX	: Energy dispersive x-ray
XRD	: X ışınları kırınımı
WA	: Su atomizasyonu
OM	: Optik mikroskop

SEMBOLLER LİSTESİ

Al	: Alüminyum
Au	: Altın
Bar	: Basınç birimi
CH₄	: Metan gazı
Co	: Kobalt
CO₂	: Karbondioksit
Cr	: Krom
Cu	: Bakır
dev/dak	: Devir/dakika
Fe	: Demir
FeCl₂	: Demir iki klorür
Gr	: Gram
H₂	: Hidrojen
HNO₃	: Nitrik Asit
HCl	: Hidroklorik asit
kp/mm²	: Kilopont / milimetre kare
kW	: Kilowatt
kV	: Kilovolt
mesh	: Tane büyüklüğü
mm	: Milimetre
ml	: Mililitre
MPa	: Megapaskal
Mo	: Molibden
N	: Newton
N₂	: Azot
Ni	: Nikel
Pd	: Paladyum
Zn	: Çinko
µm	: Mikron metre
°C	: Santigrat derece

1. GİRİŞ

Toz metalurjisi (T/M) teknolojisi kullanılarak metalik malzemeden implant üretimi ile ilgili ilk çalışmalar 1960'lı yıllara dayanmaktadır. İlk çalışmalar Co-Cr-Mo alaşımından gözenekli kalça protezi üretimi üzerine yapılmıştır [50]. Modern bir imalat yöntemi olan ve eski sümerlerin alet ve silah yapımında kullandıkları "Toz Metalürjisi"; ileri teknoloji malzemelerinin üretilmesine çok uygun ve küçük parçaların çok sayıda ve ekonomik üretimini sağlayan önemli bir teknolojidir [1]. T/M' nin amacı, metal ve metal alaşımların tozlarını ergitmeden, basınç ve sıcaklık yardımıyla, dayanıklı cisimler haline sokmaktır. Sinterleme denilen bu ısıtma işlemi, ergitmenin yerini tutmakta ve kullanılan metal tozunun ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta yapılmaktadır. Toz metalurjisi yöntemi son 20-30 yılda, cerrahi implantların etkili olarak gelişmesine önemli katkı sağlamıştır. Özellikle yük taşıma kabiliyetinin önemli olduğu ortopedi ve dişçilik alanındaki implant-kemik bağlantılarında önemli yer tutmaktadır [53]. Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen parçalar üretildikten sonra hemen kullanılacakları gibi, eğer istenirse kaplama ve yüzey sertleştirme gibi ikincil işlemlere de tabi tutulabilir. Döküm veya klasik üretim metodlarıyla elde edilmesi mümkün olmayan parçaların yapımı toz metalurjisi yöntemiyle gerçekleştirilebilmektedir. Co-Cr-Mo alaşımları, implantların mekanik ve korozyon özelliklerini geliştirmek amacıyla yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [51]. Co esaslı süperalaşımlar yüksek sıcaklık yapı elemanları olan askeri ve ticari uçak tribünü motorlarında çok yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu malzemenin gaz tribünü elemanlarında tercih edilmesi; öncelikle süperalaşımların mükemmel çekme gerilmesi, kaynak edilebilirliği, kusursuz işlenebilirlik ve ısı korozyonu direncinin iyi olmasından kaynaklanmaktadır[52].

Toz metalurjisi yönteminde ekonomik ve seri imalat yapılan en avantajlı yöntemlerden biri sıcak presleme tekniğidir. Sıcak presleme tekniğinde Argon gazı atmosferinde basınç ve sinterleme işlemi bir arada yapıldığından ayrı bir sinterleme işlemi gerektirmez. İşlem basınçla birlikte yapıldığı için kısa sürede gerçekleşmektedir. Daha önceden hazırlanmış kalıplar sayesinde grafit kalıplara konulan metal tozları 10 dakikalık kısa bir sürede imal edilebilmektedir. Ayrıca düzgün içyapılı malzemeler, yüksek yoğunluk, düşük maliyet, sıcak presleme tekniğinin avantajları arasındadır. T/M

yöntemiyle oksitlenmeyen seramikler yapılmaktadır. Bu yöntemle saptanan fiziksel özellikleri daha iyi olan ve yüksek yoğunluklara bağlı olarak sağlamlaşma sağlanmaktadır [54]. Bu çalışmamızda toz metal alaşımların şekillendirilebilmesini sağlayan sıcak presleme tekniği kullanılmıştır. Sıcak presleme işlemi, ısı ve basıncı bir arada kullanarak neredeyse tamamen iç gözeneklilikten arınmış bir ürün elde etme işlemidir. Sıcak presleme tekniğinde iç gözeneklilik ve yoğunluk istenilen yönde daha önceden belirlenecek parametreler doğrultusunda ayarlanabilmektedirler. Geleneksel soğuk pres-sinterleme işlemleriyle karşılaştırıldığında sıcak presleme tekniği daha az güç, daha kısa süre, (genellikle 10-15 dakika) ve daha düşük sıcaklıklara ihtiyaç duyar. Ayrıca bu teknikte soğuk presleme-sinterleme işlemine göre, daha yüksek yoğunluklara ulaşılır. Sıcak presleme işleminde 3 ayrı ısıtma tekniği kullanılmaktadır. Bunlar indüksiyon ile ısıtma, endirekt dirençli ısıtma ve direkt dirençli ısıtmadır. Sinterleme işlemine göre daha az gözenekliliğe sahip bir yapı elde edebiliriz. Sıcak presleme ile içyapılar kontrol altında tutulabilmektedir. Sıcak presleme için çok çeşitli teknikler geliştirilmektedir [2].

Bu tez çalışmasında amaç Co esaslı CoCrMo toz alaşımını direkt dirençli sıcak presleme tekniğiyle üretmek, üretilen alaşımlarda presleme sıcaklıklarının mikroyapı özellikleri üzerine etkisini incelemektir.

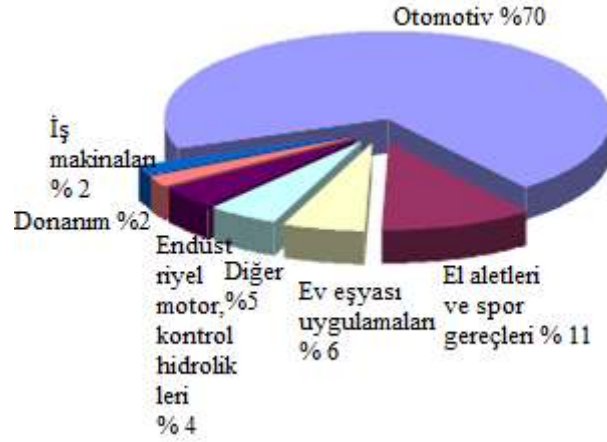
1.1. TOZ METALURJİSİ

Toz metalurjisi (T/M), mekanik ve fiziko-kimyasal yöntemlerle metal ve metalik alaşımlarını toz haline getirmek ve tozları ergitmeden basınç ve sıcaklık yardımıyla iş parçası üretmektir [3]. Bu yöntemde toz halindeki saf metaller, karbon, seramik ve plastik malzemeler birbirleriyle karıştırıldıktan sonra basınç altında preslenir. Daha sonra toz tanelerinin temas yüzeyleri arasında kuvvetli bir bağ oluşturmak ve istenilen özellikleri sağlamak amacıyla, sinterlem olarak ta bilinen, kullanılan metal tozlarının ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta yapılan bir işleme tabi tutulur [4]. Eğer toz karışım halindeyse, karışımdaki en yüksek ergime noktasına sahip tozun ergime sıcaklığının altında yapılır [5]. Toz metalurjisi (T/M), çeşitli metal işleme teknolojileri arasında en farklı üretim tekniğidir. Yüksek kaliteli ve karmaşık parçaların ekonomik olarak üretilmesi, toz metalurjisinin kullanımı etkili kılmaktadır. T/M farklı boyut, şekil ve paketlenme özelliğine sahip metal tozlarının önce preslenmesi ve daha sonra taneciklerin sinterleme yoluyla birleştirilerek sağlam, hassas ve yüksek performanslı

parçalara dönüştürülmesidir. T/M düşük enerji tüketimine, yüksek malzeme kullanımına ve düşük maliyete sahip otomatikleşmiş işlemleri verimlice kullandığı için, sahip olunan bu özellikler ile T/M verimlilik, enerji ve hammadde gibi günümüz kaygılarını ortadan kaldırır. Toz metalurjisi küçük, karmaşık ve boyutsal hassasiyeti yüksek parçaların imalatına oldukça uygundur. Malzeme kaybı yok denecek kadar azdır. Bu yöntemde malzeme kayıpları yoktur ve elde edilen toleranslar isteğe uygun olmakla birlikte düzgün yüzeyler elde edilmektedir [4].

1.1.1. T/M Parçaların Pazar Payları

Toz metalurjisi yöntemi, kompleks şekilli parçaların yüksek kalite ve düşük boyutsal toleransta üretimine olanak sağladığı için diğer metal üretim tekniklerine göre avantajlı bir işlemdir. Bu nedenle toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemelerin pazar payları hızlı bir şekilde artmakta ve bu malzemeler bir çok sektörde kullanım alanı bulmaktadır. Şekil 1.1’de toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemelerin kullanım alanları verilmektedir.



Şekil 1.1. T/M parçaların pazar payları

1.1.2. Toz Metalurjisinin Geleneksel ve Yeni Uygulama Alanları

İmalat endüstrisinde kullanılan toz metalurjisi parçaları büyük ölçüde demir, çelik ve alaşımları, bakır ve bakır esaslı alaşımlar (pirinç, tunç ve nikel, gümüş), alüminyum, paslanmaz çelik, nikel, kalay esaslı tozlardan elde edilen alaşımlardır. Dünya çapında üretilen tüm metalik tozlardan imal edilen sinter parçaların pazar paylarında en büyük kısmı % 86 ile demir-çelik esaslı sinter parçalar almaktadır. Demir esaslı ürünlerden sonra

ikinci sırada %11 pazar payı toplamı ile bakır ve bakır esaslı sinter parçalar, üçüncü sırada %1,4 ile paslanmaz çelik parçalar yer almakta ve bunları sırasıyla % 0,6 ile kalay ve % 0,5 ile alüminyum takip etmektedir. Metal esaslı tozların ve sinter parçaların veya başka bir deyişle toz metalurjisinin önemli uygulama alanları; uzay-havacılık, otomotiv, tarım ve gıda sektörü, ordu donatım, elektrik / elektronik ve manyetik, kimya mühendisliği, aşınma / sert metal / kaplama, tıp ve diş hekimliği, makine, beyaz eşya, işyeri, metalurji mühendisliği gibi alanlar olarak sıralanabilir.

Son yıllardaki bilimsel çalışmaların ışığında, sağladığı malzeme ve uygulama çeşitliliği açısından bu yöntemlerin içerisinde en önemlileri olarak:

1. Mekanik alaşımlama ile ,
2. Gaz fazından nano ölçekli toz üretme yöntemini belirtmek mümkündür.

1.1.3. Toz Metalurjisinin Diğer Üretim Yöntemlerine Göre Avantajları

Kıymetli metaller ve demir esaslı alaşımların üretiminde ergitme esnasında pisliklerin gaz absorpsiyonu veya pota malzemesinin reaksiyonu önlenerek üretimde limit saflık elde edilir. Mekanik ve fiziksel özellikler iyileşir. İstenilen alaşım terkipleri kolaylıkla yapılabilir.

Fe-Ni-Al ve kalıcı mıknatıslar, demir esaslı malzemelerle Ni-Mo ve de Co-W guruplarının oluşturduğu alaşımlar ile sıcaklığa dayanıklı Fe-Cr-Al alaşımları üretiminde ince yapı ve çekme mukavemeti iyidir. Bazı ölçüler dahilinde dövülebilme ve haddeleme kabiliyeti yüksektir. Optimum malzeme sarfiyatı nedeniyle randıman yüksektir.

1.1.4. Toz Metalurjisinin Genel Avantajları

- Büyük miktarda seri ve birbirine yakın parça üretimi.
- Çeşitli işleme operasyonlarının kaldırılması.
- Hassas toleranslarda çalışabilme imkanı.
- Yüzey kalite hassasiyeti.
- Hurda malzemenin asgariye inmesi.
- Kendinden yağlama.
- Kontrollü sürtünme özellikleri.

- Diğer metotlarla elde edilemeyen özellikler (Gözeneklik, metal-seramik bileşimi gibi) [6].

1.1.5. Metal Tozlarının Üretim Yöntemleri

Belirli özellikteki tozların üretiminde farklı üretim yöntemleri kullanılmaktadır. T/M imalat teknikleri ve metal tozları imalat teknolojisi arasında kuvvetli bir bağ vardır. Kullanılan yöntemler üretilen tozun fiziksel özelliklerini etkilemektedir. Bu bakımdan planlanan parça üretimine göre uygun toz seçimi yapılmalıdır [7]. Toz üretim yöntemleri başlıca 4 gruba ayrılır:

- a- Kimyasal Yöntemler
- b- Elektrolitik Yöntemler
- c- Mekanik Yöntemler
- d- Atomizasyon.

Günümüzde ise endüstride kullanılan tozların % 60' dan fazlası atomizasyon yöntemi ile üretilmektedir [8].

1.1.5.1. Kimyasal Yöntemler

Kimyasal yöntemlerle sentezlemede, katı, sıvı veya buhar tepkimeleri ile toz üretimi gerçekleştirilir. Bu sentezleme yöntemlerini:

- a) Gaz altında katının ayrışması
 - b) Termal ayrışma
 - c) Sıvıdan çöktürme
 - d) Gazdan çöktürme
- olmak üzere dörde ayırmak mümkündür.

1.1.5.1.1. Gaz altında katının ayrışması

Metal toz üretiminin en klasik şekli metal oksitleri indirgeyici gaz ortamında indirgeyerek ayrıştırmaktır. Bu yöntemle saf metal oksit tozları gerek karbonmonoksit gerekse de hidrojen gazı ile tepkimeye sokularak yüksek sıcaklıklarda metal oksit indirgenmesi gerçekleşir.

1.1.5.1.2. Termal ayrışma

Buhar fazında ayrışma ve yoğunlaşma süreçlerinin birleşimiyle metal tozlarını üretmek mümkündür. Prosesin termal ayrışması için gereken yüksek enerji gereksinimi ile karbondioksit sirkülasyonunun beraberinde getireceği potansiyel tehlikelerden ve çok pahalı bir yöntem olmasından dolayı tam olarak benimsenmemiştir.

1.1.5.1.3. Sıvı fazdan çöktürme

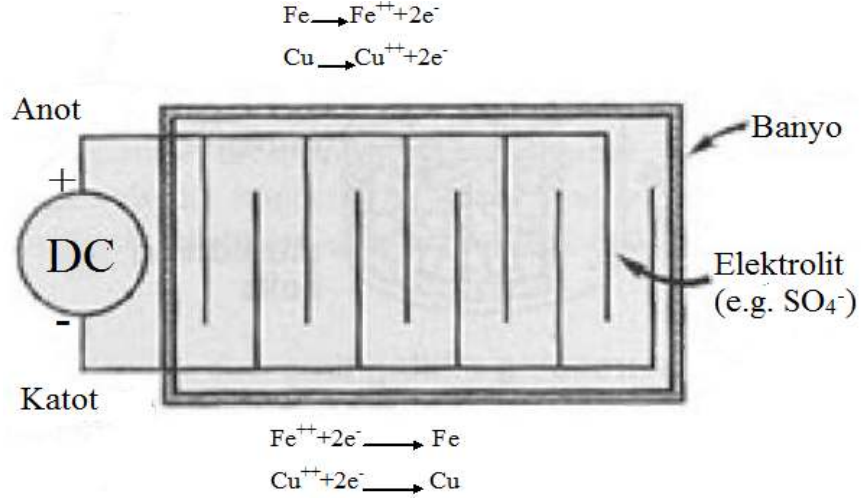
Sıvı çözeltide nitrat, klorür ve sülfatlar olarak bulunan metalik tuzlar, metalik çözelti veya çökelti oluşturan metali üretmek için işleme tabi tutulurlar. Çökeltilen yada çökelti fazı haline getirilen metalik tuzlar, toz üretimi için uygun kaynak teşkil ederler. Tuz suda eritilir. İkinci bileşik yardımıyla çökeltirilir. Sıvı fazdan çökeltiyle gerçekleştirilen toz üretim teknikleri özellikle kompozit tozların üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır.

1.1.5.1.4. Gazdan çöktürme

Gaz bileşiklerinin oluşturduğu kimyasal tepkimeler sonucu reaktif metallere nano ölçekli partiküllerden tozlar üretilir. Gaz esaslı tepkimelerin en büyük avantajı; tepkime sırasında toz üretiminde ergitmenin ortadan kalkması sonucu potanın kirlenmemesi ve yeniden kullanılabilir olmasıdır [9].

1.1.5.2. Elektrolitik Yöntemler

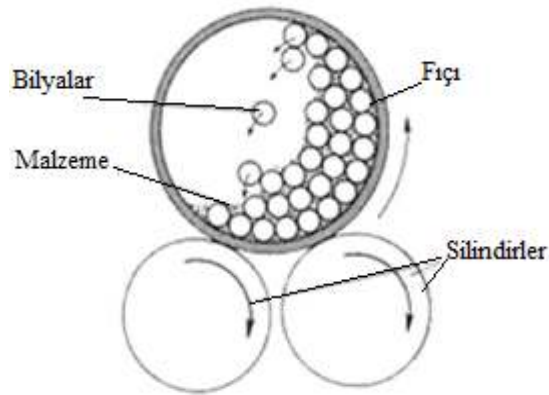
Genellikle iyi preslenebilen ve sinterlenebilen yüksek saflıktaki metal tozlarının üretiminde bu yöntem kullanılır [10]. Bu yöntemle elde edilen tozlar % 99.99 ve üzerinde saflıktadır [11]. Bu yöntemde tozu elde edilecek malzeme anot olarak, elektrolitik banyo içerisine yerleştirilir. Gerilim uygulandığında anot elektrolitik banyo içerisinde çözünür ve katot üzerinde toplanır. Daha sonra katot alınır ve temizlenir. Katot üzerindeki tozlar sıyrılarak alınır. Ögütülerek ince toz haline getirilir. Tozlar indirgeyici bir atmosfer altında tavlanarak oksitten arındırılır ve bu işlem sayesinde tanelerin daha iyi sıkıştırılabilmesi sağlanmış olur. Elektrolitik yöntemle elde edilen toz, dentritik, süngerimsi ve gözenekli bir yapıdadır [3]. Şekil 1.2’de elektrolitik yöntem şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1.2. Elektrolitik çökeltme [11].

1.1.5.3.Mekanik Yöntemler

Kırılgan ve gevrek yapıya sahip, kimyasal bağları zayıf ve kayma sistemi az olan karışık kristalli yapılara sahip metal alaşım ve seramik malzemelerin çarpışma sonucu ufalanarak toz haline getirilmesi işlemidir. Tozu elde edilecek malzeme iri tanecik parçacıklar halinde bilyeli silindirik fiçi içerisine konulur. Fiçi içerisinde yer alan aşınmaya dayanıklı bilyelerle birlikte döndürülür. Bilyelerle çarpışan malzeme ince toz haline gelir. Bu yöntemde sünek malzemelerin kullanımı tercih edilmez. Bunun nedeni sünek malzemenin kırılmayarak taneciklerin birbiri üzerine sıvanmasıdır [8]. Bu yöntem metal tozlarının öğütülmesinde yaygın olarak kullanılmakla birlikte, düşük hızlarda çalıştıklarından öğütme süresi uzundur [12]. Şekil 1.3.' te bir mekanik yöntem gösterilmiştir.



Şekil. 1.3. Mekanik öğütme [11].

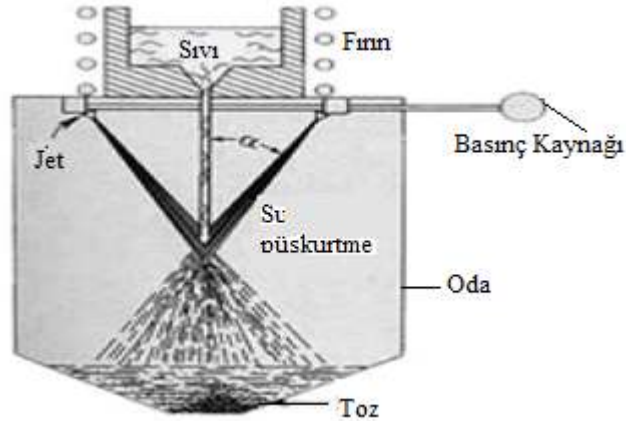
1.1.5.4. Atomizasyon

Atomizasyon bir sıvı metalin 100-150 μm ' dan daha küçük boyutlarda sıvı damlacıklar oluşturacak şekilde parçalanması ve bu parçacıkların ani ve aşırı soğumasıyla toz haline gelmesidir [13]. Günümüzde metal tozların çoğunluğunun üretimi atomizasyon ile gerçekleştirilir [14]. Bir tankın içinde sıvı halde tutulan erimiş metal bir boru yardımıyla tanktan emilerek sıcak hava ortamına, nozul denilen deliklerden püskürtülür [15]. Nozuldan püskürtülen ergiyik metal damlacıklarına parçalandıktan sonra ısı enerjisini kaybederek soğur ve atomizasyon tankının dibine toplanır. Nozullar, metal akımının şekli ve boyutunu kontrol eder. Atomizasyonun temel prensibi, atomizasyon ortamında ergiyik metalin kararsız ve dağılmış hale gelene kadar parçalanmasıdır [13]. Atomizasyon yöntemi genel olarak 3 ana gruba ayrılır;

1.1.5.5. Ticari Yöntemler

1.1.5.5.1. Su Atomizasyonu

Uygulamanın genel prensibi; ergiyik metal tandış denilen depodan nozul sayesinde, yüksek basınçlı su püskürtülen atomizasyon tankına aktarılır. Yüksek basınçlı su ortamında çarpışmanın etkisiyle oluşan toz tanecikleri tankın dibine çöker. (Şekil 1.4.)

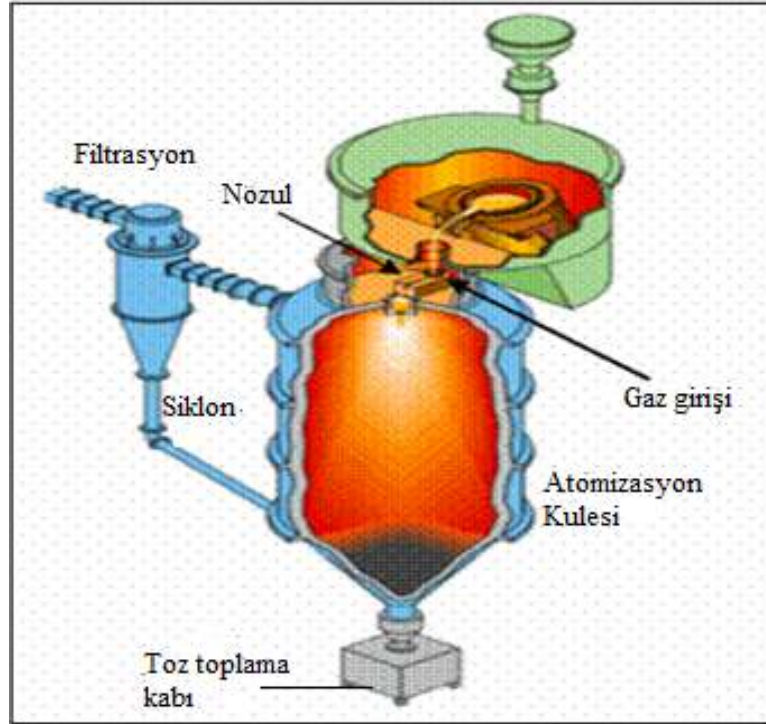


Şekil 1.4. Su Atomizasyonu [16].

Su atomize tozlar genel olarak karmaşık şekilli olup, bu tozların sıkıştırılabilirlikleri ve sıkıştırılma sonrası ham mukavemetleri yüksektir. Su atomizasyon yöntemiyle elde edilen tozların ortalama tane boyutu 30 – 1000 μm arasındadır [14].

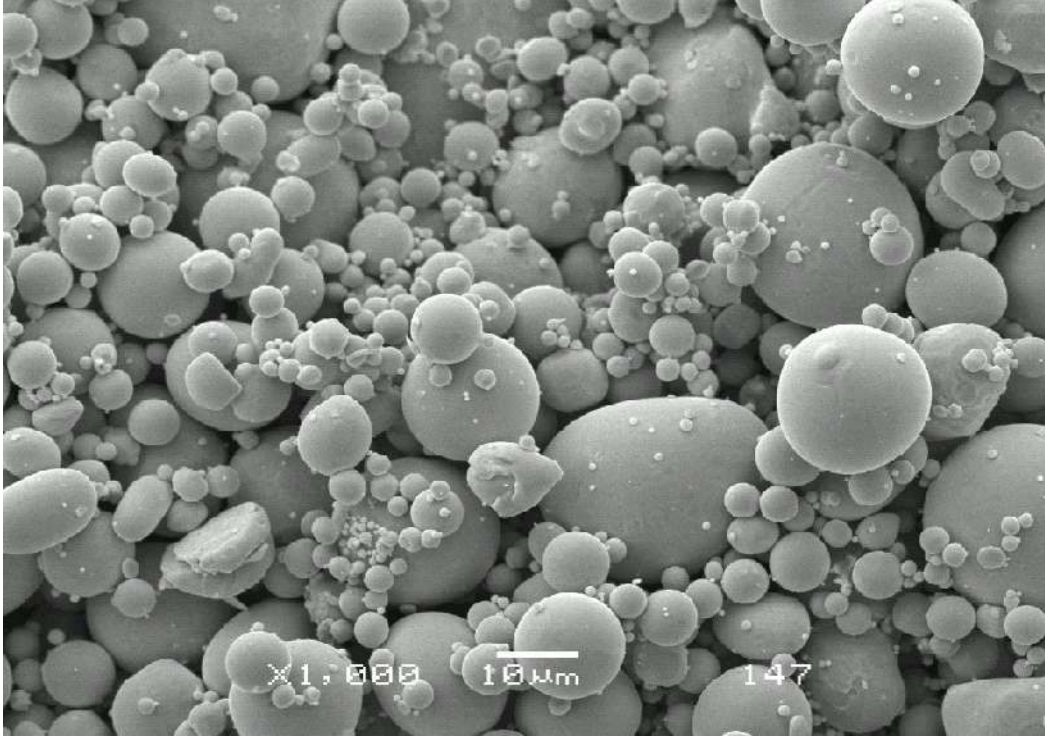
1.1.5.5.2. Gaz Atomizasyonu

Gaz atomizasyonu, hava, nitrojen, argon ve helyum gibi yüksek hıza sahip gazlar yardımıyla ergimiş metalin dağıtılmasıdır. Gaz atomizasyonu ile Al, Ni, Mg, Co, Pd, Cu, Fe, Au, Zn ve Be alaşımlarının tozları üretilmektedir [9]. Su atomizasyonunda olduğu gibi bu uygulamada da serbest düşme düzenekleri kullanılmaktadır.(Şekil 1.5.) Bu düzeneklerde yüksek basınçlı su pompaları yerine yüksek basınçlı gaz pompaları yer alır. Gaz atomizasyonunda ergiyik metali parçalara ayırmak için hava ve nitrojen kullanılmaktadır. Reaktif ergiyik metallerde kirlenmeyi azaltmak için argon kullanılması önerilir. Buna ilave olarak atomize olan damlacıkların soğutma hızını arttırmak için atomizasyon ortamına helyum ilave edilebilir.



Şekil 1.5. Dikey gaz atomizasyonu [60].

Gaz atomize tozlar küresel veya küresele yakın şekillidirler (Şekil 1.6.). Bu yöntemle üretilen tozların tane boyutu 20 – 300 μm arasındadır[61].



Şekil 1.6. Küresel şekilli gaz atomize kalay tozlarının genel yüzey görüntüleri [60].

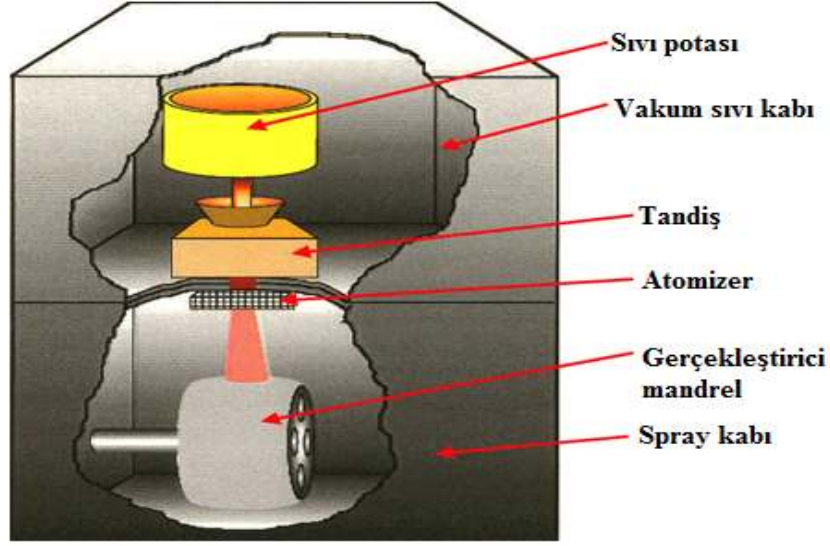
1.1.5.5.3. Yağ Atomizasyonu

Atomizasyon da suyun dışında kullanılan diğer sıvılar Hidrokarbonlardır. Su atomizasyonundaki oksidasyon problemi gibi yağ atomizasyonunda da bu problemten kaçınılmalıdır. 1980' li yıllarda Sumitomo Metal, düşük oksijenli yüksek kalite çeliklerin üretimi için yağ atomizasyon işlemini geliştirmiştir.

1.1.5.5.4. Vakum Atomizasyonu

Bu yöntem oksidasyona karşı duyarlı nikel, kobalt, demir ve alüminyum alaşımları için geliştirilmiştir [9]. Ergiyik metal basınçlı hava ile doyurulduğunda aniden vakum etkisine maruz kalır. Gaz genişerek ergiyik metalle birlikte çözelti gibi davranır. Ergiyik metal enerji yüklendiği için gazın basıncıyla birlikte püskürtülür. Düzenek şekil 2.6.' deki gibidir. Dikey çalışan iki tane oda vardır. Altta yer alan oda da metal ergitilir ve basınç altında tutulur. Seramik bir tüp vasıtasıyla atomizasyon kanalına iletilir. Bu iletim sonucu ani genişen sıvı önce damlacıklara ayrılır daha sonra da bu damlacıklar ani ve aşırı soğuyarak toz haline gelir [9]. Üstteki oda da ise püskürtülen toz partikülleri vakum etkisiyle bir tanka toplanır. Alaşım ilk önce alt odada klasik bir fırın kullanılarak vakum altında ergitilir, ergiyik 1 ila 10 MPa basınç altında tutulur. Ergiyik daha sonra sifon

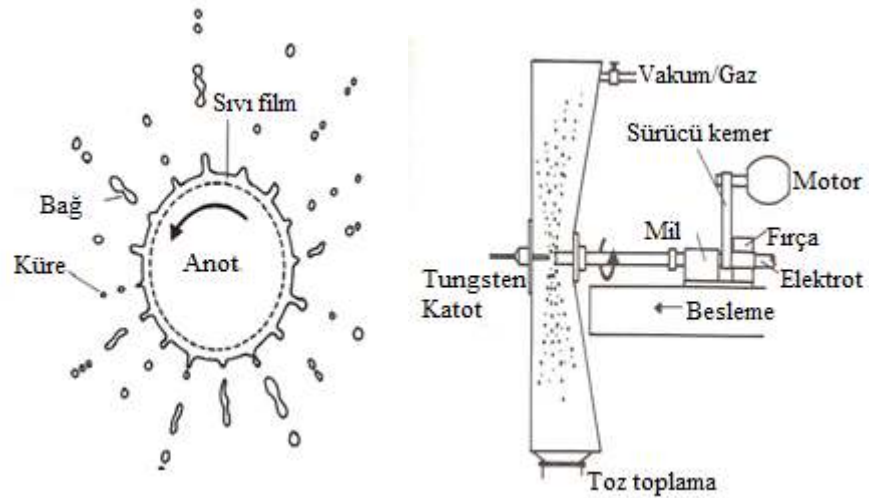
şeklindeki tüpten sıvı olarak üst odaya püskürtülür. Yüksek hız ve gaz doygunluğu ergiyik metalin parçalanmasını sağlayacak bir enerji meydana getirir. İşlem şematik olarak Şekil 1.7’da gösterilmektedir.



Şekil 1.7. Vakum atomizasyon düzeneği [60].

1.1.5.5. Döner Elektrot Atomizasyonu

Uygulama, kendi etrafında dönen metal çubuğun serbest ucunun ergitilmesi esasına dayanmaktadır. Şekil 1.8.’de de gösterildiği gibi metal çubuğun ergitilen kenarı merkezkaç kuvveti sayesinde damlacıklar halinde tanecikleri dağıtır. Bu uygulamayla elde edilen tanecikler yüksek kalitede ve düzgün küresel şekle sahiptir.

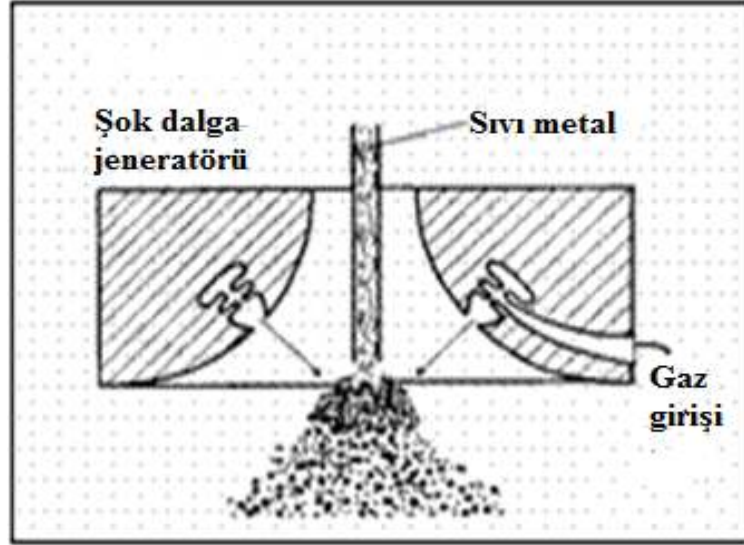


Şekil 1.8. Döner elektrot atomizasyon yöntemi [11].

1.1.5.6. Yan Ticari Yöntemler

1.1.5.6.1. Ultrasonik Gaz Atomizasyonu

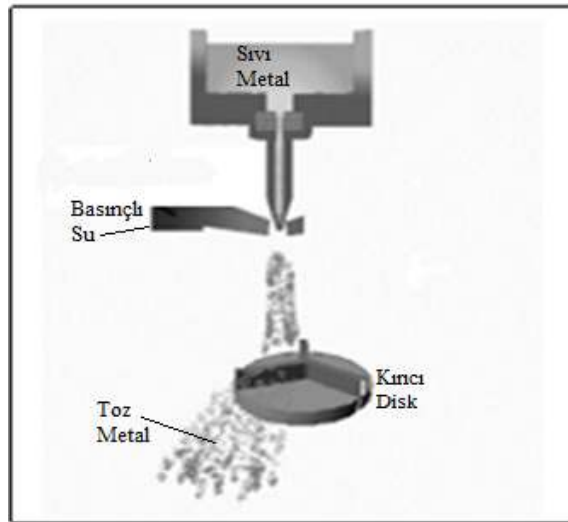
Metal ergiyik akımı, çok yüksek hızdaki gaz darbeleriyle atomize edilir.(Şekil 1.9.) Yüksek hıza sahip gaz jetleri, metal ergiyik akımı üzerine Hartman şok dalga tüplerinin çarptırılmasıyla elde edildi.



Şekil 1.9. Ultrasonik gaz atomizasyonu işlemi [63].

Atomizasyon gazı olarak genellikle 1.4 ila 8.8 MPa basınca sahip argon gazı kullanılmaktadır.

1.1.5.6.2. Döner Disk Atomizasyonu

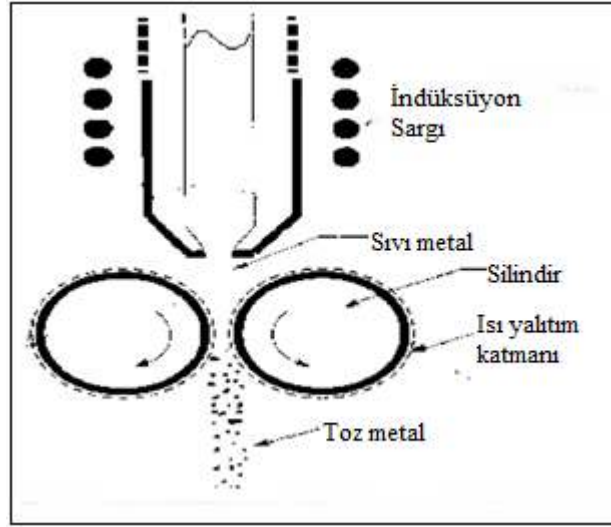


Şekil 1.10. Döner disk atomizasyonu işlemi [60].

Dönen disk üzerine sıvı metal ergiyik akımının çarptırılarak, merkezkaç kuvveti yardımıyla taneciklere ayrılmasıdır. Dönen diskten uzaklaşan tanecikler Helyum jetleri aracılığıyla soğutulur ve siklon ayırıcılarla toplanır.(Şekil 1.10)

1.1.5.6.3. Silindir Atomizasyonu

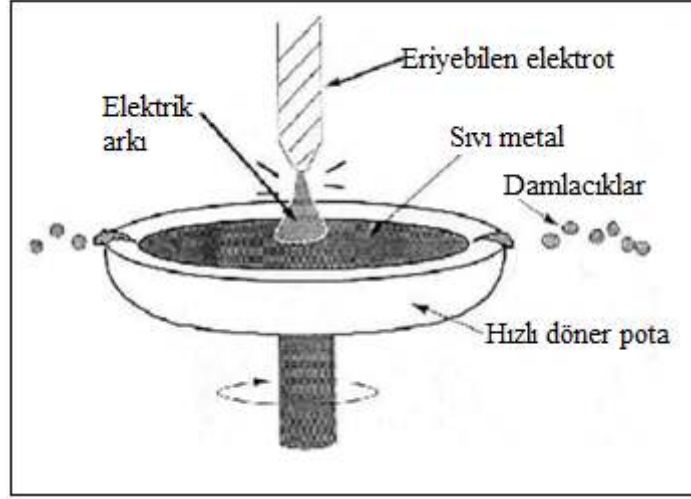
Silindir atomizasyon uygulaması 1970' li yıllarda Sinter tarafından bulunmuştur. Bu yöntemde, eriyik metalin hızla dönen iki silindir üzerine aktarılır.(Şekil 1.11.)



Şekil 1.11. Silindir atomizasyon düzeneği.

1.1.5.6.4. Santrifüj yöntemi

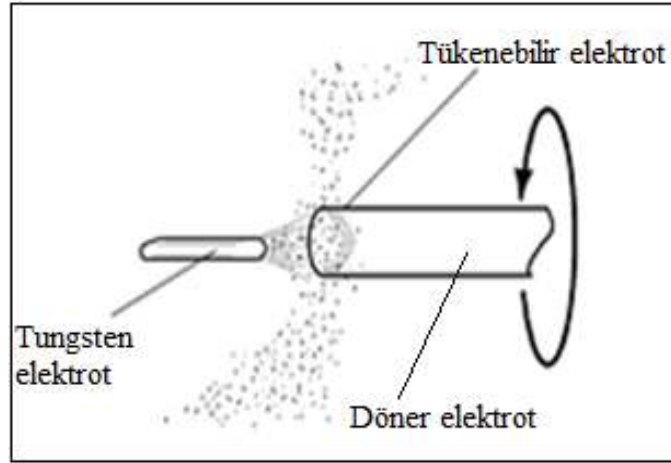
Bu yöntem 1970' li yıllarda Harwell tarafından geliştirilmiştir. Başlangıçta alümina ve uranyum monokarbid gibi nükleer yakıtlarda kullanılan refrakter tozların atomize edilmesinde kullanılmıştır. Daha sonra bir takım modifikasyonlar sayesinde demir, nikel, kobalt ve titanyum alaşımlarında da kullanımı söz konusudur. Şekil 1.12.'de görüldüğü gibi döner bir pota içerisine elektord eritilerek atomizasyon sağlanır. Bu yöntemle elde edilen taneler, düz yüzeylere sahip küre şeklindedir. Küresel parçacıklar 100-1500 μm çapındadır [17].



Şekil 1.12. Santrifüj yöntemi [11].

1.1.5.6.5. Titreşim Elektrod Yöntemi

Bu yöntemde tozlar, eriyen elektrodun titreştirilmesiyle elde edilmektedir. Döner elektrod uygulamasına benzemektedir. Tek fark, elektrod dönmek yerine bu uygulamada titreşmektedir. Şekil 1.13.'de görüldüğü gibi eriyebilen elektrod, atomizasyon döngüsünün devamlılığı için silindirler aracılığıyla beslenir. Bu uygulamada elde edilen toz küreseldir. Genellikle küçük miktarda refrakter metal tozların elde edilmesi için kullanılmaktadır [17].



Şekil 1.13. Titreşim elektrod yöntemi [64].

1.1.6. T/M Yöntemi ile Parça Üretim Süreci

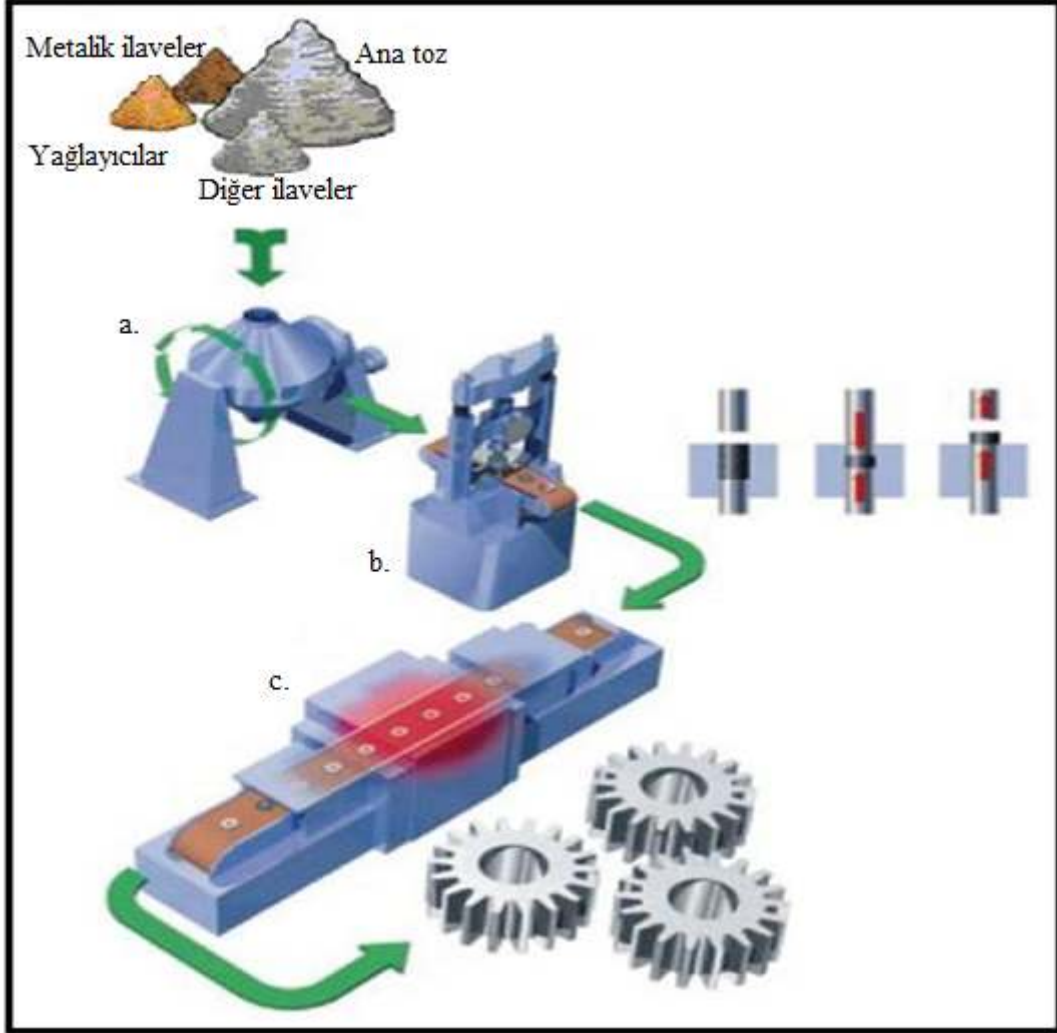
T/M yöntemiyle parça üretim süreci 4 aşamadır.(Şekil 1.14.) Bu aşamalar;

1- Tozların karıştırılması

2- Karışımın preslenmesi

3- Sinterleme

4- İkincil işlemler.



Şekil 1.14. Toz metalurjisi işleminin şematik gösterimi (a) Karıştırma, (b) Presleme, (c) Sinterleme [4].

1.1.7. Tozların karıştırılması

Bu aşamada preslemeyi kolaylaştırmak amacıyla, metal toz ve yağlayıcı homojen olarak karıştırılmaktadır. Tozların karıştırılması V ve Y tipi çift konili karıştırıcılarda yapılmaktadır [36]. Karışımın yağlayıcı kullanılması en önemli nedeni, presleme sırasında tanecikler arasında sürtünmeyi azaltmaktır ve kalıptan preslenen parçanın sıyrılmasını kolaylaştırmaktır. Sıvı yağlayıcılar tozun akma özelliğini bozduğu için karışıma ilave edilen yağlayıcılar genellikle kuru toz şeklindedir [5]. En yaygın yağlayıcılar; metal stearatlar, parafin, stearik asit, polipropilen, polietilen glikol (PEG),

inko ve lityum sterat ve akravaks, politetrafloroetilen (PTEF) gibi sentetik mumlardır [19].

1.1.8. Karışımın Preslenmesi

Presleme genellikle oda sıcaklığında ve özel hazırlanmış elik kalıplarda yapılmaktadır. Kalıplar sementit karbür esaslı ve ısıl işlemle sertleştirilmiş takım eliğinden imal edilir [9]. Tozların preslenmesi sırasında preslenme basıncına göre gözenek miktarı deėişmekte olup, basın arttıka gözenek miktarı azalmaktadır. Ayrıca artan presleme basıncına göre birbirine temas eden toz sayısı ve temas yüzey alanı artmaktadır. Gözenek miktarı arttıka yoğunluk azalmaktadır.

1.2. SICAK PRESLEME

Sıcak presleme işlemi, ısı ve basıncın bir araya gelerek neredeyse tamamen iç gözeneklilikten arınmış bir ürün elde etme işlemidir. Presleme, tek hareketli zımba veya çift hareketli zımba ile yapılabilir. Tek yönlü sıkıştırma yoluyla tam yoğunluėa kavuşmak mümkün deėildir. Çift yönlü sıkıştırmada toz alt ve üst zımba tarafından aynı anda sıkıştırılmaktadır. Bu yöntemde, kalıp duvarı ile toz partiküller arasındaki sürtünme kuvveti, kalıp tabanında bulunan yay gibi esnek elemanın yay kuvvetini yenip kalıbın aşıėıya doėru hareket etmesini saėlayarak, tozun taban yüzeyine alt zımbanın, üst zımba ile eşit şiddetle basın uygulamasını saėlar. Sıkıştırma işlemi tamamlandıktan sonra TM parçası alt zımbanın yukarı hareketi ile kalıptan çıkarılır. Yoğunluk dağılımı tek yönlü presleme ile elde edilen paralara göre daha homojendir. En düşük yoğunluk sıkıştırılmış paranın orta noktasında bulunur. Yoğunluk dağılımı orta noktadan geen yatay ve dikey eksenlere göre simetriktir [20]. Basın, statik veya dinamik olarak ısıtılmış toza bir veya iki yerden zıt yönlerde tek bir eksenenden uygulanmaktadır. Oksidasyon veya hava tarafından nitridasyondan sıcak tozları korumak için kontrollü bir atmosfere ihtiyaç vardır. Sıkıştırılmış kutu içinde toz metalin sıcak preslenmesi toz metalin eski sıkıştırma uygulamalarındandır. Sıcak Presleme ile yüksek özellikte ürün elde edilmesine raėmen, kalıbın aşınması, zımba yüzleşmelerinde kalıp duvarlarına sıvı metalin kaynaması bundan dolayı da sıkıştırılmış yüzeylerin bozulması, kutu duvarları ve hareketli burlar arasındaki boşluktur, numune kaybı, alet aşınması gibi dezavantajları vardır [21].

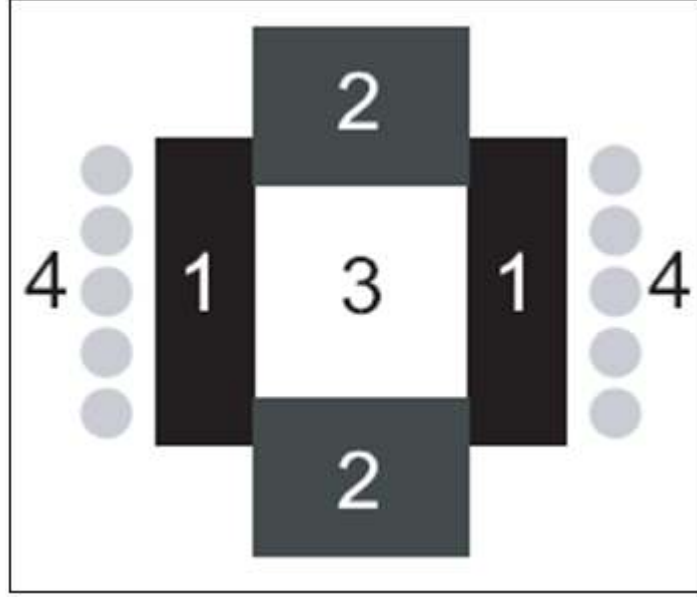
Geleneksel soėuk pres-sinterleme işlemleriyle karşılaştırıldığında sıcak presleme tekniėi daha az güç, daha kısa süre, (genellikle 10- 15 dakika) ve daha düşük sıcaklıklara

ihtiyaç duyar. Ayrıca bu teknikte soğuk presleme-sinterleme işlemine göre, daha yüksek yoğunluklara ulaşılır.

1.2.1. İşlem İlkeleri

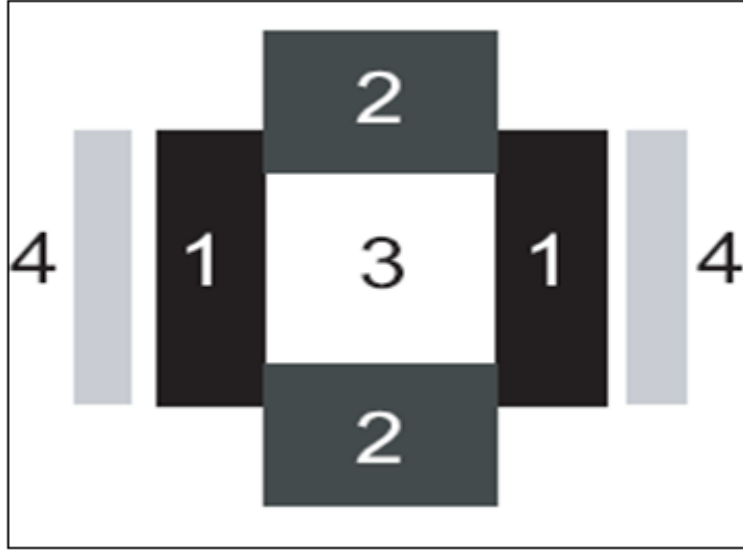
Sıcak preslemede ergimiş metal sıkıştırılmaktadır. Sıcak Presleme için çeşitli teknikler ortaya konulmaktadır. Yöntemin seçilmesi metalin fiziksel özelliklerine bağlıdır. Bütün Sıcak Presleme teknikleri çeşitli ortak özelliklere sahiptir. Aparatlar ve tozları sağlamlaştırma işlemleri ve artık ürünlerin uzaklaştırılması soğuk presleme ve sinterleme operasyonlarından çok farklı değildir [22].

Sıcak presleme işleminde 3 ayrı ısıtma tekniği kullanılmaktadır. Bunlar indüksiyon ile ısıtma, endirekt dirençli ısıtma ve direkt dirençli ısıtmadır. İndüksiyon ile ısıtma işleminde, yüksek frekanslı akım ile kalıp içerisindeki tozların ısıtılması esasına dayanır. Metal ya da grafitten yapılan kalıplara basınç uygulanarak tozların sıkışması sağlanır. Kalıp indüksiyon sargısı içerisine bırakılır. Sinterleme işlemi süresince yüksek frekans jeneratörü ve indüksiyon sargısı ile kalıbın ısıtılması sağlanır. Bu yöntemin avantajı basınç ve indükleme gücünün tamamen birbirinden bağımsız olmasıdır. Düşük basınçlarda sıvı faz sinterleme işlemini yapmak mümkündür. Yöntemin dezavantajları yüksek frekans jeneratörünün pahalı ve kalıbın yerleşiminin çok düzenli olması gerekmektedir. Kalıp düzenli olarak yerleştirilemez ise ısı yayılımı düzgün olmaz. Sistemin temel dezavantajı, sıcaklığın tam olarak dağılımını sağlayabilmenin zor olmasıdır. Manyetik alan kalıbın içerisine sadece 0.5 ila 3 mm nüfuz etmektedir. Buradan da anlaşılabacağı gibi sıcaklık kalıbın ısı iletkenliği ile yayılır. Kalıbın merkezinin ısıtılması çok zordur. Bu nedenden dolayı başka bir potansiyel sorun ise çok yüksek ısıtma oranlarında yüksek sıcaklık farkları kalıbı tahrip edebilmektedir. Şekil 1.15.'te şematik olarak indüksiyon ile ısıtma gösterilmiştir.



Şekil 1.15. İndüksiyon ile kalıbın ısıtılması 1. Grafit yan tutucular 2. Baskı grafitleri. 3. Preslenecek malzeme 4. İndüksiyon sargısı [55].

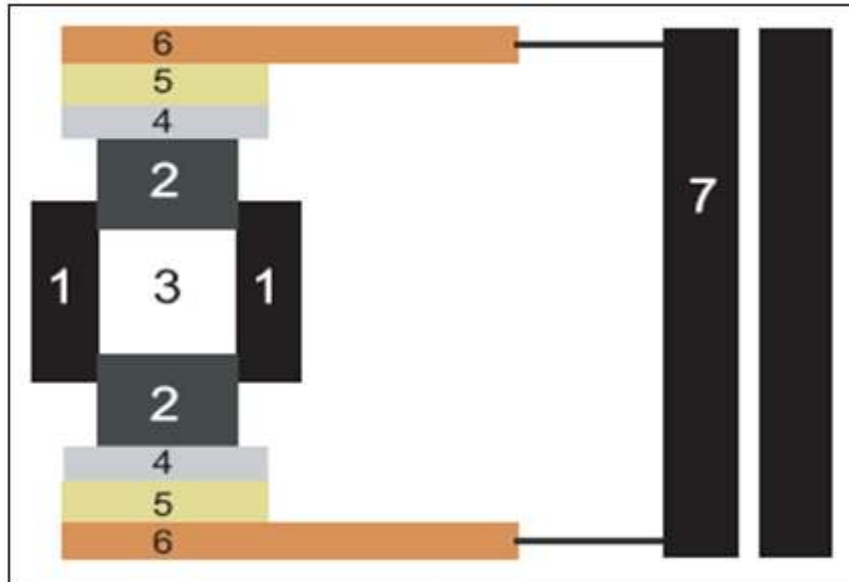
Endirekt dirençli ısıtma tekniğinde, kalıp ısı bölmesine konumlandırılır. Isı bölmesi elektrik akımı ile ısıtılan grafit ısıtma elemanlarıyla ısıtılır. Isınan grafit ısıtıcılar kalıp ile temas halinde olduğundan ikincil olarak kalıbı ısıtırlar bu nedenle işlem endirekt dirençle ısıtma olarak adlandırılır. Yöntemin avantajı yüksek sıcaklıklara çıkabilmesi, kalıp malzemesinin ısıl iletkenliğinden bağımsız olması sıcaklık ve basıncın birbirinden bağımsız olarak kullanılabilmesidir. Yöntemin temel dezavantajı ise kalıbın ısıtılmasının çok zaman alması ve kalıbın dıştan içe doğru ısınması ile ısının eşit olarak dağılmasının uzun süre almasıdır [55]. Şekil 1.16.'da şematik olarak endirekt ısıtma tekniği gösterilmiştir.



Şekil 1.16. Endirekt ısıtma tekniği. 1. Grafit yan tutucular 2. Baskı grafitleri. 3. Preslenecek malzeme 4. Grafit ısıtıcı [55].

Direkt dirençli ısıtma tekniğinde, kalıp direkt olarak elektrik gücü ile ısıtılır. Kalıp ve toz parçanın direnci ile ısı tam olarak kalıpta oluşur. Sonuç olarak ısıtma hızı çok yüksektir [55].

Önceki iki teknik ısı iletimi ile ilişkili iken direkt dirençli ısıtma teknolojisinde ısı ihtiyaç duyulan yerde üretilmektedir. Şekil 1.17’de şematik olarak direkt ısıtma tekniği gösterilmiştir.



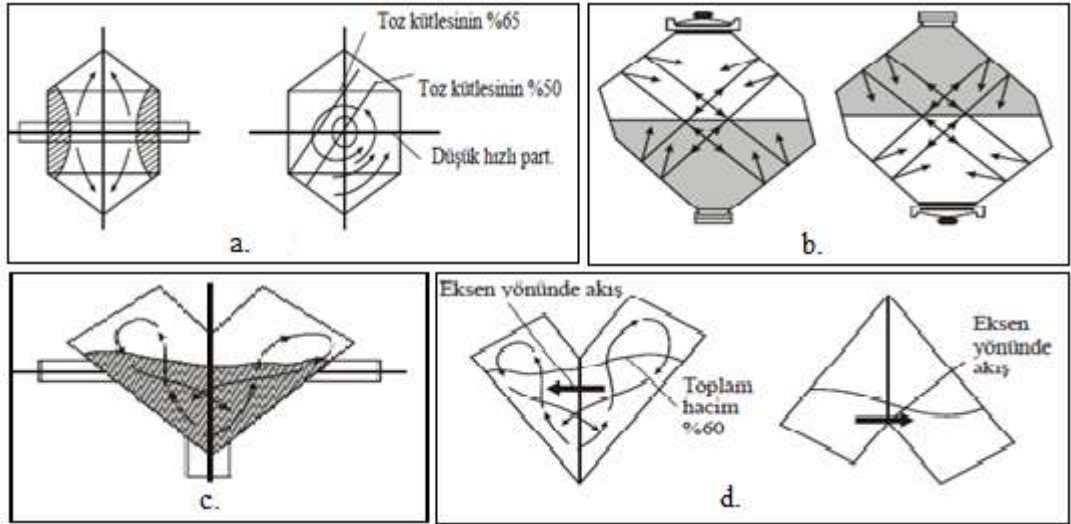
Şekil 1.17. Direkt ısıtma tekniği. 1. Grafit yan tutucular, 2. Baskı grafitleri, 3. Preslenecek malzeme, 4. Grafit elektrot, 5. Bronz plaka, 6. Bakır elektrot, 7. Güç kaynağı [55].

1.2.2. Sıcak Preslemede Farklı Üretim Parametreleri

Yüksek sıcaklıklarda, plastik deformasyon meydana gelmektedir. Sıvı metalin dağılım oranları, sıvı faz ve alaşım sistemlerinin sıvı ve katı bileşenleri arasındaki iyi iletkenliği artırılmıştır. Basıncın seçimi toz hacminin özelliklerine bağlıdır. Dayanıklılık, parça büyüklüğü, yüzey durumları, oksit filmlerinin sıvı fazın üzerinde bulunması vb. bu basıncı seçmede önemli rol oynamaktadır. Yüksek basınç limitleri, tozların soğuk preslenmesi için gerekli olan son basıncı geçmemelidir. Sıcak presleme sıcaklıkları, özellikleri ortaya çıkarmak için yüksek olmalıdır. Basınç altında sıkıştırma en kısa zamanda yapılmalıdır. Sıcak presleme için üretim oranları soğuk presleme ve sinterlemeden daha düşüktür [21].

1.2.3. Toz Karışımlarının Hazırlanması

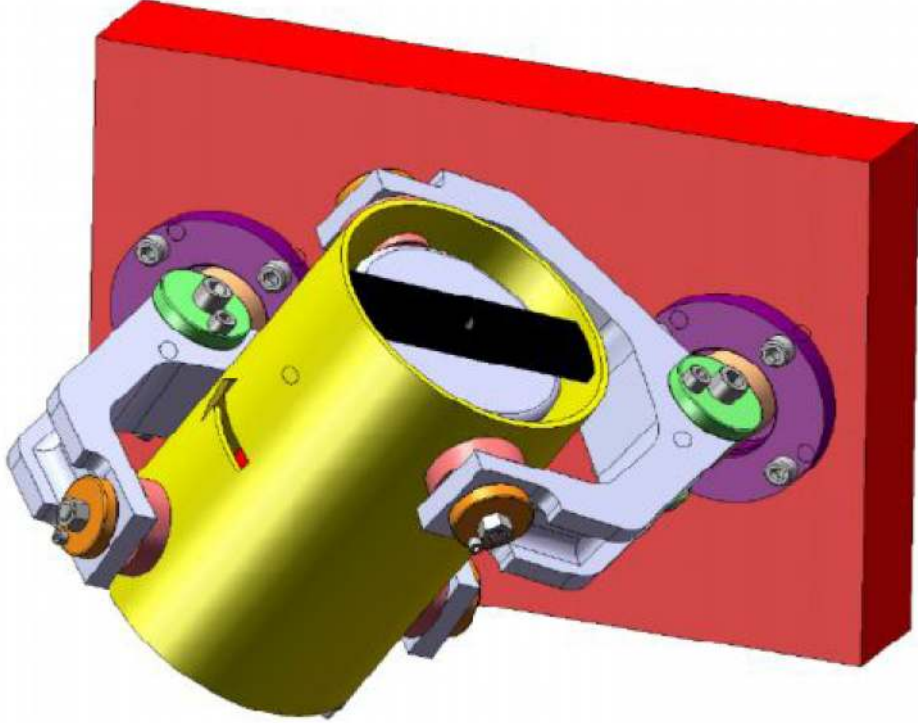
ASTM B243 standardına göre "karıştırma" terimi iki yada daha fazla malzemeden oluşan tozların birbirine karıştırılması anlamına gelirken, "harmanlama" aynı malzemeden oluşan tozların karıştırılması anlamındadır [56]. Toz karışımların homojen bir şekilde hazırlanabilmesi için çeşitli toz karıştırıcı cihazlar geliştirilmiştir. Bunların Çalışma prensipleri şekil 1.18'de gösterilmiştir.



Şekil 1.18. Toz karıştırma sistemleri (a) Çift konili karıştırıcı (b) Yatık konili karıştırıcı (c) V-karıştırıcı (d) Eşitsiz V-karıştırıcı [56].

Saf haldeki metal tozlarının birbiriyle iyice karışarak homojen bir karışım elde edilmesi amacıyla 88 tipi, kapalı toz hazneli, iki kg toz kapasiteli, üç boyutlu dönebilen bir

karışım mikseri üretilmiştir (Şekil 1.18). Bu cihaz üniversitemizde mevcut olup benzerlerine oranla çok kullanışlıdır. Bu mikserin toz haznesi kapalı tipte olup toz içine konulduktan sonra dış ortam ile tozların ilişkisini kesmek amacıyla kapağı sıkıca kapatılmaktadır. Mikser çalıştırıldıktan sonra tozun iyice karışabilmesi için toz haznesi 360 derecelik turlarla her yöne dönebilmekte ve böylece tozların birbiriyle iyice karışması sağlanmaktadır [57].



Şekil1.19. Üç boyutlu dönebilen toz karıştırma mikseri [57].

Alaşım tozları 1,2 litre hacmindeki sızdırmaz bir paslanmaz çelik kutuya bırakılmış 20 dakika süre ile 20 dev/dak hızda karıştırılır. Metal tozlarının grafit kalıplardan küçük oranlarda da olsa dökülmemesi için ağırlıkça % 1 oranında PEG (Polietilen Glikol) karışıma eklenerek Cr ile kaplanmış çelik bilyeler ile birlikte 20 dakika daha karıştırılmıştır. Metal kaplı bilye kullanımındaki amaç karışıma katılan PEG'in topak oluşturmasını engellemek toz konsantrasyonunun homojen olmasını sağlamaktır. Karıştırma işlemi bittikten sonra hazırlanan karışım hava almayan kilitli plastik bir torbaya bırakılarak korunmaya alınır [57].

1.2.4. İşlem Ekipmanları

Dolu yoğunluk, plastik deformasyon, yorulma ve yayılma tarafından meydana getirilmektedir. Zaman önemli bir faktördür. Mukavemet artırma seçilmiş sıcaklığa ulaşıldığında uygulanmaktadır. Isı transferi ve dengenin meydana gelmesi için yeterli zamana ihtiyaç duyulmaktadır. Sıkıştırma tipi sıkıştırma aletinin dizaynına bağlı olarak seçilmektedir. Sıkıştırma aletleri için uygun metali seçmek, Sıcak Preslemenin en önemli kriterlerinden biridir. Yüksek sıcaklıkta kutunun ve burçların fiziksel durumlarını belirlemek önemlidir. Plastik deformasyondan ve metalin ergiyerek kaynamasından kaçınmak için, burçlar kuvvetli malzemelerden seçilmelidir. Grafitlerin, Tungsten karbür karışımlarının yüksek sıcaklıklarda, Sıcak Preslemede görevleri bulunmaktadır. Fakat ergimiş metallerin bu amaçlar için kullanılması çok zordur. Ancak düşük sıkıştırma basınçlarında kullanılmalarına izin verilebilir. Grafitler 28'den 42 MPa' a statik basınçtan daha yüksek durumlarda kullanılmazlar. Çelikleri kullanımı 500°C' nin üzerindeki sıcaklıklar için uygun değildir. Fakat yüksek hız çelik zarları 140 MPa' da 800°C' de bazı operasyonlara dayanabilmektedirler. Kalıbın plastik deformasyonu ve yorulması, enjeksiyon zorluklarına ve parça distorsiyonuna sebep olmaktadır. Kalıbın, basınç yükleri ve zirve sıcaklık altında yüksek gerginliğe ulaşıldığında dayanması için, önceden duvar kalınlıklarının yeterli bir şekilde dizayn edilmelisi gerekmektedir. Aletlerin yüksek sıcaklıklarda kimyasal reaksiyonları önemlidir. Grafit aletlerde, kontrolsüz atmosferde, oksitlenmeler meydana gelmektedir. Kalıba girişte grafit burçların yanması yük hasarlarını üretmektedir. Mekanik başarısızlık ortaya çıkmaktadır. Sıcak Preslemede karbonun oksit gazları, metali oksidasyondan korumaktadır, fakat sıkıştırma yüzeyinin karbürizasyonuna sebep olabilmektedir. Yüksek kompres kuvvetleri kalıp duvarlarının ergimesine sebep olabilmektedir. Bazen burç ve sıkıştırılmış toz metal ayıramaz hale gelebilir. Bunlar büyük kuvvetlerle birbirlerinden ayrılırlarsa düzeltilemez zararlar meydana gelebilir. Kalıp duvarı yağlayıcıları, kalıp yüzeyine aşınmadan kurtulmak için uygulanmaktadır. Tozun açığa çıkan geniş boş yüzeyinden dolayı, oksidasyonun meydana gelme olasılığı artmaktadır. Özellikle sıkıştırılmış tozların termal genişlemesi yüksekse, tozları kalıbın içindeyken soğutmak zordur. Sıkıştırılmış tozların çevresindeki kalıbın büzülmesi, kalıbın içinden numuneyi çıkartırken, ürünün bozulmasına sebep olabilmektedir. Presleme sırasında tozu istenen sıcaklığa getirmek Sıcak Preslemenin birinci fonksiyonudur. Sıcak Presleme sisteminin sonuçlarını ortaya çıkarmak için; preslenmesi için metale ısı

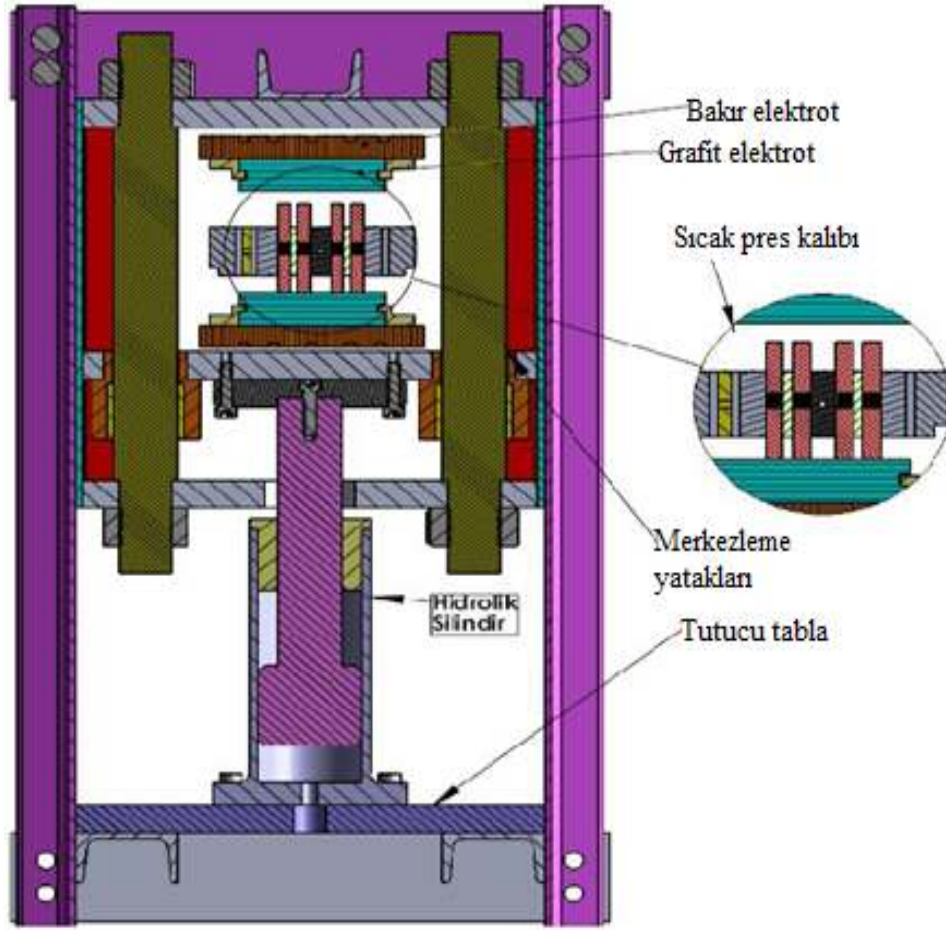
transferini sağlamak, termal denge koşullarını sağlamak, sıkışmış tozun sıcaklığının kontrol edilmesini sağlamak gerekmektedir. Ön preslemede yüksek yoğunluk sıkıştırması gerekmektedir. Bu şartlar altında, indüksiyon ısıtması hızlı olabilmektedirler. Sıkıştırılmış toz metal, seramik kaplarda veya çelik kaplarda suyla soğutulabilmektedir. Konveksiyonla veya sıcaklık transferiyle toz sıkıştırma geniş olarak kullanılmaktadır. Konveksiyonla ısıtmak düzgün sıcaklık dağılımını sağlamaktadır. Termokupullar sıcaklığı kontrol etmek için kullanılmaktadırlar [22].

1.2.5. Tozların Sıcak Preslenmesi

Mikro yapı, süre ve mekanik özellikler bakımından toz metalurjisi üretim yöntemlerinde önemli bir yeri olan sıcak pres, toz metal mamulleri üreten tüm fabrikalarda kullanılmaktadır. Bunun için öncelikle bir sıcak pres makinesi ve üretilecek numunelerin boyutlarına göre yapılmış grafit kalıp takımı gerekmektedir [57].

1.2.6. Sıcak Presleme Makinesi

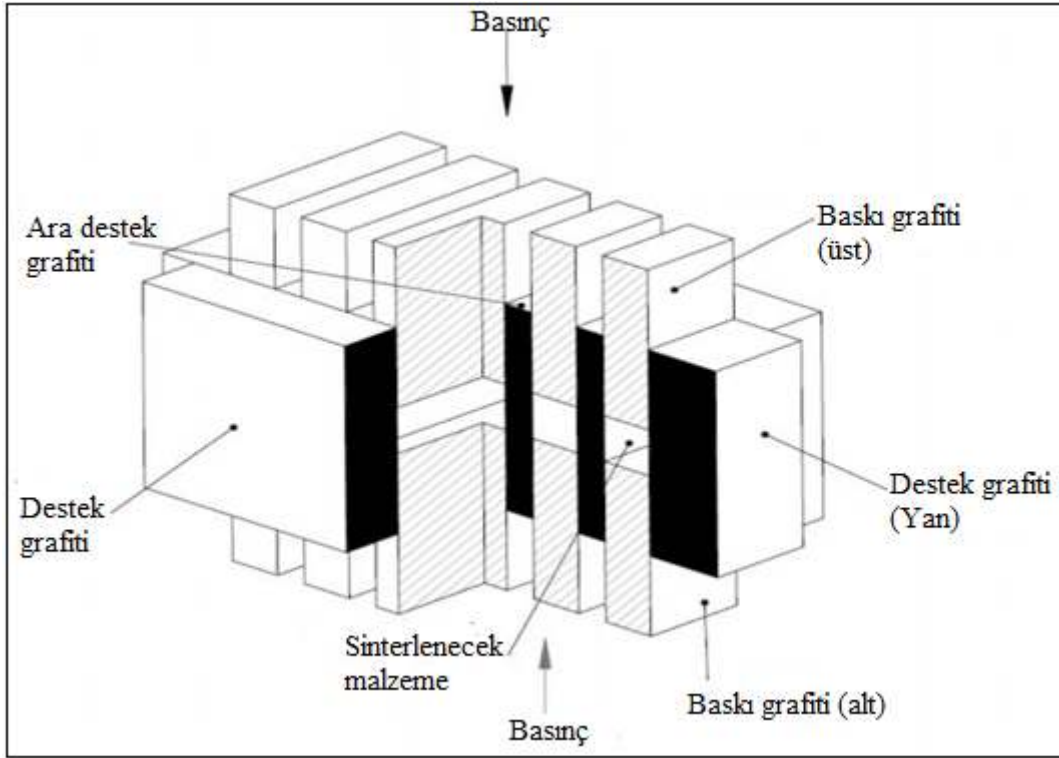
Tozların sıcak preslenebilmesi amacıyla Şekil 1.20’de görüldüğü gibi bir “Sıcak Pres Makinesi” Metal Eğitimi Atelyesinde mevcuttur. Bu makinede basınç bir hidrolik ünite vasıtasıyla sağlanmaktadır. Makinenin üniteleri; bakır elektrod, grafit elektrod, sıcak pres kalıbı, hidrolik silindir ve tutucu tabladan ibarettir. Yapılan sıcak pres laboratuvar tipinde olup, piyasada satılmakta olan endüstriyel tip sıcak preslerin tüm özelliklerine sahiptir. Bu özellikler, koruyucu gaz atmosferinde çalışma, basınç kontrolü, sıcaklık kontrolü, sıcaklık-zaman kontrolü, yirmi bir basamağa kadar işlem parametresi belirleyebilme, işlem sıcaklığı ve anlık sıcaklığı gösterebilme ve 1400 °C sıcaklığa çıkabilme özelliklerine sahiptir. Ayrıca yapılan kapalı tasarım ile koruyucu gaz atmosferinde sinterleme işlemi yapılabilmektedir. Sıcak pres su soğutmalı bakır elektrotlar sayesinde sürekli olarak çalışmaya uygundur. Güç ünitesi 25 KW gücündedir. Kullanılan güç kontrolü ile ısıtma hızının ayarlanabilmesi sağlanmıştır. Sıcaklık ölçümü için termokopul güç ünitesine entegre edilerek belirtilen sıcaklıklarda sürelerde ısıtma gücünün kontrol edilmesi sağlanmıştır. Kontrol panosuna yerleştirilen manometre, ampermetre, voltmetre ve sıcaklık adım kontrol cihazı ile sistemdeki tüm değişkenlerin görülmesi ve müdahale edilmesi sağlanmıştır [57].



Şekil 1.20. Sıcak pres makinesi [57].

1.2.7. Sıcak Presleme Kalıbı

Metal toz karışımının üzerinden elektrik akımı geçirilip ısıtılarak basınç altında sinterlenmesi için grafit kalıplar uygun ölçülerde tasarlanmalı ve temin edilmelidir (Şekil 1.21). Bu kalıp baskı grafiti, ara destek grafiti, yan destek grafiti parçalarından meydana gelmiştir.

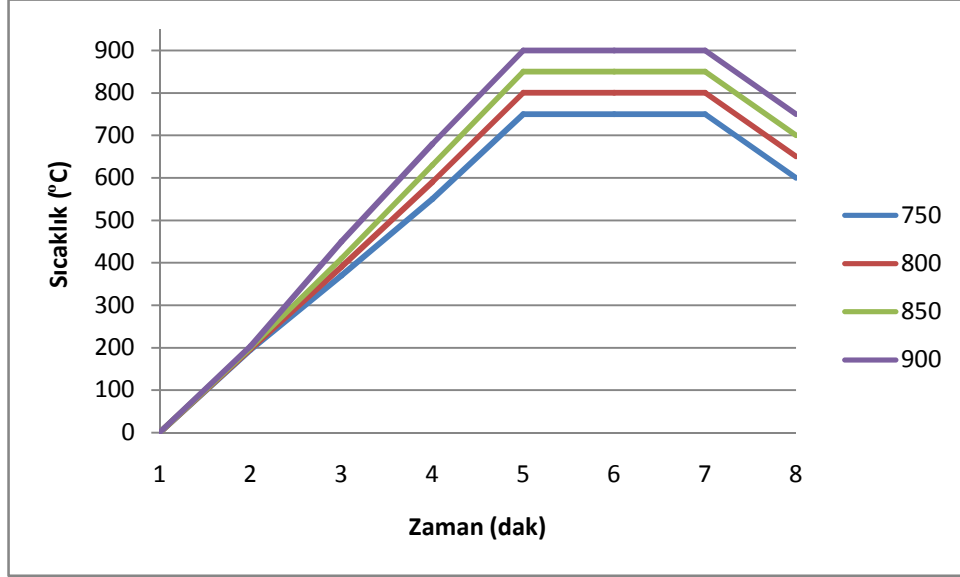


Şekil 1.21. Grafit kalıbın perspektif görünümü [57].

1.2.8. Sıcak Presleme ve Sinterleme İşlemi

Sinterleme işlemi 25 kW gücünde Şekil 1.20’de gösterilen sıcak preste yapılacaktır. Karıştırılan tozlar sinterleme işlemi için her bir alaşım numunesinden 16.78 gr olacak şekilde hazırlanan toz karışımı hassas bir terazide 0.01 gr hassasiyetinde tartılır. Tartılan tozlar Şekil 1.20.’de gösterilen özel olarak imal edilmiş grafit kalıba dökülecektir. Daha sonra toz dökülen kalıp odacıkları üst baskı grafitleriyle kapatılır. Hazırlanan grafit kalıp çelik bir çekirdek etrafında tork anahtarı ile baskı pimlerinden 100 Newton kuvvetle sıkıştırılır. Çelik çekirdek ile grafit kalıp arasına amniyant plaka konularak kalıbın yalıtılması sağlandı. Sıcaklığın doğru olarak görülmesi için kalıp merkezindeki grafit parçaya 3,5 mm çapında delik delinerek termokopulun ucu tam merkeze yerleştirilir. Bütün bu işlemlerden sonra sinterlenmeye hazır hale getirilen toz karışımı yüklenmiş grafit kalıp bloğu sıcak pres bölgesine yerleştirilir. Bu işlemin ardından toz karışımının birim alanı üzerine yaklaşık 5 MPa basınçtan başlayıp sıcaklık 700 °C ye ulaştığında basınç 35 MPa olacak şekilde baskı yapılarak sabit sıcaklık ve basınçta dört dakika beklenir ve basınç 35 MPa değerinde gelince farklı sıcaklık aralıklarında 4 dakika bekletilerek numunelerin sinterlenmesi sağlanır. Daha sonra ısıtma ünitesi devreden çıkarak numunelerin kalıp içerisinde 35 MPa basınçta oda sıcaklığına soğuyana kadar beklenir. Bu işlemler koruyucu

argon atmosferi altında kapalı kalıp kullanılarak yapılır. Kalıp soğuduktan sonra çözülerek içindeki sinterlenmiş numuneler çıkartılır. Şekil 1.22’de dört farklı sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminin zaman-sıcaklık diyagramı görülmektedir [57].



Şekil 1.22. Sinterleme sıcaklık-zaman grafiği

1.2.9. Sıcak Preslemenin Avantajları

Sıcak Presleme ile düzgün içyapılı malzemeler imal edilmektedir. Maliyeti düşüktür. Oksitlenmeyen seramikler yapılmaktadır. Bu yöntemle saptanan fiziksel özellikler daha iyidir. Yüksek yoğunluklara bağlı olarak sağlamlaşma sağlanmaktadır [22].

Sıcak presleme ile toz malzemeler kompaktlanırken ayrıca sinterleme işlemine gerek yoktur. Çünkü sinterleme işlemini gerçekleştirecek ekipmanlar sıcak presleme makinesi içerisinde mevcuttur. Malzemeye basınç uygulanırken , kademeli olarak artan basınç altında aynı zamanda sinterleme işlemide yapılmaktadır. Sıcak preslemenin bir avantajı olarak sinterleme işlemi diğer soğuk pres işlemlerinde olduğu gibi uzun süreli beklemlere ihtiyaç duymaz; çünkü basınç altında sıcaklık verildiği için 10- 15 dakikalık kısa bir sürede sinterleme işlemide presleme işlemiyle aynı anda gerçekleşmiş olur. Sinterleme teorisini geniş izahatlarıyla açıklayacağız.

1.3. SİNERLEME

Ön şekil verilmiş tozların belirli bir sıcaklıkta ve sürede birbirlerine bağlanması ve rijit bir kütleye dönüştürülmesi işlemine sinterleme denir. Ön şekil verilmiş ham numunelerdeki bağlanma, sabit bir basınç altında tozların belli bir kalıp içerisinde

sıkıştırılması sonucunda oluşan mekanik bir tutunmadır. Bu bağlanma biçimi ilerleyen sinterleme sonrasındaki bağlanma biçimine göre çok daha zayıftır. Yeterli görecede dayanıma sahip preslenmiş ve ön sinterlenmiş numunelerin istenilen yoğunluğa ve mukavemete ulaşabilmeleri için sinterlenmeleri gerekir. Yoğunluktaki gerçek artış ve mikroyapısal gelişim bu aşamada gelişir ve ürünün sonuç özellikleri üzerinde bu aşamanın çok büyük etkisi vardır.

Sinterlemeyi gerçekleştiren itici güç, sistemin iç enerjisindeki azalmadır. Bu azalmayı sağlayan etkenler; partikül temas alanlarının büyümesinden dolayı yüzey alanının azalması, gözenek hacmindeki azalma veya gözeneklerin küreselleşmesi, çok bileşenli sistemlerde katı fazın sıvı faz içerisindeki çözünmesi ile oluşan konsantrasyon farklılığının giderilmesi gibi etkenlerdir [23]. Sinterleme değişkenlerinin etkileri Tablo 1.1’ de görüldüğü gibidir.

Tablo 1.1. Sinterleme değişkenlerinin etkileri [24].

Sinterleme İşlem Değişkenleri	Etkileri
Parçacık boyutunun küçülmesi	Daha hızlı sinterleme Daha fazla masraf Daha fazla impürite miktarı Artan sağlık riski
Artan sinterleme süresi	Daha fazla masraf Tane kabalaşması Verimlilikte azalma
Artan sinterleme sıcaklığı	Daha yüksek yoğunluk Daha hızlı sinterleme Isıl parçalanma Tane büyümesi Daha fazla masraf Gözenek kabalaşması Fırın kullanım ömrünün azalması
Artan yaş yoğunluk	Daha az sinterleme çekmesi
Artan alaşım düzeyi	Daha yüksek dayanım Homojenlikte azalış kaygısı
Sinterleme yardımcılarının kullanımı	Daha düşük tokluk Daha düşük sinterleme sıcaklığı Hızlı yoğunlaşma Daha yüksek son yoğunluk Sürünme dayanımında azalma Çekme ile şekil bozulması Tane büyümesi

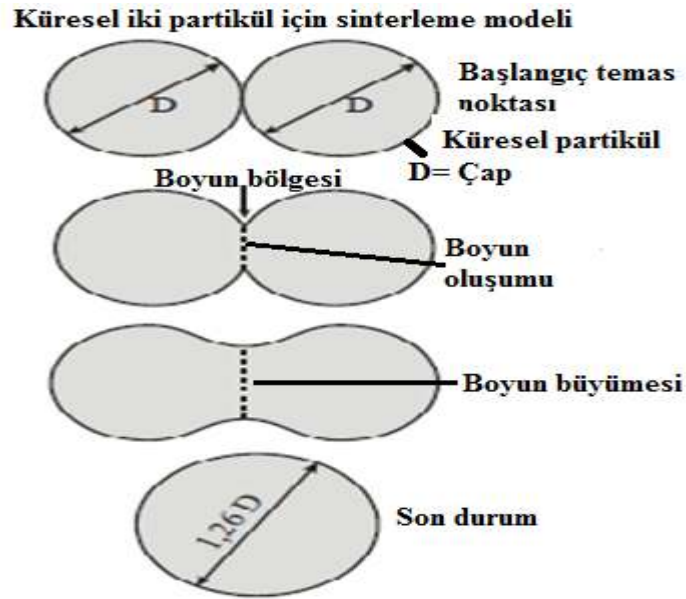
1.3.1. Katıhal Sinterlemesi

Tek fazlı (saf metal) partiküllerden oluşan kompaktları sinterleyebilmek için sinterleme sıcaklığı olarak malzemenin ergime sıcaklığının yaklaşık olarak %80

civarındaki sıcaklıklar seçilir. Sinterleme sırasında mikroyapıdaki değişimler, boyutsal değişimlerle beraber parçanın fiziksel ve mekaniksel özelliklerinde değişimler meydana getirir. Mikroyapıdaki bu değişimler önceden şekillenmiş ve mukavemetleri düşük olan ham parçalara mukavemet kazandırır. Sinterlemenin ilk aşamasında toz partikülleri arasındaki temas alanı artar, yapıdaki mevcut gözenekler küreselleşir, partiküllerin merkezleri arasındaki mesafe azalır ve bunun sonucu olarak parçada çekilme meydana gelerek yoğunluk artar. Daha sonraki aşamada partiküllerin birbirleriyle birleşmesi son bulur ve sonuçta izole gözenekler oluşur. Yapıda malzeme taşınımı ile gözeneklerin boyutları küçülür ve tane büyümesi meydana gelir.

1.3.2. Katıhal Sinterleme Aşamaları

Sinterleme için seçilen sıcaklıklarda mikroyapıda birçok değişiklik meydana gelir. Bu değişiklikler birbirlerini takip eden safhalar halinde meydana gelse de bu safhalar genellikle iç içe geçmiş durumdadırlar. Katı hal sinterlemesi boyunca mikroyapıda meydana gelen tüm bu safhalar kısaca; partiküller arası ilk bağın oluşması, boyun oluşumu ve büyümesi, gözenek kanallarının kapanması, gözeneklerin yuvarlaklaşması, yoğunlaşma ya da gözeneklerin küçülmesi, gözeneklerin birleşerek irileşmesi halinde sıralayabiliriz [25]. İki küresel partikül üzerine yapılan katı hal sinterleme modeli ve ilerleyen aşamaları Şekil 1.23’de verilmiştir.

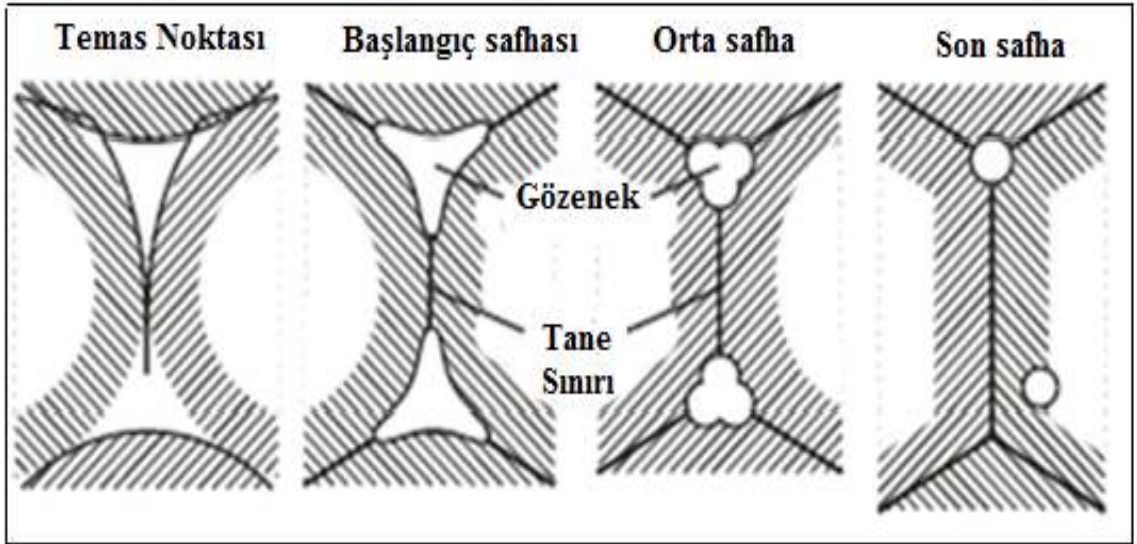


Şekil 1.23. Küresel partiküller için katıhal sinterleme aşamaları [11].

Sinterlemenin başlangıç aşaması partiküller arasında bağ oluşumu ile başlar. Önceden şekillendirilmiş partiküller birbirleri ile sürekli temas halindedir. Sıcaklığın artması ile birlikte atomlar arası taşınım mekanizmaları aktif hale gelerek bağ oluşumu (boyun oluşumu) gerçekleşir.

İlerleyen sinterleme süresince ilk aşamada oluşan bağlar büyür ve bu aşama boyun büyümesi olarak isimlendirilir. Bağların büyümesi ile malzeme daha fazla mukavemet kazanır fakat yapı içerisindeki gözeneklerde herhangi bir azalma olmaz [25].

Gözenek kanallarının kapanması aşamasında mikroyapıda önemli değişiklikler olur. Malzeme taşınım mekanizmalarının aktif halde çalışması ve boyun büyümesi ile birlikte birbirleriyle bağlantılı gözeneklerin kapanması izole olmuş gözeneklerin oluşmasına neden olur. Gözenekleri kapanması Şekil 1.23.' te şematik olarak görülmektedir.



Şekil 1.24. Sinterleme sırasında metalurjik bağların oluşumu ve gözeneklerin değişimi [11].

Boyun büyümesinin doğal sonucu olarak gözenekler yuvarlaklaşacaktır. Bu tamamen partikül yüzeylerinden boyun bölgesine malzeme taşınımı ile gerçekleşir ve diğer taşınım mekanizmaları pek aktif rol oynamazlar. Yüksek sıcaklık gözeneklerin yuvarlaklaşmasını arttırır. Bu aşama malzemenin mukavemet artışı bakımından oldukça önemlidir. Gözeneklerin küçülerek malzemenin yoğunlaşması sinterlemenin en önemli aşamasıdır. Bu aşamada yoğunluk artar ve mukavemette büyük artışlar gerçekleşir.

Sinterlemenin son aşamasında izole olmuş küçük gözenekler büyük gözeneklere doğru hareket ederler ve birleşerek daha büyük gözenekler meydana getirirler. Toplam

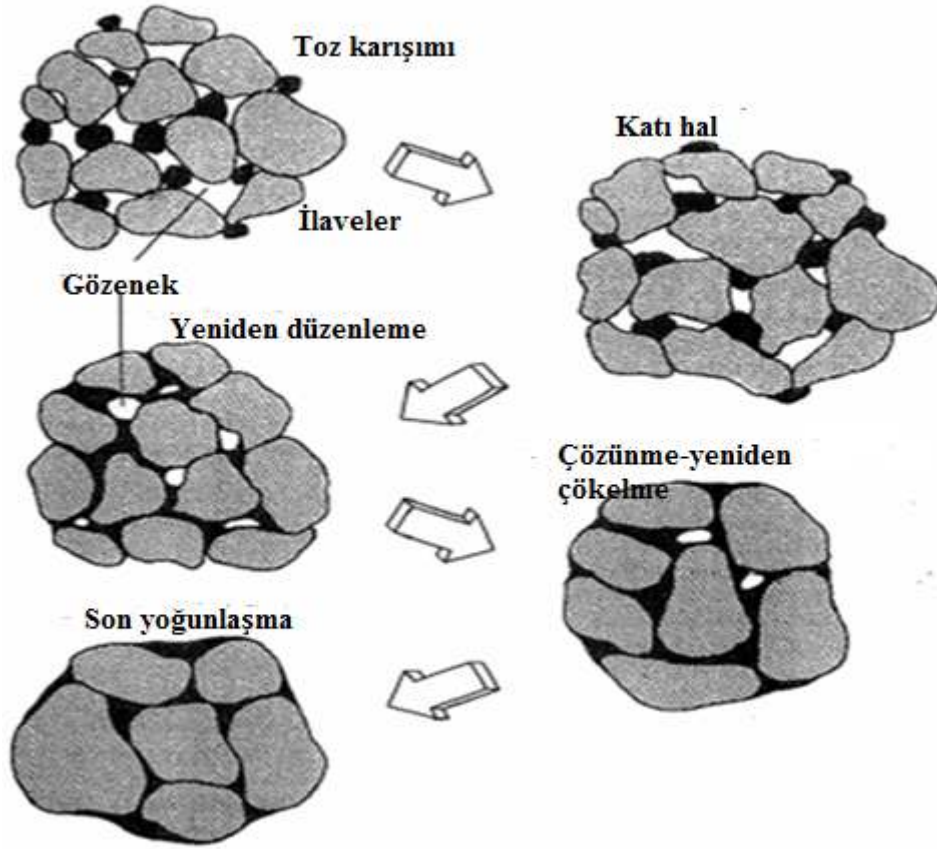
gözenek sayısı azalırken gözenek miktarı değişmez ve dolayısıyla da yoğunlukta belirli bir değişim gerçekleşmez. Mikroyapı içerisindeki büyük gözenekler çentik etkisi gösterebilmektedirler [58].

1.3.3. Sıvı Faz Sinterlemesi

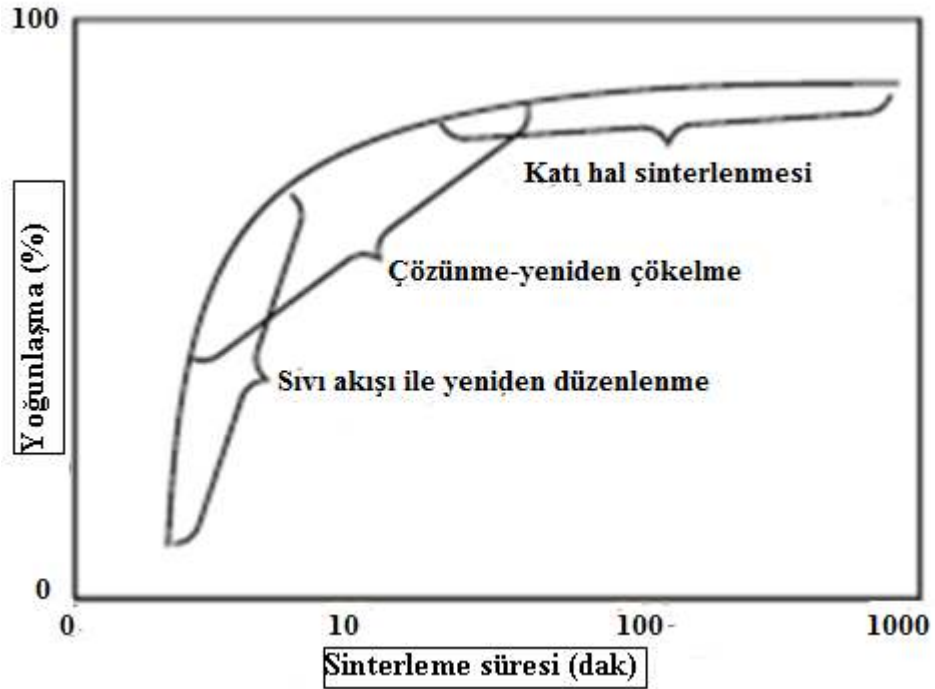
Sıkıştırılan metal tozları, mutlak ergime sıcaklıklarının yarısı üzerindeki sıcaklıklara kadar ısıtıldıklarında sıkı bağ oluştururlar. Sinterleme şekillerinin hepsinde bulunan ortak bir özellik tane yüzey alanında meydana gelen bir azalma ve bunu takiben parça mukavemetinin artmasıdır. Bu durum sinterleme sıcaklığındaki atomik hareketlerin neden olduğu parçacıklar arası bağların oluşumu ile meydana gelir. Sıvı fazın oluşturduğu kılcal çekim kuvvetleri partikülleri birbirlerine doğru çeker ve dışarıdan bir basınç olmaksızın hızlı bir yoğunlaşma meydana getirir. Bunun dışında oluşan sıvı faz katı parçacıklar arasındaki sürtünmeyi azaltarak Yeniden düzenlenmeyi hızlandırır. Katı partiküllerin kenarları ve köşeleri yüksek kimyasal potansiyele sahip oldukları için sıvı faz içerisinde çözünmekte ve böylelikle partiküller yeniden düzenlenmektedir [58].

1.3.4. Sıvı Faz Sinterleme Aşamaları

Geleneksel sıvı faz sinterleme süreçleri birbiri üzerine binen üç aşama ile açıklanabilir. Sıvı faz sinterlemesinin temel aşamaları ve mikroyapısal değişim Şekil 1.25’de şematik olarak verilmiştir. İlk aşamada toz karışımları bir sıvının olduğu sıcaklığa kadar ısıtılır. Sıvı oluşumu ile katı parçacıklar üzerinde sıvının ortaya koyduğu kuvvete bağlı olarak hızlı bir şekilde başlangıç yoğunlaşması söz konusudur. Sistem yüzey enerjisini en düşük duruma indirmeye çalışırken gözeneklerin giderilmesi gerçekleştirilir. Yeni düzenlenme boyunca mikroyapı kılcal hareketler doğrultusunda viskoz bir katı olarak davranır. Gözeneklerin giderilmesi sinterlenen kompaktın viskozitesi ile artar. Sonuç olarak yoğunlaşma hızı sürekli olarak azalır. Geleneksel sıvı faz sinterlemesinin üç temel kademesi ve zamana bağlı olarak yoğunlaşma değişimi Şekil 1.26 'da grafik olarak gösterilmiştir [58].



Şekil 1.25. Geleneksel sıvı faz sinterleme ve bağıntılı mikroyapısal değişimler [25].



Şekil 1.26. Sıvı faz sinterlemesinde aşmaların şematik olarak gelişimi [25].

Sıvı faz sinterlemesinin son aşaması katı hal kontrollü sinterlemedir (Şekil 1.26). Katı iskelet yapının varlığı sebebiyle yoğunlaşma bu aşamada yavaştır. Bu aşamada baskın olan süreçler aslında, tüm sıvı faz sinterlemesi boyunca aktiftirler, fakat yavaş oluşumları sebebiyle katı hal sinterlemesi, sinterleme çevriminin son aşamasına kadar önem teşkil etmez [58].

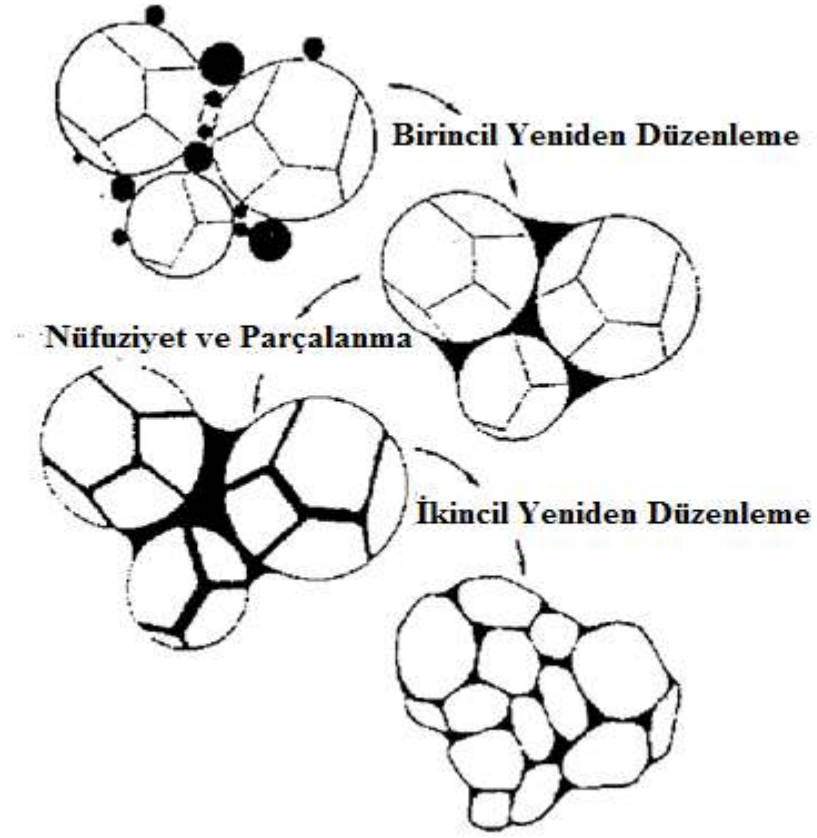
1.3.5. Sıvı Akışı İle Yeniden Düzenleme

Sıvı faz sinterlemesinin ilk aşaması olan sıvı akışı ile yeniden düzenlenme aşamasında, sıcaklıktaki artışla birlikte düşük ergime sıcaklığına sahip bileşenler ergime sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda sıvı hale geçerler. Sıkıştırma sonunda toz taneleri mümkün olduğu kadar birbirleri içlerine girmişlerdir ve aralarında kılcal boşluklar mevcuttur. Sıvı faz oluşumuyla birlikte bu kılcal boşluklar nedeniyle oluşan kuvvetler, oluşan sıvı fazın bu boşluklara ilerlemesine yol açar. Islatıcı sıvıya bağlı olarak kapiler kuvvetler, parçacıklar üzerinde ve parçacıkları yakın bir çevreye çekecek şekilde rol oynarlar. Bir taraftan oluşan sıvı faz katı parçacıklar arasına sızarken, bir taraftan da katı parçacıkların birbirleri üzerinde kaymalarına neden olur. Böylece mikroyapı, preslenmiş mikro yapıdan farklı olarak yeniden düzenlenmeye başlar. Parçacıklar, birbirini izleyen ve bir arada büyüyen parçacıklar gibi yakın olarak yeniden paketlenir ve viskoz akış ile mevcut gözenekler giderilir. Gözeneklerin giderilmesinden sonra yapı daha sıkı paketlenmiş bir hal alır [25].

Sinterleme sırasında oluşan sıvı faz bir arada bulunan parçacıklara atak yaparak bu çok kristalli parçacıkları ayırır ve bu şekilde paketlenmeyi artırır. Yeniden paketlenme büyük parçacıklar arasında küçük parçacıkların Şekil 1.27'de de görüldüğü gibi yeniden dağılım yoluyla takip edilir. Kingery bu süreci modellemiş ve zamana bağlı olarak yeniden düzenlenme çekilmesi olarak şöyle formülize (1.1) etmiştir [58].

$$\Delta L / L_0 = R-1 t K y \quad (1.1)$$

Burada R katı parçacık yarıçapı, t izotermal sinterleme süresi, $\Delta L/L_0$ numune boyutundaki değişimdir [25].



Şekil 1.27. Yeniden düzenlenme ve çok kristalli parçacıkların parçalanmasının şematik gösterimi [25].

Sinterleme esnasında kapiler ve viskoz akıştaki azalmayı düzeltmek için $1+y$ üssü kullanılmıştır. Sıvı akış ile yeniden düzenlenme aşamasını etkileyen faktörler; parçacık boyutu, dihedral açısı, ıslatma, yaş yoğunluk ve gözenekliliktir [58].

Hacimce % 30-35 gibi yüksek sıvı faz içeriklerinde tam yoğunlaşma yeniden düzenlenme aşamasında sağlanabilir. Sıvı faz içeriği azaldıkça çözünme-yeniden çökme gibi diğer sıvı faz sinterleme süreçleri devreye girer [58].

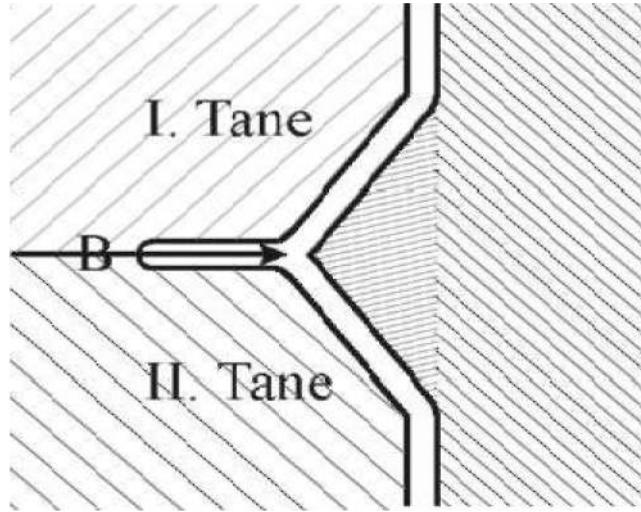
1.3.6. Çözünme-Yeniden Çökme Aşaması

Artan sıcaklıkla oluşan sıvı fazın etkisiyle katı parçacıkların yeniden düzenlenmesi aşamasında, sıvı faz miktarına bağlı olarak yoğunlaşmanın büyük bir kısmı tamamlanır. Bu aşamadan sonra yoğunlaşmanın daha da artması, katı parçacıkların boyutlarının artması ve katı parçacıkların şekillerinin değişimi gibi mikroyapısal değişimler için farklı bir sürece ihtiyaç vardır [25].

Bu aşama boyunca çözünme ve yeniden çökelme aktif haldedir. Fakat sıvı faz sinterlemesinin aşamaları birbirinden net olarak ayrılmadığı için sürecin son kısımlarında bu mekanizma aktif değildir.

Sıvı faz sinterlemesinin ikinci aşaması olan çözünme-yeniden çökelme aşamasında mikroyapısal gelişimde etkili olan bir başka mekanizmada çoğu sistemlerde gözlenen ve çözünme-yeniden çökelme aşamasını hızlandırdığı düşünülen "toz tanesi parçalanması" yaklaşımıdır. Bu yaklaşımda sıvı faz, sinterleme sıcaklığındaki toz tanesi içerisindeki tane sınırlarına sızar. Sıvı faz tane sınırlarında ilerlerken katı faz atomlarını çözeltiye alır ve ilerleyen sıvı faz sonunda toz tanesinin parçalanmasına neden olur. Böylece çözünme-yeniden çökelme mekanizmasına katkıda bulunur [25].

Şekil 1.28'de çözünme-yeniden çökelme süreci olarak tane sınırlarında sıvı faz ilerlemesi şematik olarak gösterilmiştir. %99,9 saflıktaki demir ilerleyen ergiyeğin ucundan çözeltiye alınır. Sıvı boyunca taşınır ve tane sınırının karşısındaki parçacığın üzerine katı ergiyeği (B) olarak çöker. Bu süreç malzemenin parçacık içerisinden alınması ve ergiyik aracılığıyla yer değiştirmesinden oluşur. Malzeme temas alanlarında parçacık ayrışmasına neden olacak şekilde ve yeniden düzenlenmenin olmadığı durumlarda sayısal olarak hesaplanabilecek şekilde mikroskobik şişkinliklere neden olur. Sıvı faz ilerledikçe demir parçacıkları parçalanır ve çözünme-yeniden çökelmeyle yoğunlaşma gerçekleşir [25].



Şekil 1.28. Temas bölgelerinde ergiyeğin tane sınırı boyunca ilerlemesi ve yumru oluşumu [25].

1.3.7. Mikroyapısal İrileşme

Sıvı faz sinterlemesinin son aşaması olan katı hal sinterlemesi ara aşamada aktif olan çözünme yeniden çökelme işleminin bir uzantısı şeklindedir. Bu aşamada mikroyapı, dengeye ulaşmaya çalışır ve minimum enerjiye sahip katı - sıvı ara yüzey şekline yaklaşır. Sıvı faz sinterlemesinin devamı sırasında mikroyapısal irileşme devam eder ve yoğunlaşma hızı azalır. Sinterlemenin son aşamasında ulaşılan maksimum yoğunluk gözeneklerin ya da gözenek içerisinde hapsolmuş gazların karakteristiğine çok büyük oranda bağlıdır. Son aşamanın başlaması ile ön şekil verilmiş numune içerisinde tane büyümesi oluşmaya başlar. Sinterlemenin devamı ile çözünme ve çökelme işlemi ile tane büyümesi gerçekleşecektir. Tane büyümesi süresince tane boyutu dağılımda, gözenek boyutunda, taneler arası boyun boyutunda anında değişimler olur [58].

Son aşamada tane şekli ve sıvı fazın konumu, yüzey enerjisine ve sıvı hacim fonksiyonuna bağlı olacaktır. Yoğunlaşma miktarı dihedral açı ile ters orantılıdır. Sonuç olarak 60° nin üzerindeki dihedral açı ve az miktardaki sıvı, son yoğunlaşmayı yavaşlatır ve tane kenarlarında süreklilik göstermeyen sıvı dağılımına neden olur [26].

Sıvı faz sinterlemesinin başlangıç aşamasındaki hızlı yoğunlaşma süresince, katı tanelerin birbiriyle teması zayıftır. Son aşamayla birlikte hızlı yoğunlaşmayı engelleyen rijit bir iskelet yapısı oluşur. Rijit iskelet yapısına rağmen, tane büyümesi, tanelerin yeniden şekillenmesi ve son gözeneklerinde giderilmesini sağlayan çözünme ve yeniden çökelme işlemi ile devam eder. Son aşamada, gözenekler birbirleri ile teması olmayan kapalı gözenekler şeklindedir ve toplam gözenek miktarı % 8 den azdır.

Metal tozlarının hidrojen atmosferinde sinterlemesinde gazın metal içindeki çözünmesi ve oksit seramiklerin oksijen ortamında sinterlenmesinde ise gazın seramik içerisinde çözünmesi gerçekleşebilir [26,27,28].

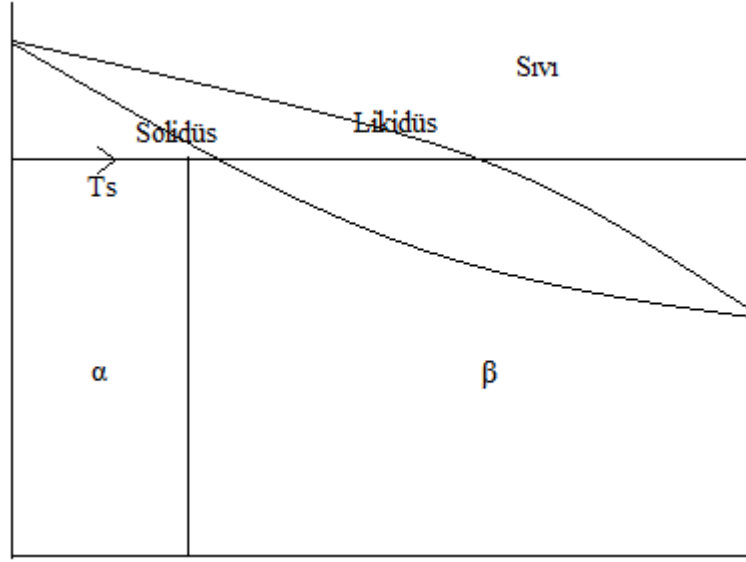
Birçok sıvı faz sinterlemesi örneğinde çok kısa sinterleme süresinde teorik yoğunluğun % 99'na ulaşılabilir. Yüksek yoğunluğa ulaşmak için gerekli olan zaman bazı ölçütlere bağlıdır. Gereğinden daha fazla olan sinterleme yoğunluğunun azalmasına neden olur. Gözenek boyutu, sinterleme atmosferi yüzey enerjisi ve gözenek yoğunluğu kriterleri ile maksimum yoğunluk belirlenir. Uzatılmış ısıtma süresince, hem tane büyümesi hem de gözenek büyümesi gözlemlenir [26,27].

Sıvı faz sinterlemesinin etkisindeki pek çok sistemler için mikroyapısal irileşme yoğunlaşma ile paralel gerçekleşir. Sinterlemenin son aşamasında irileşme mekanizması daha baskındır. İrileşme için itici kuvvetler, katı-matriks arayüzeyi kavisliğinin ve miktarının azalması süresince olan arayüzey enerjisindeki azalmadır. Küçük boyutlu taneler daha küçük kavislik yarıçapına ve büyük boyutlu tanelere göre sıvı içerisinde daha fazla çözünürlüğe sahiptir. Kimyasal potansiyeldeki azalma, kavisliğin azalması ile mümkündür. Mikroyapı irileşmesinin ölçülmesinin en kolay yolu tane boyutunun ölçülmesidir. Zamanla ortalama tane boyutu artar. Çünkü katı hacim fonksiyonu sabit kalmasına karşın, küçük taneler yok olur ve büyük taneler daha da büyür. Bu durum arayüzey alanının azalmasına neden olur [26,27,29].

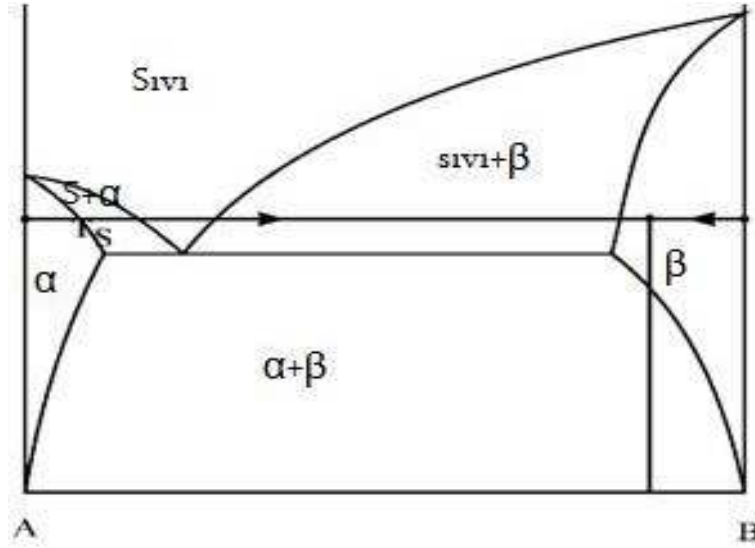
1.3.8. Sürekli ve Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi

Sinterleme sırasında yapıda oluşan sıvı fazın süreklilik gösterip, göstermemesine göre de sıvı faz sinterlemesini geçici sıvı faz ya da sürekli sıvı faz sinterlemesi diye sınıflandırabiliriz.

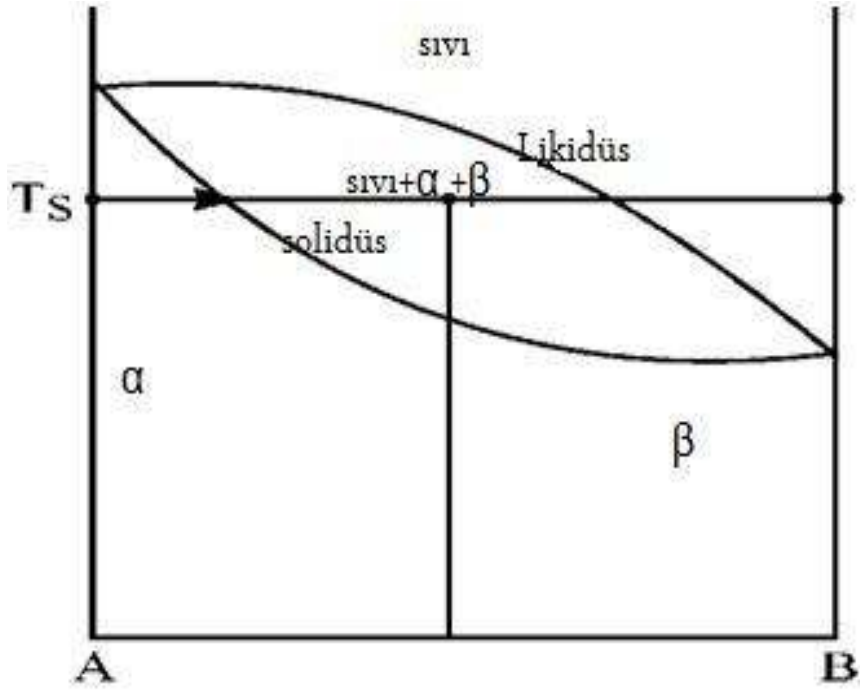
Geçici sıvı faz sinterlemesinde oluşan sıvı faz, çözünme durumuna göre sinterleme sırasında alaşım oluşumu ile ortadan kalkabilir. Bu yöntemde bileşenlerin birbiri içerisinde çözünebilmesi ve son bileşimin tek faz bölgesinde olması gerekir. Bu yönteme uygun iki tür denge diyagramı Şekil 4.7 ve Şekil 4.8’de verilmiştir. Şekil 4.7. sinterleme sıcaklığı iki metalin ergime sıcaklıklarının arasındadır. Şekil 4.8’deki sistemde ise sıvı faz, bileşenlerin yayılımı sonucunda oluşan ötektik dönüşüm ile sağlanmaktadır. Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun iki örnek Şekil 1.29. ve 1.30’da verilmiştir. Şekil 1.29 solidüs üstü sinterleme için uygun ikili denge diyagramını göstermektedir. Solidüs üstü sinterlemede ön alaşımlı toz solidüs-likidüs sıcaklıkları arasındaki bir sıcaklıkta sinterlenir. Eğer solidüs sıcaklık aralığı geniş ise işlemin kontrolü daha kolay olur. Isıtma sırasında her toz parçacığı içerisinde sıvı faz oluşur. Bu durum parçacıkların yeniden parçalanmasına neden olmakta ve daha homojen sıvı faz dağılımı gerçekleşmektedir. Şekil 1.31’de sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun ikili ötektik denge diyagramı görülmektedir [26,27,30,31].



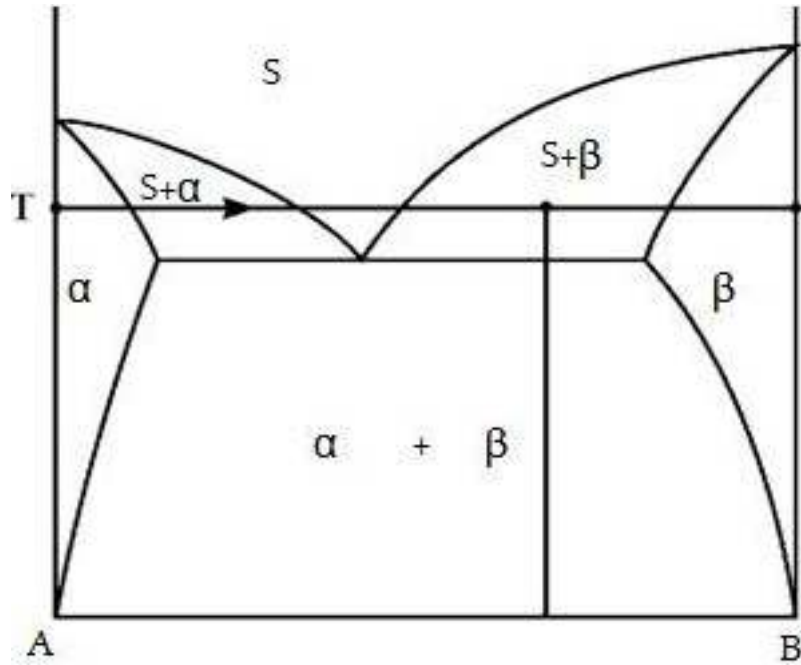
Şekil 1.29. Geçici sıvı faz sinterlemesi 1 [26,30].



Şekil 1.30. Geçici sıvı faz sinterlemesi 2 [26,30].



Şekil 1.31. Sürekli sıvı faz sinterlemesi 1 [26,30].



Şekil 1.32. Sürekli sıvı faz sinterlemesi 2 [26,30].

1.3.9. Sinterlemeye Etki Eden Faktörler

Sinterleme prosesini sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi, toz partiküllerinin boyutu, toz karışımının bileşimi, ham yoğunluk, sinterleme fırınındaki koruyucu

atmosferin bileşimi ve alaşım elementleri etkilemektedir [32,33]. Tablo 1.2.'de sinterleme esnasındaki değişimler ve etkileri özet halinde verilmiştir.

Tablo 1.2. Sinterleme esnasındaki değişimler ve etkileri [32].

Sinterleme Esnasında Değişim	Proses Etkisi
Partikül boyutundaki azalma	Hızlı sinterleme Yüksek maliyet Yüksek empürite Artan sağlık tehlikesi
Süredeki Artış	Yüksek maliyet Tane büyümesi Üretimin yavaşlaması
Sıcaklıktaki artış	Yüksek yoğunluk Hızlı sinterleme Termal ayrışma Tane büyümesi Yüksek maliyet Fırın limiti Gözenek kabalaşması
Ham yoğunluktaki artış	Daha az büzülme
Alaşım elementi katkısı	Yüksek mukavemet
Sinterleme katkılarındaki artış	Düşük mukavemet Düşük sinterleme sıcaklığı Hızlı yoğunlaşma Yüksek ham yoğunluk Distorsiyon Tane büyümesi

1.3.10. Sıcaklık ve Süre

Sinterleme sıcaklığı ne kadar yüksek olursa, preslenen parçalar içerisindeki toz partiküllerinin difüzyon hızı artacağından sinterleme için gereken süre o kadar kısa olmaktadır. Ancak yüksek sinterleme sıcaklıkları, yüksek sinter fırını bakım maliyetlerinden ekonomik sayılmaz. Demir tozları için en yaygın sinterleme koşulları 1373 – 1423 K sıcaklıkta 10 – 60 dakika arasındadır [33].

1.3.11. Toz Partiküllerinin Boyutu

İnce ve gözenekli partiküller içeren tozların sinterlenmesi, iri partiküller içeren tozların sinterlenmesine göre daha hızlı gerçekleşmektedir. İnce taneli tozların sıkıştırılması iri taneli tozların sıkıştırılmasına göre daha zordur; ayrıca ince taneli tozlardan üretilen ham malzemeler iri taneli tozlardan üretilen malzemelere göre sinterleme

esnasında daha az büzülürler. Toz metalurjisinde kullanılan ticari demir tozu partikülleri genellikle 100 – 200 μm arasındadır [33].

1.3.12. Toz Karışımlarının Bileşimi

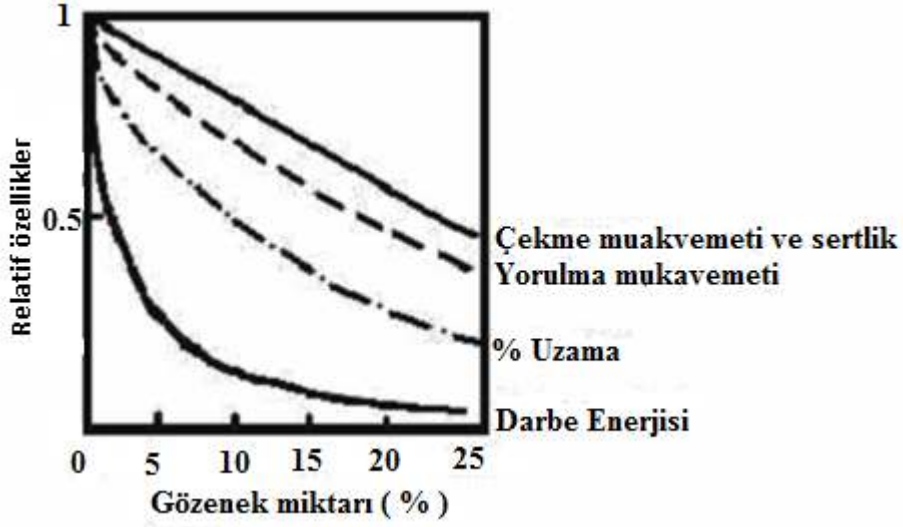
Toz karışımlarının bileşenleri istenilen fiziksel özellikleri verecek ve sinterleme sırasındaki boyutsal değişimleri kontrol edecek şekilde seçilir. İki ya da daha fazla metal tozu karışımları sinterlendiğinde partiküller arasındaki bağlanmayla aynı zamanda bileşenler arasında da bir alaşımlanma meydana gelir.

1373 – 1423 K sinterleme sıcaklıklarında alaşımlanma prosesi çok yavaştır (Fe ile C arasındaki hariç). Dolayısıyla tamamen alaşımlanma gerçekleşmemektedir. Eğer toz karışımı sinterleme sıcaklığında sıvı faz oluşturan bir bileşene sahipse (örneğin demir tozu karışımları içerisindeki bakır tozları), partiküller arasındaki bağlanma mukavemetli olmakta ve alaşımlanma prosesi de hızlanmaktadır [33].

1.3.13. Ham Yoğunluk

Ham yoğunluk ne kadar yüksekse, toz partikülleri arasındaki temas noktalarının toplam alanı o kadar yüksek olur ve sinterleme sırasında daha mukavemetli bir bağlanma ve alaşımlanma gerçekleşir [33].

Sinterlenmiş malzemelerin mekanik özellikleri gözeneklerin varlığından dolayı düşer. Gözenek miktarının mekanik özelliklere etkisi ise, Şekil 1.33'te verilmektedir. Çekme mukavemeti ve sertlik, gözenek miktarı ile lineer olarak düşerken; % uzama ve darbe enerjisi parabolik olarak düşmektedir. Gözenek miktarı, en çok darbe enerjisini düşürmektedir.



Şekil 1.33. Gözenek miktarının mekanik özelliklere etkisi [34].

1.3.14. Koruyucu Atmosferin Bileşimi

Sinterleme atmosferlerinin doğru seçilmesi ve kontrolü önemli bir kriterdir. Koruyucu atmosfer sinterleme sırasında, hem sinterlenecek parçaları oksidasyondan koruması ve mevcut olan oksitleri indirgemesi; hem de karbon içeren malzemelerin dekarbürizasyonunu, karbonsuz malzemelerin de karbürizasyonunu önlemesi gereklidir. Bu da sinterlenecek parçalar için mümkün olan en uygun atmosferin seçilmesi gerekliliğini göstermektedir. Demir tozu metalurjisinde aşağıdaki atmosferler sıklıkla kullanılır [35].

- **İndirgeyici – dekarbürleyici tip**

Hidrojen ve parçalanmış amonyak (%75 H₂ + %25 N₂) (1.2)

- **İndirgeyici – karbürleyici tip**

Endogazlar (%32 H₂ + %23 CO + %0 – 0,2 CO₂ + %0 – 0,5 CH₄, kalanı N₂) (1.3)

- **Doğal tip**

N₂ ve mevcut oksitleri kontrol etmek için çok az miktarda H₂ ya da karbon kayıplarını gidermek için metan veya propan ilave edilebilir.

1.4. T/M TEKNOLOJİSİ VE METALİK BİYOMALZEMELER

Biyomalzeme, ilaçlar hariç tutulmak kaydıyla, herhangi bir madde, veya sentetik ya da dogal maddelerin bir kombinasyonudur. Biyomalzemeler herhangi bir zaman periyodunda, herhangi bir doku, organ veya vücudun bir fonksiyonunu tedavi eden, destekleyen veya yerine geçen bir sistemin bütünü ya da sistemin bir parçasıdır.

Kristal yapıları ve sahip oldukları güçlü metalik bağlar nedeniyle üstün mekanik özellikler taşıyan metal ve metal alaşımlarının biyomalzeme alanındaki payı büyüktür. Bir yandan ortopedik uygulamalarda eklem protezi ve kemik yenileme malzemesi olarak kullanılırken, diğer yandan yüz ve çene cerrahisinde, örneğin diş implantı gibi, ya da kalp damar cerrahisinde yapay kalp parçaları, katater, vana ve kalp kapakçığı olarak da kullanılırlar. İnsan vücudunda kullanılmak üzere geliştirilen ilk metal “Sherman-Vanadyum Çeliğidir. Biyomalzeme üretiminde kullanılan demir, bakır, krom, kobalt, nikel, titanyum, tantal, molibden ve vanadyum gibi çok sayıda metal, az miktarda kullanılmak koşuluyla canlı vücuduna uygunluk gösterir. Vücut içerisinde fazla miktarda bulunması zararlı olan bu metaller metabolizmik faaliyetler sırasında da oluşabilirler. Örneğin, kobaltın B12 vitamininden sentezlenmesi ya da demirin hücre fonksiyonu olarak meydana gelmesi gibi [37].

Metalik implant olarak biyomalzeme uygulamasının, 16. yüzyıl ortalarında çatlak damak tedavisi için, altın plaka kullanımı ile başladığı sanılmaktadır. Demir, altın, gümüş, kurşun, bronz, karbon, çelik ve platin gibi metaller 19. yüzyılın başlarında çatlak kemiklerin tedavisi için, çivi ve tel halinde kullanılmaya başlanmıştır. Günümüzde kullanılan biyomalzemeleri metalik, polimer, seramik ve kompozit malzeme olarak gruplandırılabilir [38].

Biyomalzemeler, yalnızca implant olarak değil, ekstrakorporeal cihazlarda (vücut dışına yerleştirilen ama vücutla etkileşim halindeki cihazlar), çeşitli eczacılık ürünlerinde ve teşhis kitlerinde de yaygın olarak kullanılır. Günümüzde, yüzlerce firma tarafından çok sayıda biyomalzeme üretilir. 2700’ü aşkın çeşitte tıbbi cihaz, 2500 kadar farklı teşhis ürünü ve yaklaşık 39.000 civarında değişik eczacılık ürünü, bu teknolojinin en büyük pazarı oluşturur. Ancak, halen biyomalzemedan kaynaklanan aşılammış sorunlar da vardır. Bunların çözümünde, doku mühendisliği ve gen tedavisi, alternatif yaklaşımlar sunmaktadır. Özellikle nanoteknoloji, bilişim teknolojileri ve fabrikasyon yöntemlerindeki

gelişmelere paralel olarak daha mükemmel biyomalzemelerin geliştirilmesi hedeflenir [38].

Biyomalzemeler temel olarak tıbbi uygulamalarda kullanılmalarına karşın, biyoteknolojik alandaki kullanımları da göz ardı edilmemelidir. Bunlar arasında hücre teknolojisinde hücre ve hücresel ürün üretiminde destek malzeme olarak, atık su arıtımında adsorban (yakalayıcı tutucu) malzeme olarak, biyosensörlerde, biyoayırma işlemlerinde, enzim, doku, hücre gibi biyoaktif maddelerin immobilizasyonunda (tutuklanmasında) ve biyoçiplerdeki kullanımları sayılabilir [39].

1.4.1. Toz Metal Teknolojisinin Biyomalzemelere Sağladığı Katkılar

T/M nin halen çok farklı alanlarda yaygın olarak kullanılmasına rağmen tıbbi amaçlı kullanımı, teknolojinin uzay ve havacılık biliminden, tıp bilimine transferi ile başlamıştır. Özellikle döküm ve işlenebilirliğinde zorluklar bulunan çok sert bazı malzemelerin keşif ve kullanımı, bu alandaki pek çok yeniliği de ardından getirmiştir. Yüksek kaliteli ve karmaşık şekildeki protezlerin üretilmesinde, geleneksel yöntemlerin yetersiz kaldığı durumlarda T/M teknolojisinin kullanımı, problemleri büyük ölçüde çözebilmektedir. T/M yöntemi ile üretilen protezlerde; biyomalzemelerden beklenen fonksiyonellik, biyolojik uyumluluk, aşınma ve korozyon direnci gibi özelliklerin iyileştirilmesi de mümkün olur. Yine, sadece bu yöntemin kazandırdığı bir diğer avantaj da, istenilen biyomalzemelerin gözenekli yapıda üretilmesi imkanıdır. Gözenekli yapıdaki protezler, titreşimleri absorbe edilebilme özelliklerinin yanı sıra, protezle temas yüzeyi oluşturan kemik doku için güçlü bir tutunma yüzeyi ve kolay kaynaşma imkanı sağlar. T/M nin biyomalzemelere sağladığı bir diğer avantaj da son boyut ve tolerans ölçülerinde, ek bir talaş kaldırmaya ihtiyaç duyulmaksızın, ekonomik olarak üretilmesidir. Yalnızca, T/M teknolojisinin uygulama tekniklerinden olan kontrollü gözenek yapısında üretilip şekil verilebilen tozlar için; özel toz üretim teknikleri, sıcak/soğuk izostatik şekillendirme, yoğunluk artırma işlemleri, iyon aşılama ve plazma teknolojisi gibi farklı uygulamalar sayesinde de, istenilen boyut ve şekildeki toz çeşitleri kullanılarak, yüksek korozyon dayanımına sahip, yüksek mukavemetli, pürüzsüz yüzeyde sürtünme artıklarının oluşmadığı, biyomalzelerin ekonomik olarak üretimi mümkün olur [38,40].

Kobalt ve krom gibi sert metallerin ve titanyumun, metal alaşım veya fiber katkılı kompozitleri, zirkonyum oksit ve hidroksiapatit gibi sert seramikler ve bunların metal veya

polimer katkılı kompozitleri, daldırmalı ya da püskürtmeli yöntemle yapılmış kaplamaya sahip malzemeler, çok farklı tür ve çeşitlilikteki kontrollü gözenek yapısına sahip kompozitlerden oluşan protez malzemeleri mevcuttur. Bunlar ihtiyaca göre üstün dayanım, ayarlanabilir elastisite modülü, talaşsız imalat tekniğinin sağladığı çentiksiz şekillendirilebilme ve yorulma dayanımındaki gelişmelerin de katkısı ile, kemik yada kırık dokunun birleştirilmesinde ve rekonstrüksiyonunda yaygın olarak kullanılır. Alaşımli tozlardan T/M teknolojisinin sağladığı imkanlarla, "Sıcak İzostatik Presleme" yöntemi ile üretilen çoğu protezler, mükemmel bir mekanik yapıya sahip olurken, titanyum, grafit ve benzeri biyomalzeme tozlarından kontrollü olarak sinterlenmiş yapıda üretilen protezlerle yapılan deneysel çalışmalardaki sonuçlarda da kendi kendini yağlayabilme mekanizması sayesinde bu malzemelerin kırılma ve aşınma direncindeki olumlu gelişmeler bilinmektedir. T/M yöntemi ile üretilen protez parçalar, geleneksel yöntemlerle üretilen ürünlerle karşılaştırıldığında aşağıda da sıralanan pek çok potansiyel avantajlara da sahip olurlar [40].

- T/M kullanılan ürünlerde seri haldeki kütle üretimleri için büyük imkanlar mevcuttur.
- Diğer üretim metotlarında mümkün olmayan, metal ve metal dışı malzemelerin bir arada kullanılabilirliği, zengin ürün çeşitliliği ve esnekliğe sahip olma imkanları söz konusudur.
- T/M yöntemi, protezler için gereken en son boyut ve tolerans ölçülerinde üretilbilme imkanını da ekonomik olarak sağlayabilmektedir.
- Ham maddenin nispeten daha kolay ve ucuz elde edilebilme imkanı söz konusudur.
- Diğer yöntemlerle üretilen parçalara oranla, bir ikinci işlem ihtiyacının gerekliliği nispeten daha azdır.
- Farklı erime sıcaklıklarına sahip ayrı ayrı malzemelerden elde edilen farklı boyutlardaki tozların, değişik oranlardaki karışımı ile üretilen kontrollü gözenek yapısına sahip protez parçaların üretilbilmesi mümkündür.
- İşlemlerin yapısı gereği çok az sayıda ıskarta parçaya sebep olurlar.
- Özellikle talaşlı imalat yöntemine oranla büyük üretim kapasitesine sahiptirler.
- Parçalar, mükemmel aşınma direnci ve sürtünme katsayısına sahip özellikte üretilbilirler.
- Parçalar titreşim ve gürültüyü emici özelliğe sahiptir.

- Diğer işleme ve imalat yöntemlerinde mümkün olmayan geometrik yapıyı bu yöntemle çok kolay sağlama imkanı vardır.
- Protezlerin kullanım yerlerine göre, parçaların her biri kimyasal olarak homojen olan yada olmayan bir yapıda üretilmesi imkanına sahiptir.
- T/M ile üretilmiş parçaların; dövme işlemi ile üretilmiş parçalara göre 75 % daha fazla çekme dayanımına sahip olması, özellikle ortopedik amaçlı protezlerde önem kazanmaktadır [40].

Toz metalurjisi (T/M) teknolojisi kullanılarak metalik malzemeden implant üretimi ile ilgili ilk çalışmalar 1960'lı yıllara dayanmaktadır. İlk çalışmalar Co-Cr-Mo alaşımından porozlu kalça protezi üretimi üzerine yapılmıştır. Bu araştırmalarda üretilen T/M implantların ve mekanik ve bazı fiziksel özelliklerini geliştirmek amaçlanmıştır [41].

Toz metalurjisi işlem metotları son 20-30 yıldır, cerrahi implantların etkili olarak gelişmesine önemli ölçüde katkıda bulunmuştur. Özellikle ortopedi ve dişçilik alanında, yük taşıma kabiliyetinin önemli olduğu ve sağlam ve güvenilir implant-kemik bağlantılarının gerekli olduğu durumlarda çok önemli yer tutmuştur [42].

Toz metalurjisi teknikleri ortopedik implantların üretiminde etkili olarak kullanılmaktadır. Ön alaşımlı tozların sıcak izostatik preslenmesiyle elde edilen tam yoğun implantlar, mükemmel mekanik özelliklere sahiptirler. Ayrıca toz metal teknolojilerinin kullanımı; ince tane boyutunu sağlar, malzeme homojenliğini geliştirir ve son ölçü formunda üretim ile yüksek kaliteli, etkin maliyetli implantların üretimine öncülük etmektedir [43-45].

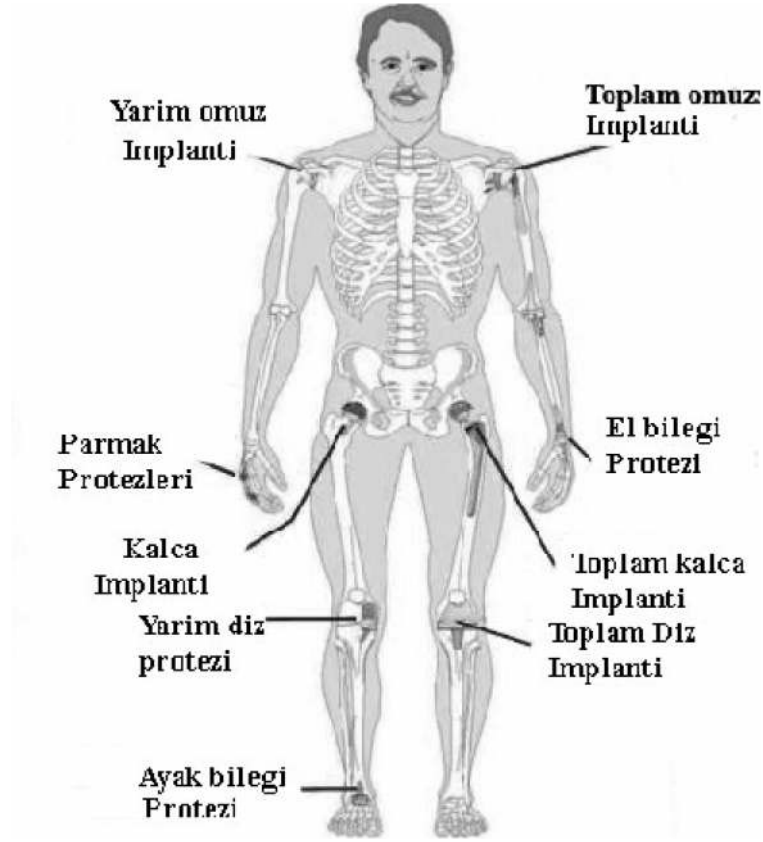
1.4.2. Biyomalzemelerin Toz Metalurjisi ile Şekillendirilmesi

Biyomalzemelerin üretimi için kullanılacak metal ve seramik tozlarının yanı sıra, yapıştırıcı rol oynaması bakımından bazı polimer çeşitlerinin de kullanımı söz konusudur. Tozların sıkıştırılıp şekillendirilmesi; tek eksenli presleme, haddeleme, ekstrüzyon, enjeksiyon kalıplama ve sıcak veya soğuk izostatik presleme gibi pek çok farklı metotlardan biri olabilir. Bunların içinden, protez parçasının fonksiyonuna, geometrik karmaşıklığına ve üretim miktarına bağlı olarak uygun metot seçilir. Genelde karışım halindeki ana metal tozları ile yapıştırıcı rolündeki tozların birlikte kullanıldığı Enjeksiyon

Kalıplama yöntemi tıbbi amaçlı protezlerde özellikle tercih edilen bir yöntemdir. Bu yöntemde, bir kalıba enjekte edilmiş ham haldeki parçanın kalıptan çıkarılıp kontrollü atmosfere sahip bir fırında tutulması sırasında, yapıştırıcı olarak etkin bir rol oynayan tozun da etkisi ile parça katı hal difüzyonu ile sinterlenmiş olur. Plastik enjeksiyonla kalıplama veya yüksek basınçlı döküm işlemlerine de çok benzeyen bu yöntem sayesinde; çok küçük, karmaşık ve tamamen birbirinin eş değeri olan parçaların seri haldeki üretimleri de mümkün olur. Bu yöntem sonunda, diğer metal işleme, şekil verme ve bitirme işlemlerine nadiren ihtiyaç duyulur. Kontrollü tolerans ve boyutlarda üretilebilme imkanını karmaşık parçalar için de sağlayabilen Enjeksiyon Kalıplama yöntemi ile üretilmiş parçaların ilk uygulamalarına ateşli silahlar ve otomotiv endüstrisinde karşılaşılrken, daha sonraları elektronik parçaların yanı sıra tıp ve dişçilik gibi alanlarda da karşılaşılmaya başlanılmıştır. Protezlerin üretimi için tercih edilen bir diğer metot da, soğuk izostatik presleme metodudur. Bu yöntemde, genelde taşıyıcı bir kap içindeki tozlar basınç altında, oda sıcaklığında veya soğuk bir ortamda iken sıkıştırılır. Bu metot için; sızdırmaz metal veya plastik bir kap ve basınç altındaki ortamı oluşturmak için de değişik gazlar kullanılır. Bu sıvı yada gazlı ortamın basınç kontrolü, homojen dağılım ve yoğunluktaki parçaların üretilmesi imkanını da sağlar. Soğuk izostatik presleme metodu ile üretilen parçanın, kalıptan çıkarıldıktan sonra sinterlenmesi gerekirken, sıcak izostatik preslemede tekrar bu ilave işleme ihtiyaç duyulmaz. Bu metot, diğer T/M yöntemleri ile üretilen protez parçalarına göre, daha büyük boyutta olanlar için de uygundur. Aynı zamanda, Titanyum ve diğer zor işlenebilen süper alaşımlar türünden malzemeler için de ideal bir yöntemdir ve hemen hemen son bitirilme boyut ve toleranslarında üretilme imkanını da sağlarlar. Soğuk izostatik presleme ile üretilmiş parçalar, kaliteli döküm ya da dövme parçalara göre daha üstün yada eşit mekanik davranış gösterirler. Diğer T/M yöntemlerinden daha ekonomik olma gibi bir diğer avantajı da bulunan yöntem, daha önceleri; otomobil silindirlerinde, kesme takımlarında, uçak ve gemi gaz türbinlerinde, korozyon direnci gerektiren petrokimya tesisinde yaygın kullanım alanı bulurken, daha sonraları tıbbi protezler için de kullanılır olmuştur. Kalsiyum fosfat türündeki Hidroksiapatit (HA) seramik biyomalzemelerde uygulanan Ayırımı Lazer Sinterleme metodu ile üretilen karmaşık gözenekli biyoseramiklerde korozyon ve aşınmaya karşı direncin artırılmasının yanı sıra bu özelliğin sürekliliğinin korunması sayesinde mükemmel bir biyoyumluluk ve kemik doku ile oldukça kolay kaynaşma gözlenir [40].

1.4.3. Biyomalzemelerin Kullanım Yerleri

Sekil 1.34.'te ise ortopedide kullanılan çeşitli kompozitler ve kullanım yerleri görülmektedir.



Sekil 1.34. Ortopedide kullanılan çeşitli kompozitler ve kullanım yerleri [59].

Vücudun değişik yerlerinde kullanılan biyomalzemelerin yapımında kullanılan malzemeler yönünden bazı avantaj ve dezavantajlara sahiptir (Tablo 1.3).

Tablo 1.3. Biyomalzemelerin kullanım alanlarıyla avantaj ve dezavantajları [47].

Malzeme	Avantaj	Dezavantaj	Örnek
Polimerler (naylon, silikon, kauçuk, polyester v.s.)	Esnek olduğu için kolay şekillendirilebiliyor	Mekanik değerleri iyi değildir. Zamanla deformasyona uğrayabilir	Kan damarları, Kalça soketleri, Burun ve burun gibi yumuşak dokularda
Metaller (Ti ve alaşımları, Co-Cr alaşımları, Altın-Gümüş, Paslanmaz çelik)	Mekanik değerleri çok iyi, sert ve dayanıklı	Birlikte çalışan metallerde zamanla aşınma görülebilir. Üretilmesi ve şekillendirilmesi çok zor	Eklem yenilenmeleri, Kemik plaka ve civataları, Diş kökleri
Seramikler (Alüminyum oksit, Potasyum Kalsiyum içerikli hidroksiapatite, Karbon)	Biyouyumluğu çok iyi, oldukça sert ve dayanıklı	Kırılğan, gevrek ve esnek değil. Üretilmesi ve şekillendirilmesi çok zor	Dişçilikte diş başlarında, eklem mafsallarında ve ortopedik implantlar
Kompozitler (Karbon-karbon ve kemik çimentosu kullanılmış teller)	Mekanik değerleri çok iyi, amaca uygun imal edilebilen karışım	Üretilmesi ve şekillendirilmesi çok zor	Eklem mafsalları ve kalp kapakçıkları

1.4.4. Kobalt Esaslı Alaşımlar

Bunlar kobalt-krom alaşımlarıdır. Temel olarak Kobalt-Krom-Molibden ve Kobalt-Nikel- Krom-Molibden olmak üzere 2 türden söz edilir. Kobalt-Krom-Molibden alaşımı uzun yıllardan beri dişçilikte ve son zamanlarda yapay eklem üretiminde kullanılmakta. F75 ve F799 alaşımları içerik olarak neredeyse eşdeğerdir. İkisinde de %58-69 arası kobalt, %26- 30 krom vardır. Bu ikisi arasındaki ana farklılık işleme aşamasıdır. F90 ve F562 diğerlerine göre daha az krom ve kobalt bulundurur. F562’de fazladan nikel vardır. Kobalt- Nikel-Krom-Molibden alaşımı daha yeni bir malzemedir. Fazla yük altındaki eklemlerde (diz ve kalça gibi) ve protezlerde kullanılır. Bu tür alaşımların bileşimleri, temel olarak ağırlıkça %65 kobalt ve geri kalan kromdan oluşur. Daha iyi tanecik elde etmek için yapıya molibden ekleniyor. Kobalt içeren alaşımların elastisite modülü çeliğinkinden daha büyüktür. F90’da da fazladan tungsten vardır. Tablo 1.4 ve 1.5 de kobalt-krom esaslı bazı özel alaşımların kimyasal kompozisyonları ve mekanik özellikleri verilmiştir.

Tablo 1.4. Protez malzemesi olarak kullanılan kobalt-krom esaslı bazı özel alaşımların %'de ağırlık olarak kimyasal kompozisyonları [48].

Alaşım	Co	Cr	Ni	Mo	W	Fe	C	Mn	Si	Ti
Stellit 1	50	33			13		2.5			
Stellit 8	63	30		6			0.2			
Vitallium	62.5	30		5			0.5	0.5	0.2	
HS-21	Dengelenir	27-30	2-5	5-7		0.75	0.2-0.35	1		
HS-25	Dengelenir	19-21	9-11			3	0.05-0.2	2		
Niranium	64.2	8.8	4.3		2		0.2		0.1	
Crutanium	Dengelenir	5-15	5-15	0.3		1				4-10
Ticonium	28.7	27.4	37.5	4.6			0.2		0.2	
Protasul 10	Dengelenir	19-21	33-37	9.5-10.5		1	0.025	0.15		0.6-1

Tablo 1.5. Kobalt-Krom esaslı bazı özel alaşımların mekanik özellikleri [49].

Alaşım	İmalat Şekli	Elastisite Modülü (N/m ²)	Akma Ger. (N/m ²)	Mak. Çek. Ger. (N/m ²)	Zorlanma (%)
Stellit 1	Döküm	2.48x10 ¹¹		6.2	15
Stellit 8	Döküm	2.07x10 ¹¹	4.8-5x10 ⁸	6.8-7.0	9
Vitallium	Döküm			8.5-9.0	1-2
HS-21	Döküm	2.10x10 ¹¹	4.8-5x10 ⁸	6.6-7.6	8
	Sinterlenmiş	1.85x10 ¹¹		11	3
HS-25	Dövülmüş/Tavlanmış	2.4x10 ¹¹	3.2-3.8x10 ⁸	8.8-9.2	60
	Dövülmüş	2.4x10 ¹¹	4.6-4.9x10 ⁸	9.6-10.9	55
	Soğuk şekillendirilmiş	2.4x10 ¹¹	5-13x10 ⁸	10.5-17.6	10-50
Niranium	Döküm	2.10x10 ¹¹	3.3x10 ⁸	6.0	1-2
Crunanium	Döküm			9.2-12	10-15
Ticonium	Döküm		2.4x10 ⁸	5.4	2
	Homojenleştirilmiş		5.4x10 ⁸	6.4	1-2
Protasil	Dövülmüş/Tavlanmış	2.30x10 ¹¹	3.4x10 ⁸	9-10	60-70
	Sıcak dövülmüş>900°C	2.30x10 ¹¹	6.5-10x10 ⁸	9.5-12	35-55
	Sıcak dövülmüş<600°C	2.30x10 ¹¹	11-13x10 ⁸	13-16	15-25
	Soğuk şekillendirilmiş	2.30x10 ¹¹	18.5x10 ⁸	19.2	9-11

Bu alaşımların ana özelliği klorlu ortamlarda korozyonu engellemesidir. implant imalinde kalıplar, bir mum modeli son boyutlarına yakın bir boyuta sokup sonrasında üzerini koruyacak bir biçimde özel seramikle kaplayarak elde edilir. Döküm hataları olabilir. Aşağıdaki şekilde femoral kemiğin ortasındaki inklüzyon gösteriliyor. Bu seramik kaplama malzemesinin bir partikülüydü. Muhtemelen metal karıştırılırken kırıldı ve kalıbın içinde kaldı. Bu yorgunluk kırılmasına yol açtı ve büyük bir olasılıkla seramik inklüzyona bağlı olarak gerilme konsantrasyonu ve yorulma çatlağı yüzünden kırıldı.

1.4.5. Biyomalzemelerin Geleceği

Geçmişte, bir doku hasar gördüğü veya işlevini yitirdiğinde çözüm, bu dokunun uzaklaştırılmasıydı. Ancak geçtiğimiz yüzyılda yeni antiseptiklerin, penisilin ve diğer antibiyotiklerin keşfi, hijyenin sağlanması ve aşılamalara bağlı olarak, gelişmiş ülkelerde insan yaşam süresi 80'in üzerine çıkmıştır. Bu durumda, özellikle geçtiğimiz 40 yılda, yaşam kalitesinin de azalmaması için hasarlı dokunun yerine sağlamanın yerleştirilmesi önem kazanmıştır. Bu da iki şekilde mümkün olmuştur. Transplantasyon (nakil) ve implantasyon (yerleştirme). Transplantasyonda, hastanın kendi dokusu, başka bir insandan ya da hayvandan alınan dokuların kullanımı söz konusudur. İmplantasyonda ise, biyomalzemeler kullanılır. Ancak tüm implantların ömürleri sınırlıdır. Son gelişmelerle ortopedik, kalp-damar ve diş implantlarının kullanım ömrü 15 yılın üzerine çıkmıştır. Özellikle implantların dokulara biyoaktif olarak sabitlenmesi, ortopedik protezlerin ömrünün uzamasında çok etkili olmuştur. Gelecek için ise şöyle bir mesaj vardır: Biyomalzeme konusundaki araştırmalar, vücudun kendini yenileme kapasitesini kullanacak veya artıracak yöne kaymalıdır. Böylelikle doğal dokuların yeniden yapılanmasını sağlayacak biyomalzemelerin kullanılacak protezlerin kullanım süresi artırılabilir. Doku yenilenmesi, son derece kapsamlı bir olaydır. Doku yapısının yeniden inşasını, doku işlevinin, metabolik ve biyokimyasal davranışların ve biyomekanik performansın yeniden kazanılmasını içermektedir. Bu nedenle, doku yenilenmesi, biyoloji, genetik mühendisliği, hücre ve doku mühendisliği, görüntüleme teknikleri ve teşhis, mikro-optik ve mikro-mekanik cerrahideki ilerlemelerin ışığında gerçekleşecektir. Gözenekli, inorganik-organik hibrid malzemelerden, kontrol edilebilir hızlarda bozunabilen, kontrol edilebilir yüzey özelliklerine sahip doku iskeleleri hazırlanarak doku yenilenmesi sağlanabilir. İnorganik ve

organik blmlerin miktarı deęiřtirilerek, malzeme zerindeki hcre remesi ve farklılařması kontrol edilebilir. Biyoaktif cam jeller, kalsiyum oksitfosfor pentaoksit-silisyum dioksit bileřimine sahip inorganik malzemelerdir. Hayvan deneyleri, bu malzemenin kemik dokusunun yenilenmesinde bařarılı olduęunu gstermiřtir. Bileřiminde yapılacak deęiřimler, istenilen -boyutlu mimariye ulařacak řekilde iřlenmesini saęlayacak fabrikasyon tekniklerindeki geliřmelerle, bu malzemenin, yumuřak baę dokusu ve kalp-damar dokularının yenilenmesinde de kullanımı amalanır. Biyomalzemelerin doku yenilenmesinden farklı yndeki geleceęi ise nanoteknolojiye dayalı uygulamalardır. Bu teknolojinin rn olarak geliřtirilecek nanorobotların bakteri ve virs enfeksiyonlarını tedavi etmesi, kanser hcrelerini saptayıp yok etmesi, dolařım sistemindeki zararlı maddeleri temizlemesi, hasarlı dokulara oksijen saęlaması ve eřitli hastalıkların izlenmesi ve teřhisinde kullanımı amalanır [39].

2. MATERYAL VE METOT

Kobalt esaslı alaşımlar genellikle iyi aşınma, korozyon ve ısı dayanımı gerektiren yerlerde kullanılır [1]. Kobalt esaslı alaşımların ilk medikal kullanımı; döküm yöntemiyle diş implantlarının elde edilmesi şeklinde olmuştur. Vücut içi ve vücut dışı yapılan birçok test, alaşımların biyouyumlu olduğunu ve cerrahi implantlar olarak kullanılabileceğini göstermiştir [4]. Kobalt esaslı alaşımların üretiminin zor olması, alaşımların kullanım alanını sınırlandırmış ve farklı üretim teknolojilerine yönlendirmiştir. T/M yöntemi bu alaşımların imal edilmesinde en pratik yöntemdir. T/M yönteminde direkt dirençli sıcak presleme tekniği sıcaklık, zaman, basınç parametrelerinin uygulamasında bir takım üstünlüklere sahiptir. Daha sinerjik bir alaşımların üretilmesini sağlamaktadır. İstenilen sıcaklık, basınç, süre parametreleri çok hassas bir şekilde ayarlanabilmektedir. Direkt dirençli sıcak presleme tekniğinin bu üstün özellikleri biyoimplantların üretiminde önemli avantajlar sağlayacağı için bu yöntem tercih edildi. Ülkemiz nüfus itibarıyla ilk sırada gelen ülkelerden olmasından dolayı tıbbi implant malzemelerine talepte oldukça fazladır. Ülkemizde bu konudaki çalışmalar yetersiz olup imalata yönelik gelişmeler sağlanamamaktadır. Çalışmamızda direkt dirençli sıcak presleme tekniğini kullanarak %67.5 Co, %27.5 Cr, %5 Mo biyouyumlu metal alaşımı tozu farklı sinterleme sıcaklıkları uygulanarak imal edilen numunelerin en uygun sinterleme sıcaklığını belirlemek ve mikroyapısal özellikleri incelemelerde bulunmak amaçlanmaktadır. İmalat işlemleri sonucunda yapılan mikroyapısal incelemelerden en uygun sinterleme sıcaklığının belirleneceği beklenmektedir.

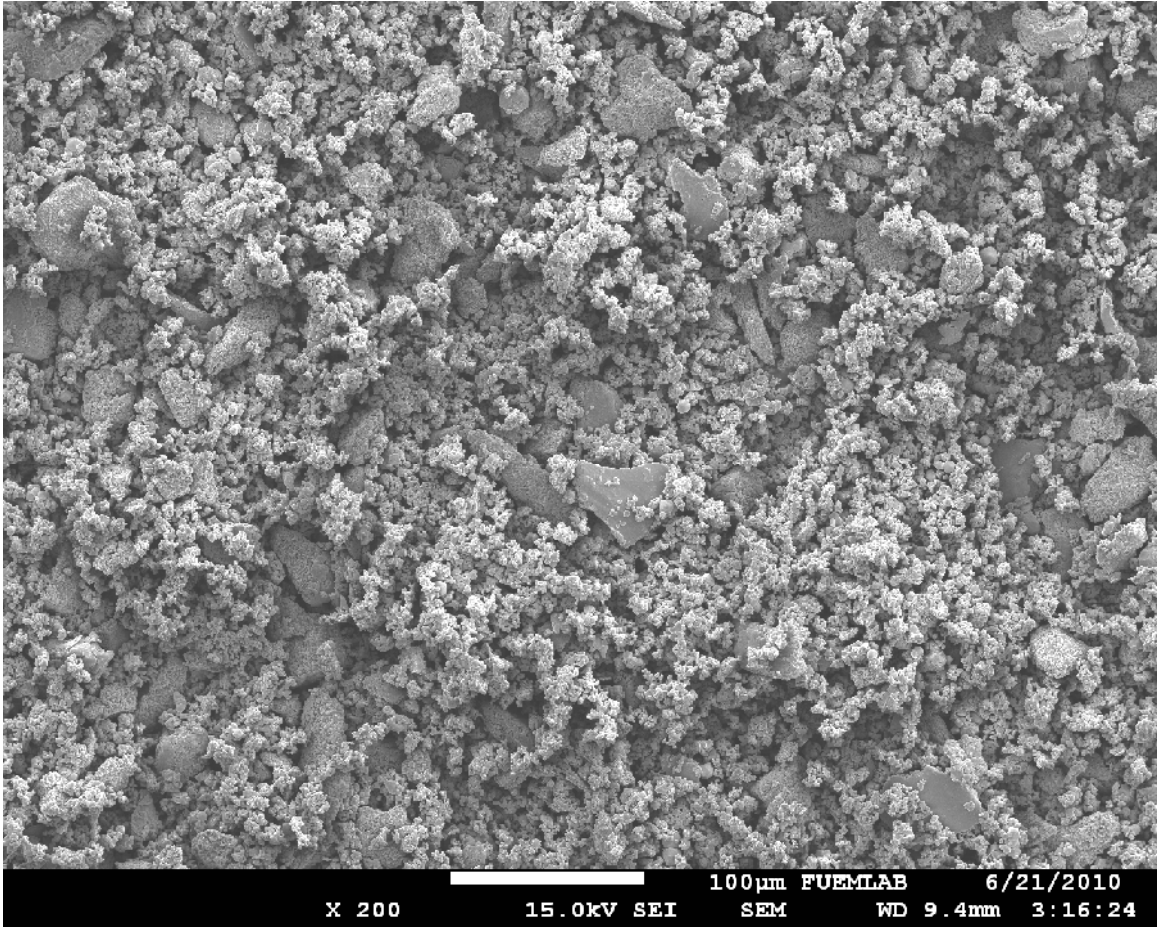
2.1. Deney Numunelerinin Üretimi ve Kullanılan Tozların Özellikleri

Bu çalışmada direkt dirençli sıcak presleme tekniği kullanılarak CoCrMo toz alaşımı farklı sinterleme sıcaklığı ve sabit basınç yardımıyla deney malzemeleri üretilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda mikroyapıda değişimleri araştırılmıştır. Numuneler farklı sinterleme sıcaklıkları uygulanarak argon gazı atmosferinde 115 bar sabit basınç altında üretilmişlerdir.

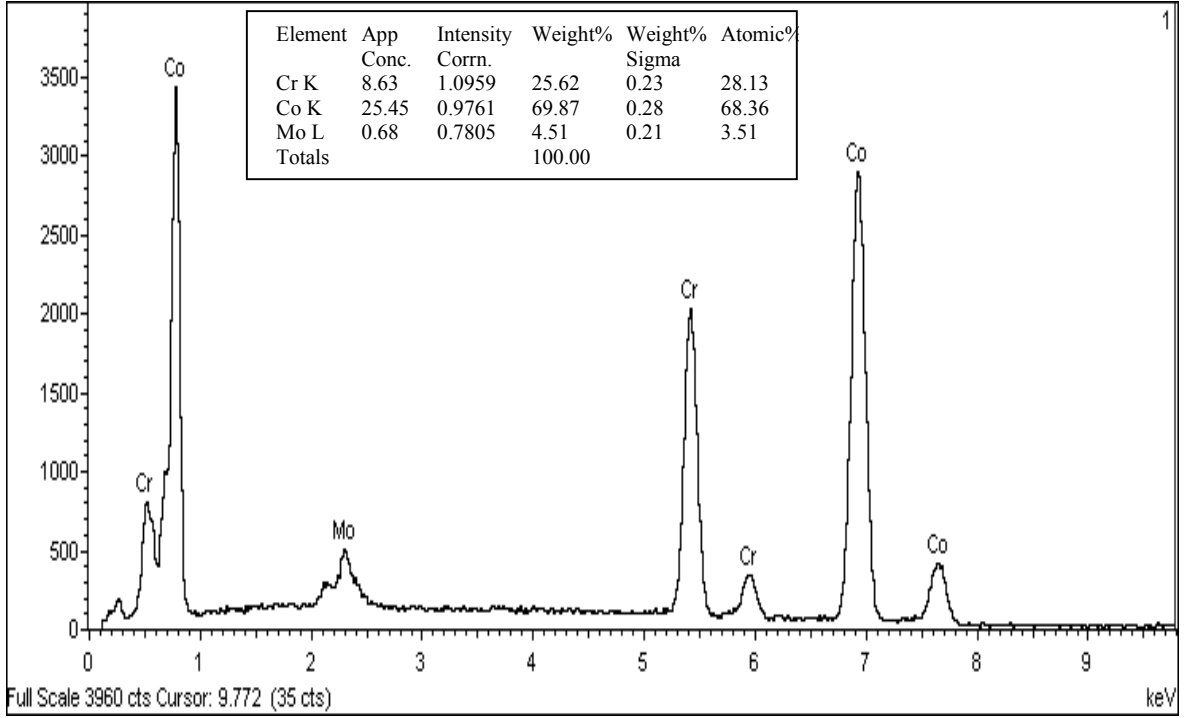
Kullanılan metal tozları Alfa Aesar firmasından Kimeks aracı firması vasıtasıyla temin edilmiştir. İmalatta kullanılan metal tozlarının teknik detayları şöyledir;

- Co tozu % 99.5 saflıkta, tane büyüklüğü 40 μ m (-325 mesh) olup su atomizasyonu yöntemiyle üretilmişlerdir.
- Cr tozu % 99.5 saflıkta, tane büyüklüğü 40 μ m (-325 mesh) olup su atomizasyonu yöntemiyle üretilmişlerdir. Keskin köşelere sahiptir.
- Mo tozu % 99.9 saflıkta, tane büyüklüğü 3-7 μ m olup su atomizasyonu yöntemiyle üretilmişlerdir.

Şekil 2.1’ de CoCrMo preslenmemiş toz karışımının 200 büyütmedeki SEM görüntüsü görülmektedir.

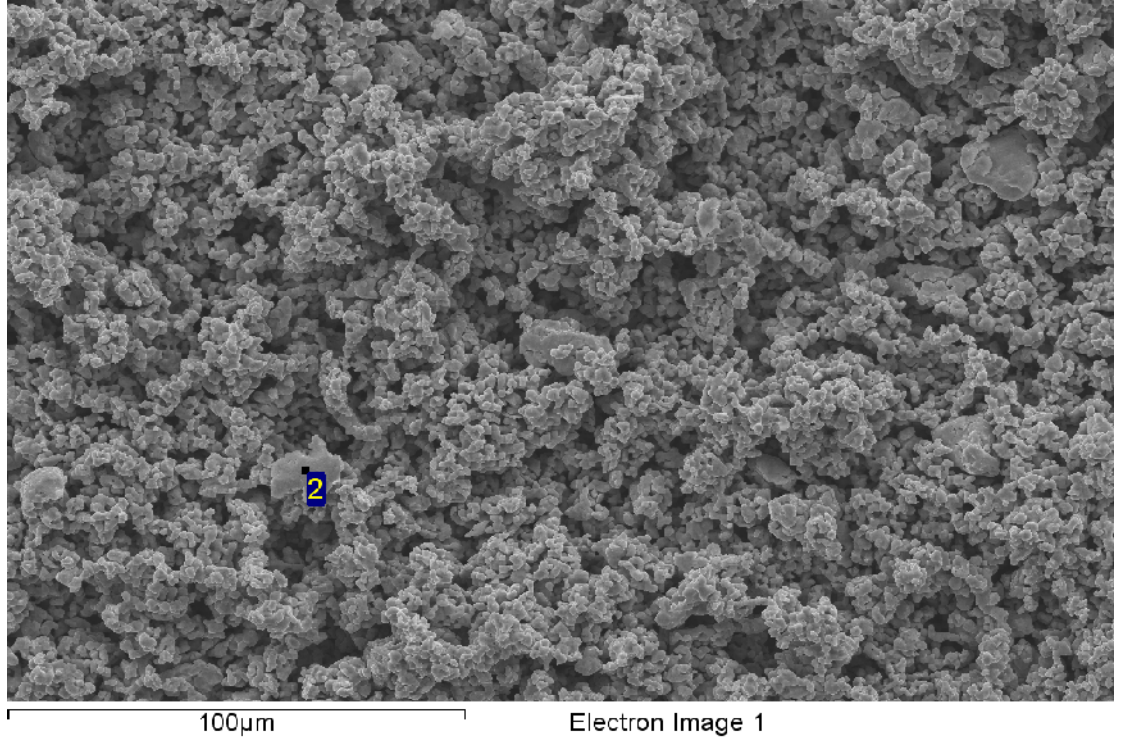


Şekil 2.1. CoCrMo tozunun 200 büyütmedeki SEM görüntüsü

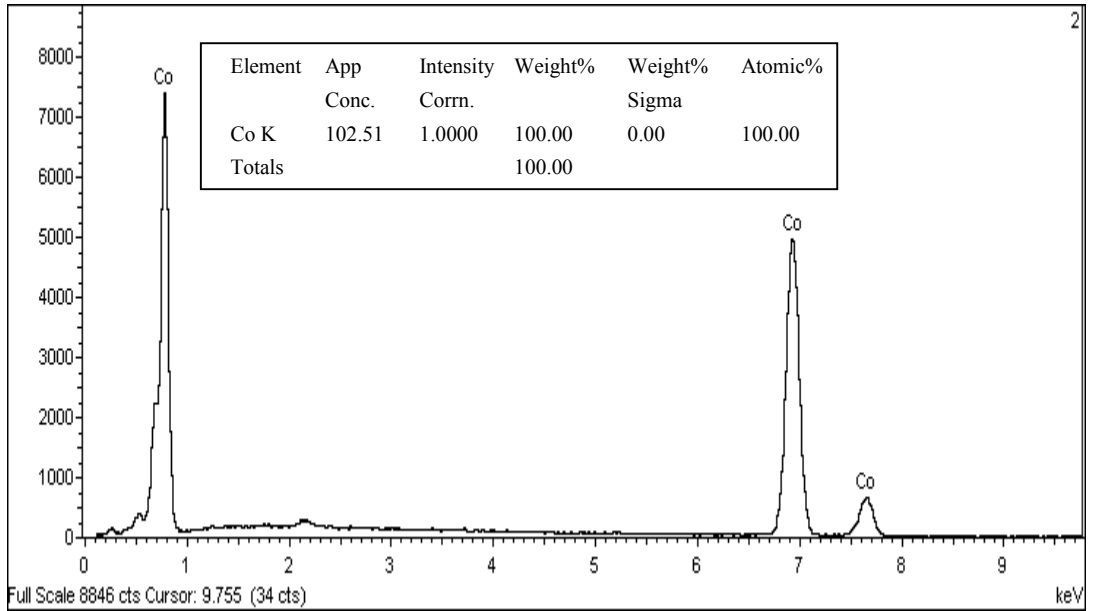


Şekil 2.2. CoCrMo tozunun 200 büyütmedeki EDS sonuçları

Şekil 2.1 incelendiğinde toz karışımının homojen bir şekilde gerçekleştiği gözlenmektedir. Şekil 2.2’ de elementlerin yüzde ağırlıkları ve atomik yüzdeleri analiz edildiğinde alaşımlandırma oranını hemen hemen yakaladığı görülmektedir. Bu sonuç alaşımlama işlemimizin homojen bir şekilde ve istenilen oranlarda gerçekleştiğini göstermektedir. Şekil 2.3’ te Co tozunun EDX ve EDS analizleri görülmektedir.



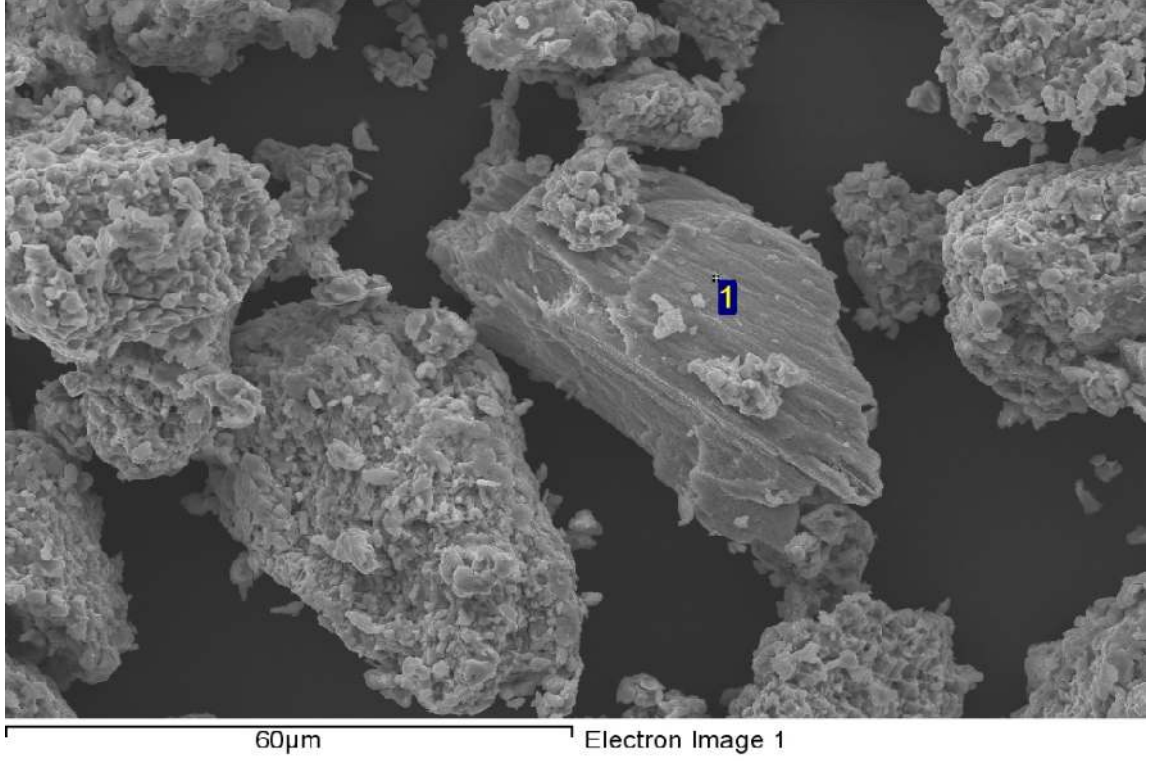
Şekil 2.3. 500 büyütmede alınmış SEM görüntüsü ve 2 nolu spektrum.



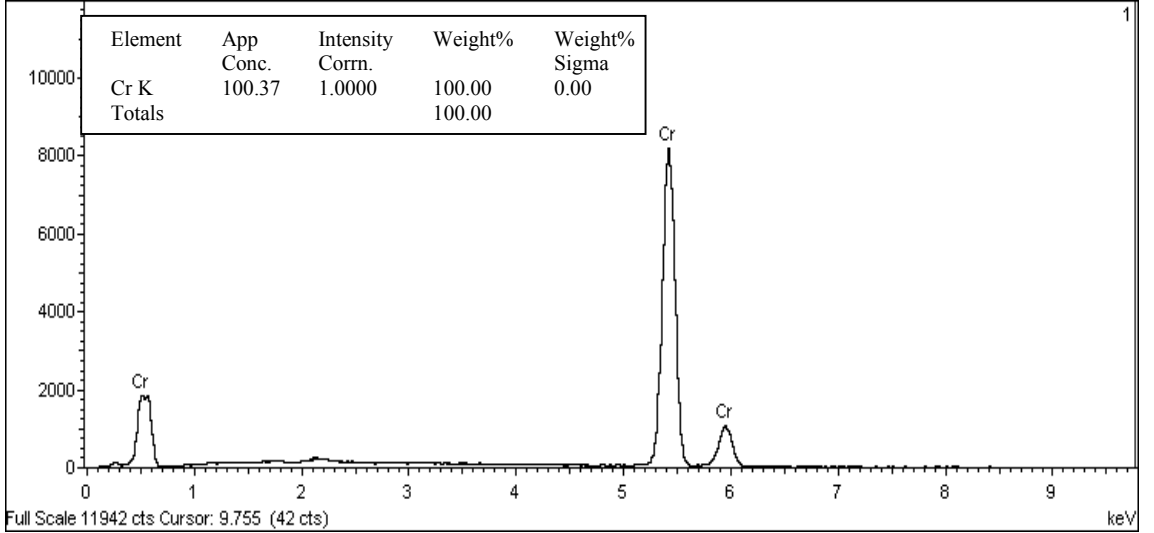
Şekil 2.4. 2 nolu spektrum EDX ve EDS analizleri.

Şekil 2.3’ te alınan 2 nolu spektrumun Şekil 2.4’teki EDS ve EDX analizleri incelendiğinde %100 oranında Co tanesinin yakalandığı görülmektedir. Deneylerde kullanılan Co tozunun saflık düzeyi istenilen orandadır. Su atomizasyon yöntemiyle

üretimiş olan Co tozunun az oranda köşeli şekiller aldığı görülmektedir. Şekil 2.5’ te kullandığımız Cr tozunun SEM görüntüsü verilmiştir.



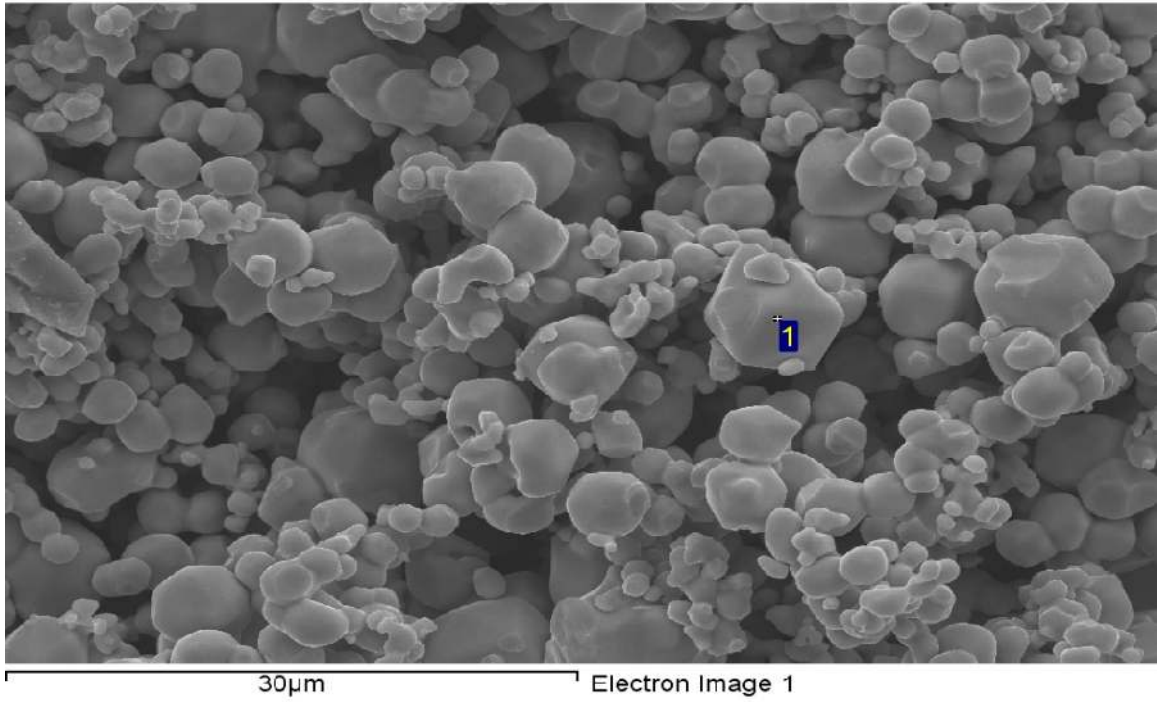
Şekil 2.5. Cr tozunun 1000 büyütmede SEM görüntüsü



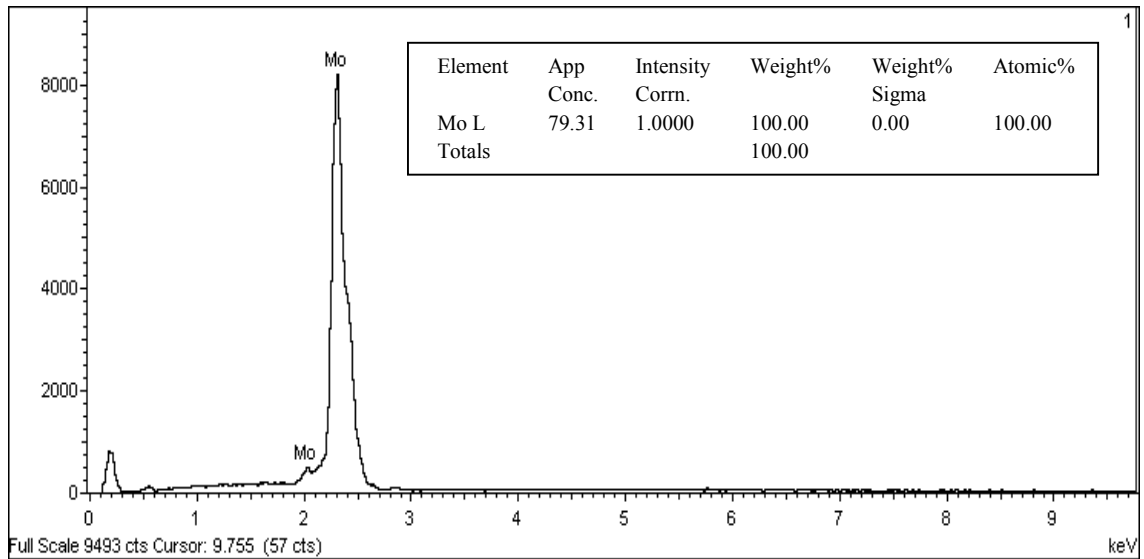
Şekil 2.6. 1 nolu noktadan alınan EDS ve EDX analizleri

Şekil 2.5’teki 1 nolu noktanın Şekil 2.6’ daki EDX analizi incelendiğinde % 100’ lük Cr tanesinin yakalandığı görülmektedir. Deneylerde kullanılan Cr tozunun istenilen saflıkta olduğu görülmektedir. Su atomizasyon yöntemiyle üretilen krom tozunun büyük

hacimli, kırık keskin köşeli yapılardan oluştuğu görülmektedir. Şekil 2.7’ de Mo tozunun 2000 büyütmedeki görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.7. 2000 büyütmede alınmış Mo tozunun SEM görüntüsü



Şekil 2.8. 1 nolu noktanın EDX ve EDS analizleri

Şekil 2.7’deki 1 nolu noktanın Şekil 2.8’ deki EDS ve EDX analizleri incelendiğinde % 100 Mo oranının yakalandığı görülmektedir. Deneylerde kullanılan Mo

tozunun istenilen saflıkta olduđu gör÷lmektedir. Su atomizasyon yöntemiyle üretilen Mo tozunun yuvarlak ve küçük tanelerden oluştuđu gör÷lmektedir.

2.2. Toz Karışımının Hazırlanması

Toz karışımı 0.0001 hassasiyetindeki scaltec marka hassas terazi ile tartılarak Tablo 2.1’ de verilen oranlarda tartıldı.

Tablo 2.1. Toz karışım oranları.

Numune numarası	Bileşim (Ağırlıkça)	Sinterleme Sıcaklığı(°C)
N1	% 67.5 Co-%5 Mo-% 27.5Cr	750
N2	% 67,5 Co-%5 Mo-% 27.5Cr	800
N3	% 67,5 Co-%5 Mo-% 27,5Cr	850
N4	% 67,5 Co-%5 Mo-% 27,5Cr	900

Daha sonra tartılan tozlar Şekil 2.9’ da gör÷len 88-tipi, kapalı toz hazneli, iki kg toz kapasiteli, üç boyutlu dönebilen bir mikserle konuldu.

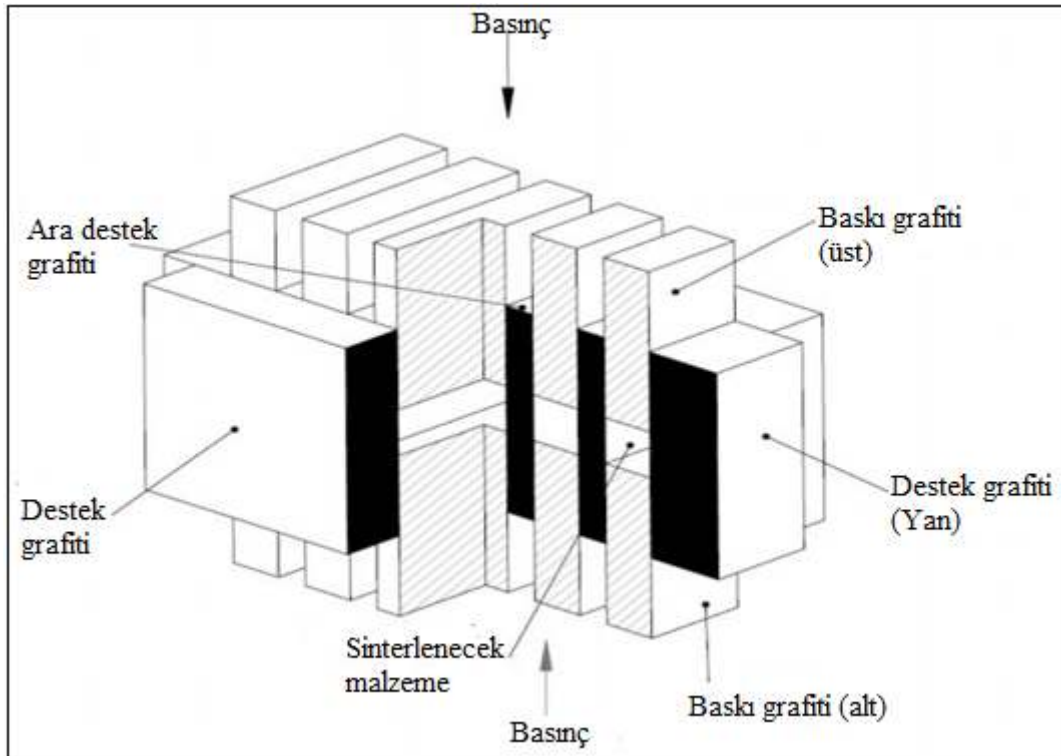


Şekil 2.9. Numunelerin üretiminde kullanılan 88-tipi mikserin ön, yan, üst görünüşü

Numunelerin üretiminde kullanılan 88-tipi mikserin toz haznesi kapalı tipte olup toz içine konulduktan sonra dış ortam ile tozların ilişkisini kesmek amacıyla kapağı sıkıca kapatılmaktadır. Mikser çalıştırıldıktan sonra tozun iyice karışabilmesi için toz haznesi 360°'lik turlarla her yöne dönebilmekte ve böylece tozların birbiriyle iyice karışması sağlanmaktadır. Toz karışımının içerisine granülizasyonu sağlamak ve daha homojen bir karışım elde etmek için ağırlıkça % 1 oranında Polietilen Glikol (PEG) yağlayıcı eklendi. PEG eklendikten sonra toz karışımı 20 dev/dak hızla 25 dakika süre karıştırıldı. Daha sonra topaklaşmayı engellemek için toz karışımının % 20' si oranında krom kaplı bilyalar eklendi. Krom bilyalar eklendi. 25 dakika da krom kaplı bilyalarla iyice karıştırılan toz homojen bir karışım oluşturdu. Karıştırma işlemi bittikten sonra hazırlanan toz karışımı soket hacimleri hesaplanarak her sokete 16.78 gr konacak şekilde tartılarak hazırlandı.

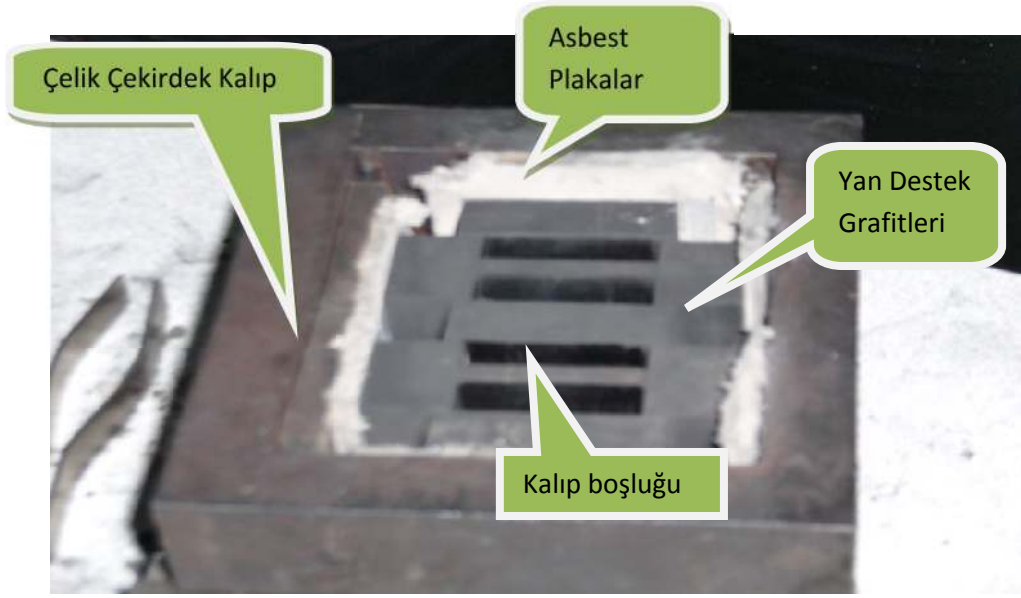
2.4. Sıcak Presleme Grafit Kalıpları ve Metal Çekirdek Kalıbın Hazırlanması

Grafit kalıplar Solid Works programında tasarlanarak Maktek Makina Karbon ve Sızdırmazlık Sanayi Ltd. Şti. firmasından sipariş edilmiştir. Şekil 2.10' da görülmekte olan bu kalıp baskı grafiti, ara destek grafiti, yan destek grafiti parçalarından meydana gelmiştir.



Şekil 2.10. Kompaktlanmaya hazır haldeki grafit kalıp [57].

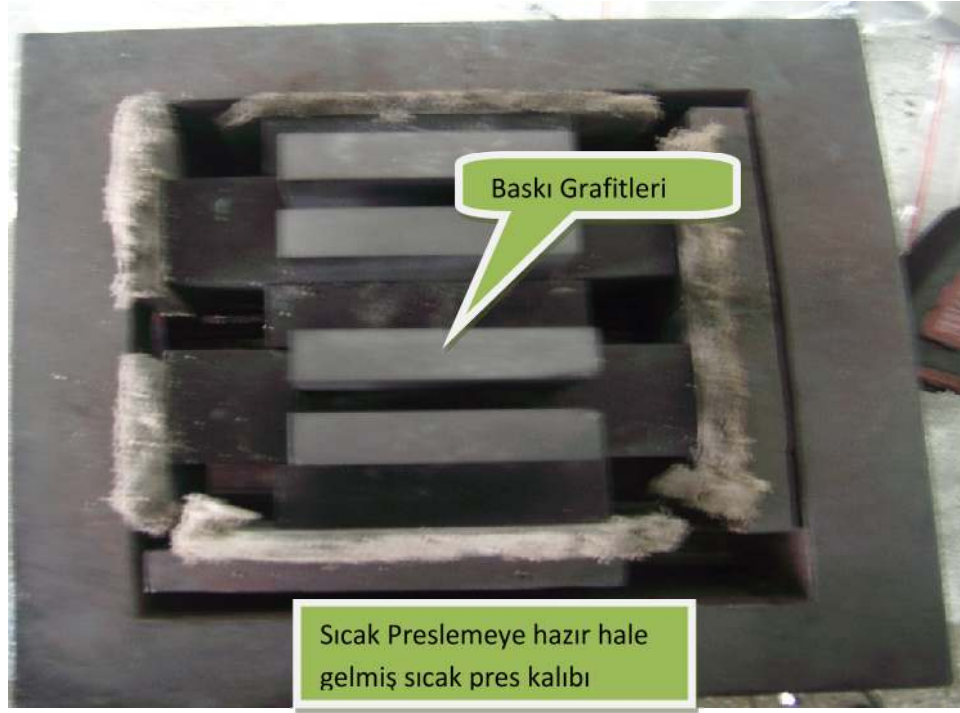
Grafit kalıp; teminin kolay olması, elektrik iletkenlik katsayısı yüksek olması ve yüksek sıcaklıklarda mukavemetini koruyabildiğinden dolayı tercih edildi. Çalışmamızda sinterleme işlemini basınç ve sıcaklık altında yapılmasından grafit kalıp kullanımı kaçınılmaz olmuştur. İşlem Argon gazı atmosferindeki kapalı fırın ortamında gerçekleştirildi. İşlemlerin Argon gazı atmosferinde yapılmasının avantajı işlem sırasında yüksek sıcaklıklara çıkıldığından dolayı grafit kalıbın bozulma riski artar. Argon gazı grafit kalıpların ısıdan etkilenme riskini minimuma indirip kalıpların defalarca kullanılmasını sağlamaktadır. Bu özellik ekonomiklik, zaman ve güç tasarrufu için önemlidir. Şekil 2.11’ de 1, 2, 3 nolu resimlerde metal çekirdek içerisinde hazırlanmış olan grafit kalıpların içerisine metal tozlarının konularak sıcak preslemeye hazırlama işlemleri basamaklar halinde verilmiştir.



(1)



(2)

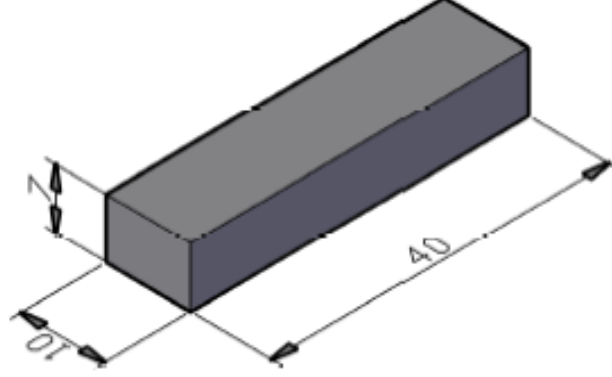


(3)

Şekil 2.11. Sıcak presleme kalıbının hazırlanışı; (1) Grafit kalıpların metal çekirdek içerisine dizilmesi, (2) Homojen karıştırılmış Co-Cr-Mo toz karışımının kalıp boşluğuna doldurulması, (3) Üst baskı grafitlerinin kalıp boşluğuna takılması ve kalıp çenelerinin iyice sıkılması.

Şekil 2.11. (1)'de görüldüğü gibi yan grafitlerin metal kalıpla yalıtımını sağlamak amacıyla asbest plakalar yerleştirildi. Kalıp yerleştirme klavuzu yardımıyla grafit kalıplar 4 adet 40X10X7 boyutlarında kalıp boşluğu oluşturacak şekilde yerleştirildi. Kalıp boşluğu Alkol + Grafit tozu karışımından oluşan bir solüsyonla ve fırça yardımıyla iyice sıvandı. Bu solüsyonla kalıp boşluğu yüzeyinin sıvamasının amacı, kalıplar arasında kalacak makro boşluklardan metal tozlarının sızmasını ve sinterleme esnasında metal tozlarının grafit kalıpların yüzeyine yapışmasını engellemektir. Şekil 2.11. (2)' de önceden 16,78 gr ağırlığında tartılıp kilitli poşetlere konulmuş olan metal tozları kalıp boşluklarına dolduruldu. Şekil 2.11. (3)'te görüldüğü gibi baskı grafitleri eklenen tozların üzerine sıkıştırılarak vida yardımıyla uzayabilen yan çeneler sayesinde allen anahtarı kullanılarak 100 N' luk kuvvetle kalıp iyice sıkıştırıldı. Sıkıştırılan kalıp imalat için sıcak presleme makinasının presleme bölgesine yerleştirildi.

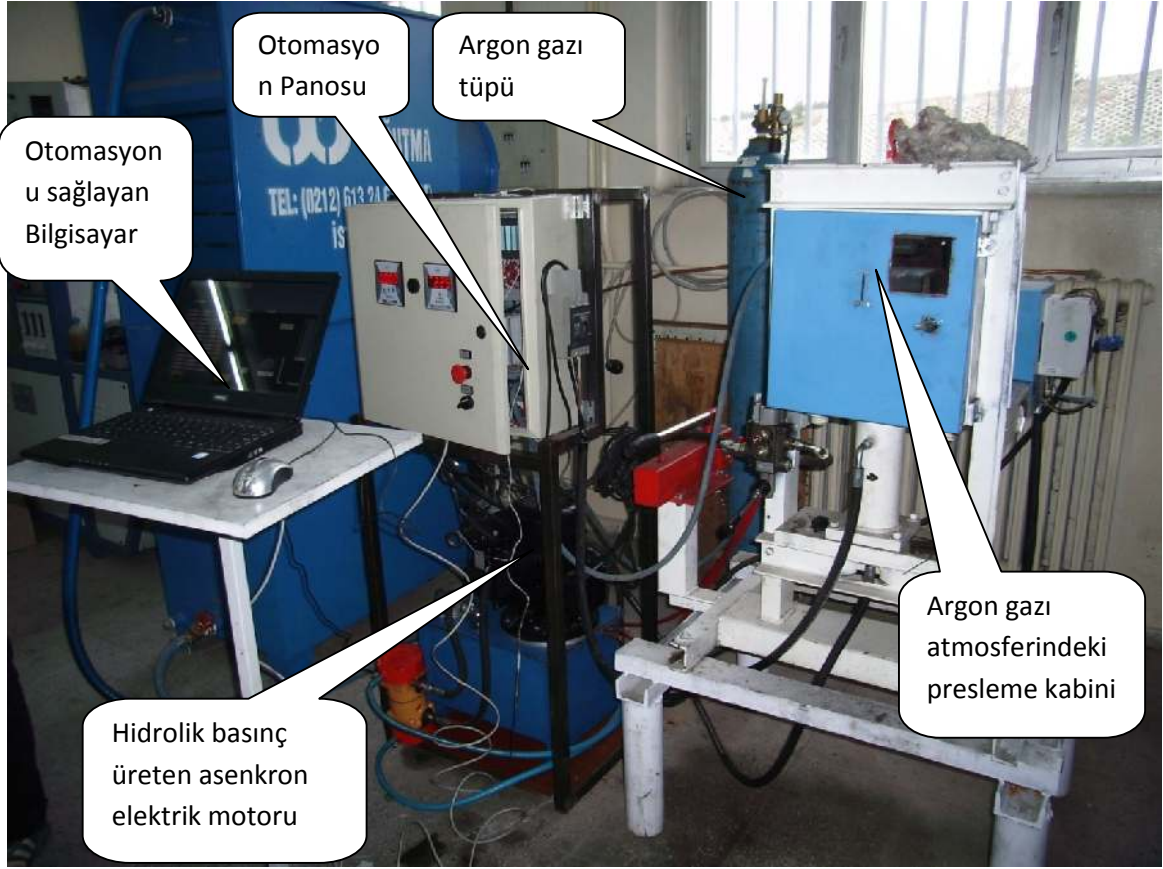
Tek bir sıcak pres kalıbında dört numune preslenecek şekilde kalıp tasarımı yapılmıştır. Böylece deneylerimizin her parametresi için Şekil 2.12.' de görüldüğü gibi 4 adet 40X10X7 mm boyutlarında numune elde edilmiştir.



Şekil 2.12. Sıcak presleme işlemiyle elde edilen deney numunesi

2.5. Sıcak Presleme İşlemi

Bu çalışmada sıcak presleme işlemi uygulanmıştır. Sıcak presleme işlemi, ısı ve basıncın bir araya gelerek neredeyse tamamen iç gözeneklilikten arınmış bir ürün elde etme işlemidir. Geleneksel soğuk pres-sinterleme işlemleriyle karşılaştırıldığında sıcak presleme tekniği daha az güç, daha kısa süre, (genellikle 10-15 dakika) ve daha düşük sıcaklıklara ihtiyaç duyar. Ayrıca bu teknikte soğuk presleme-sinterleme işlemine göre, daha yüksek yoğunluklara ulaşılır. Şekil 2.13.' de sıcak presleme sisteminin bütün üniteleri görülmektedir.



Şekil 2.13. Sıcak presleme makinesi komple ünitesi

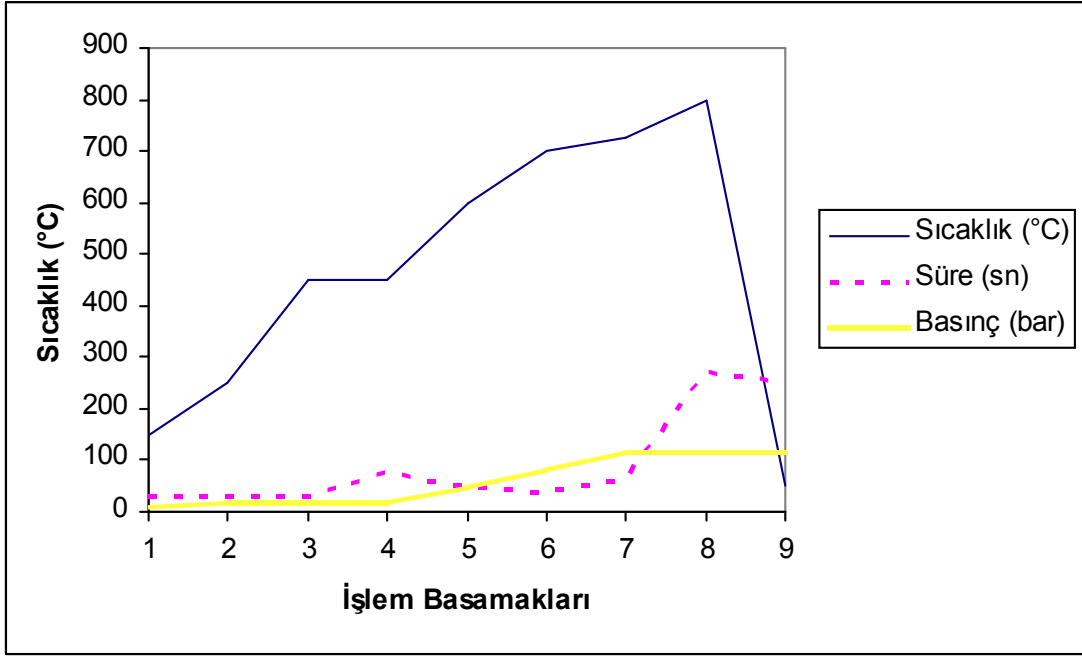
Bu makinede basınç bir hidrolik ünite vasıtasıyla sağlanmaktadır. Makinenin üniteleri; bakır elektrod, grafit elektrod, sıcak pres kalıbı, hidrolik silindir ve tutucu tabladan ibarettir. Sıcak pres laboratuvar tipinde olup, piyasada satılmakta olan endüstriyel tip sıcak preslerin tüm özelliklerine sahiptir. Bunlar koruyucu gaz atmosferinde çalışma, basınç kontrolü, sıcaklık kontrolü, sıcaklık-zaman kontrolü, 21 basamağa kadar işlem parametresi belirleyebilme, işlem sıcaklığı ve anlık sıcaklığı gösterebilme ve 1400°C sıcaklığa çıkabilme özelliklerine sahiptir. Güç ünitesi 25 kW'tır. Kullanılan güç kontrolü ile ısıtma hızının ayarlanabilmesi sağlanmıştır. Sıcaklık ölçümü için termokopul güç ünitesine entegre edilerek belirlenen sıcaklıklarda sürelerde ısıtma gücünün kontrol edilmesi sağlanmıştır. Kontrol panosuna yerleştirilen manometre, ampermetre, voltmetre ve sıcaklık adım kontrol cihazı ile sistemdeki tüm değişkenlerin görülmesi ve müdahale edilmesi sağlanmıştır.

Bu makine bölümümüzde doktorasını tamamlayan ve şuan Tunceli Üniversitesi Öğretim Üyesi olan Yrd.Doç.Dr. Ertuğrul ÇELİK tarafından tamamen dizayn edilmiştir.

Hazırlanan kalıplar sıcak pres kabineye yerleştirildikten sonra kabin kapağı kapatıldı. Sıcaklık kontrolünün otomasyon programı tarafından kumanda edilmesi için kabin kapağına kalıbın ortasına denk gelecek şekilde açılmış olan delikten termokopul yerleştirildi. Oksitlenmeyi önlemek amacıyla kullanılan argon tüpünün vanası açıldıktan sonra Tablo 2.2’ de değerleri verilmiş ve Şekil 2.14.’ te grafiklendirilmiş olan parametreler pres makinesinin bilgisayarından program yazılımına (reçeteye) kaydedildi. Tablo 2.2’den de görülebileceği gibi 1. ve 2. kademede sıcaklık ve basınç düşük tutularak grafit kalıpların sinterleme kabindeki tutucu ve elektrodla tam oturması sağlanmıştır. 3. ve 4. kademede ise basınç yine düşük tutularak 450 °C’ de yapıdaki PEG’ in yanarak numuneleri terk etmesi amaçlanmıştır. Sinterleme sıcaklıkları olan 750, 800, 850, 900 °C’ ye kademeli olarak geçilmiş ve son kademede basınç düşürülmeden sabit imalat basıncı (115 bar) altında sıcaklık 50 °C’ ye düşene kadar soğuma işlemi gerçekleştirilmiştir.

Tablo 2.2. Otomasyon sistem reçetesi

İşlem Adımları	Değişkenler	Süre(sn)	Basınç(Mpa)	Sıcaklık(C°)	Hedeflenen
1. Adım		30	10	150	Kalıptaki Boşlukların dolması
2. Adım		30	15	250	
3. Adım		30	15	450	PEG’ in yakılması
4. Adım		75	15	450	
5. Adım		45	45	600	Sinterlemeye geçiş
6. Adım		40	80	700/725/750/800	
7. Adım		65	115	750/800/850/900	Sinterleme işlemi
8. Adım		270	115	750/800/850/900	
9. Adım		250	115	50	Soğuma



Şekil 2.14. İşlem parametrelerinin değişimi

2.6. Yoğunluk Ölçme İşlemi

Numunelerin yoğunluk değişimlerini Scaltec marka hassas terazi ve metal bir sepet yardımı ile Archimed prensibine göre ASTM B311-92 standardında belirtildiği gibi ölçülmüştür. Suyun sıcaklığı termometre ile 20°C ve yoğunluğu da 0,9982 gr/cm³ olarak ölçülmüştür.

Bu yöntemle öncelikle numunelerin havada kuru ağırlıkları ölçülmüş daha sonra numuneler darası alınan sıcaklığı termometre ile ölçülen saf su dolu ölçüm kabına batırılmıştır. Numuneler suyun içerisinde tekrar tartıldıktan sonra yoğunluk aşağıda verilmiş olan 2.1 numaralı denkleme göre hesaplanmıştır.

$$D = \frac{A \times E}{A - B} \quad (2.1)$$

Bu denklemde;

D: Numunenin özkütlesi,

A: Numunenin havadaki ağırlığı,

B: Numunenin su içerisindeki ağırlığı,

E: Suyun yoğunluğudur.

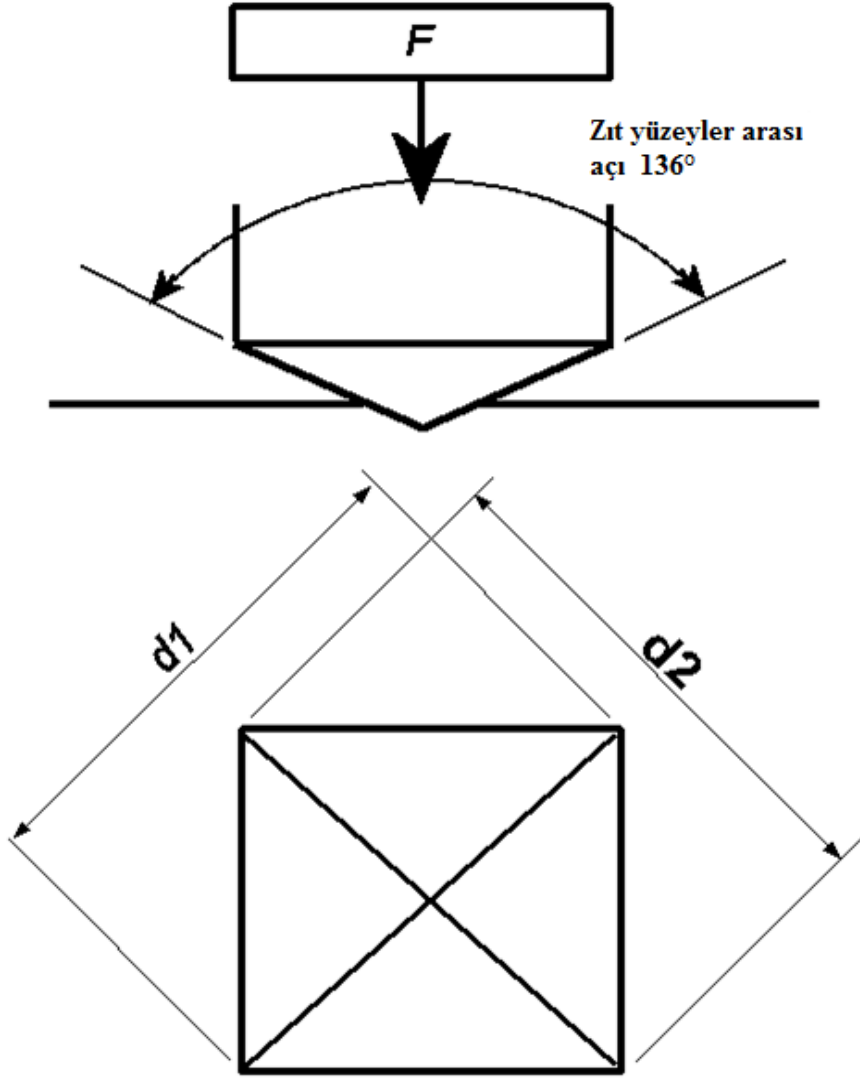
2.7. Mikrosertlik ölçüm İşlemi

Deney numunelerinin mikrosertlik ölçümleri Şekil 2.15’ de görülen cihazla alındı. Bu işlemde Vickers sertlik ölçüm (HV) ucu kullanılarak 100 gr baskı kuvveti 10 sn süre boyunca uygulanarak sertlik değerleri elde edilmiştir.



Şekil 2.15. Mikrosertlik ölçüm cihazı

Vickers sertlik ucu 136° lik elmas piramit uçtan oluşmaktadır. 400 kp/mm² üzeri sertlik değerlerinin ölçülmesinde kullanılır. Sertlik değerleri Şekil 2.8’deki verilerden faydalanılarak 2.2 formülüyle hesaplanmıştır.



Şekil 2.16. Vickers sertlik ucu şematik gösterimi [68].

F = kgf yüklemesi

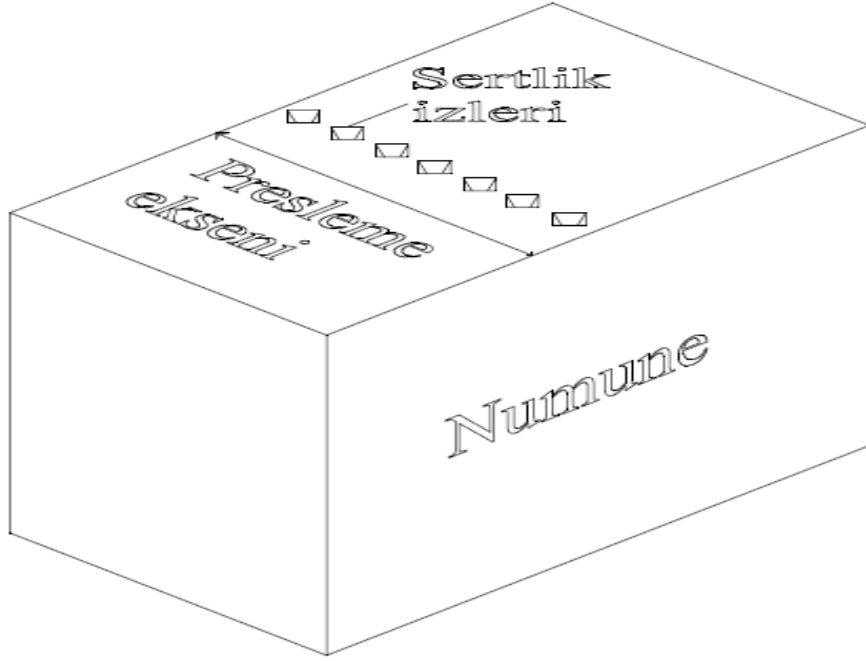
d = iki köşegenin aritmetiği

HV= Vickers sertlik

$$HV = \frac{2F \sin 136^\circ / 2}{d^2}$$

$$HV = 1.854F/d^2 \dots \dots \dots \text{kp/mm}^2, \text{N/mm}^2 \text{ yaklaşık olarak} \quad (2.2)$$

Homojen bir sertlik değerinin elde edilebilmesi için presleme yüzeyine dik gelecek şekilde, aynı doğrultuda 200 µm aralık mesafeli 7 adet sertlik değerleri alınmış ve elde edilen bu değerlerin her bir numunenin ortalaması alınarak belirlenmiştir. Bu işlem aşağıda verilen 2.3' teki şekilde formülize edilmiştir.



Şekil 2.17. Alınan sertlik izlerinin gösterimi

$$S_0 = \frac{S_1 + S_2 + S_3 + S_4 + S_5 + S_6 + S_7}{7} \quad (2.3)$$

S_0 = Sertlik ortalaması,

S_1 = 1 nolu sertlik değeri, S_2 = 2 nolu sertlik değeri, S_3 = 3 nolu sertlik değeri, S_4 = 4 nolu sertlik değeri, S_5 = 5 nolu sertlik değeri, S_6 = 6 nolu sertlik değeri, S_7 = 7 nolu sertlik değeri.

2.8. Üç Noktalı Eğme Deneyi

Deney numunelerinin eğilme mukavemeti üç noktalı eğme deneyi ile ölçülmüştür. Bu deney Şekil 2.18’ de gösterilen ASTM B528-83a standardına göre hazırlanmış aparat yardımıyla Şekil 2.19’de görülen Shimadzu marka universal deney makinesinde Trapeziumix yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her numune serisinden üç adet deney yapılarak ortalamaları alınmıştır. Kırılma tokluğu ise aşağıdaki (2.4) formülle hesaplanmıştır.

$$P = (3 \times P \times L) / (2 \times t_2 \times w) \quad (2.4)$$

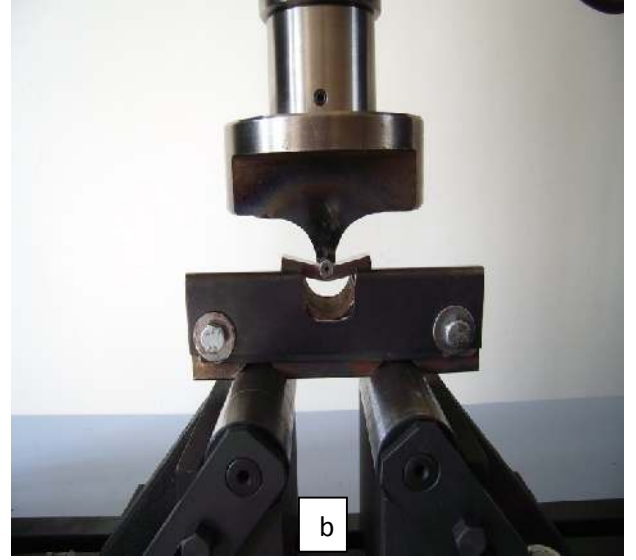
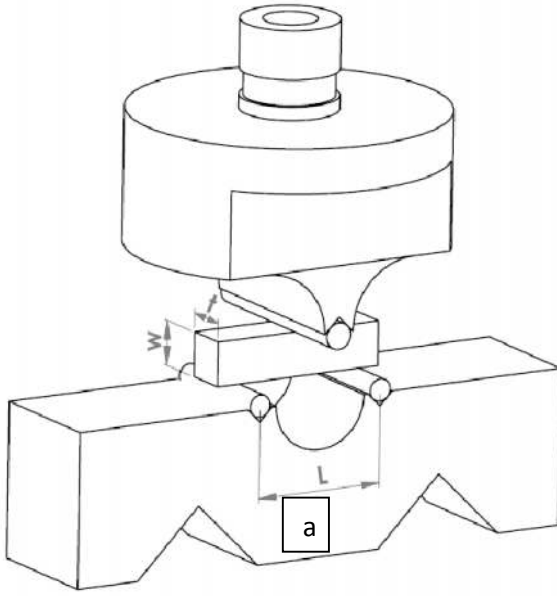
Bu denklemde:

P: Kırılmadan önceki yük

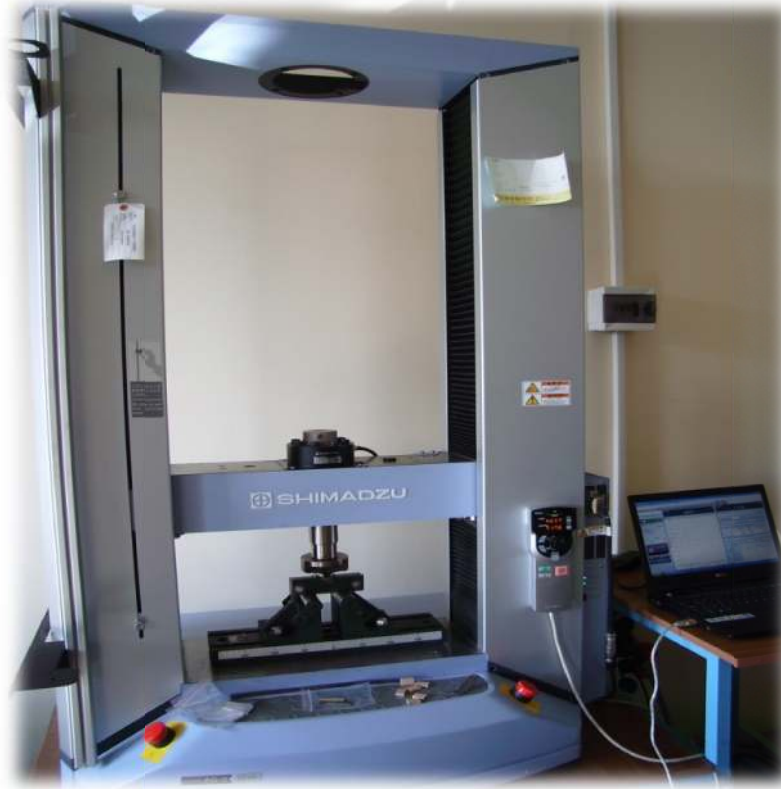
L: Destek noktaları arasındaki mesafe

w: Numune yüksekliği

t: Numune kalınlığı



Şekil 2.18. a) ASTM B528-83a standardına göre eğme şematığı [67]. b) Eğme deneyi aparatı resmi

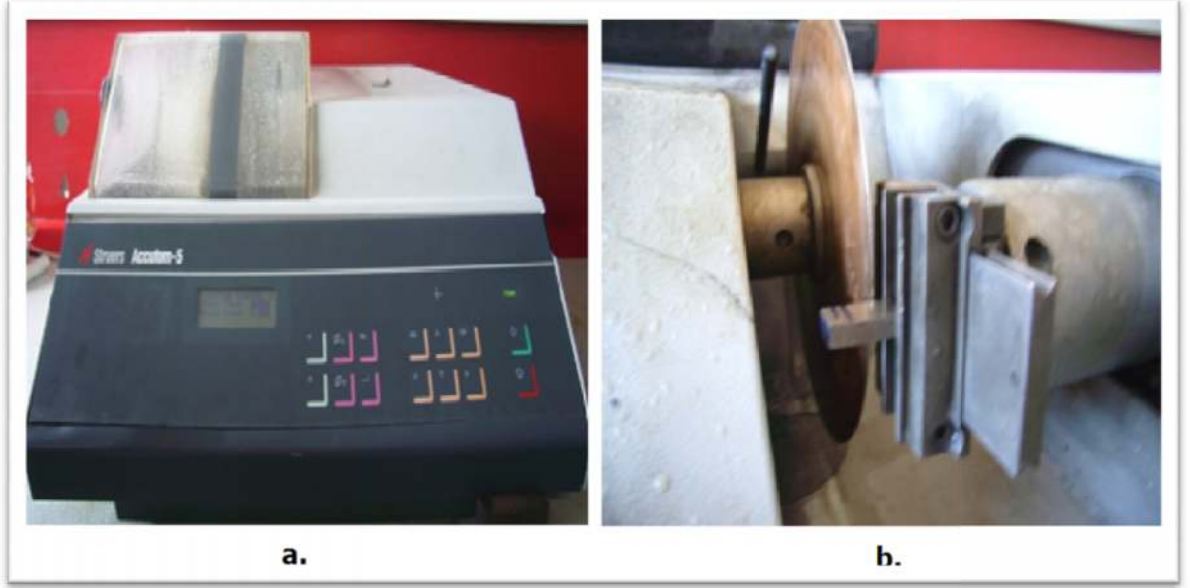


Şekil 2.19. Bilgisayar kontrollü nümerik eğme deney makinası

2.9. Mikroyapı İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması ve Mikroyapı Çalışmaları

Sıcak presleme tekniğiyle üretilen 40X10X7 boyutlarındaki numuneler mikroyapı incelemeleri için uygun ölçülerde kesilmiştir. Kesme işlemleri Şekil 2.20.' de görülen 0.01

hassasiyetinde kesim işlemi yapabilen universal hassas kesme cihazında yapılmıştır. Kesme diski 1mm kalınlığında olup elmas kesici uçtur.



Şekil 2.20. a.Hassas kesme cihazı, b.Kesim işleminin yakından görünüşü.

Uygun boyutlarda hazırlanan numuneler metalografik işlemlerden geçirilerek (Şekil 2.21); CoCrMo toz malzemesi için belirlenen 5ml HNO₃ + 200ml HCl + 65 gr FeCl₂ çözeltisinde elektoliz yöntemiyle dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.21. Parlatma cihazları

2.10. Optik Görüntülerin Alınması ve Gözeneklilik Oranının Tespit Edilmesi

Optik görüntülerin alınmasında Şekil 2.22’ te görülen Bartın Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’ndeki Nikon marka optik mikroskop kullanıldı.



Şekil 2.22. a. Bilgisayar kontrollü optik mikroskop, b. Görüntü aktarma ünitesi

2.11. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Görüntüleri ve EDX Analizi

Hazırlanan numunelerin mikroyapılarını, artan sinterleme sıcaklığının neden olduğu değişimleri ve sinterleme işleminin ne derece başarılı olduğunu incelemek için Fırat Üniversitesi Elektron Mikroskopi Laboratuvarında bulunan Şekil 2.23’de görülen Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) cihazıyla görüntüler alınmıştır. Oluşan toz alaşımının bileşimini incelemek için yine Fırat Üniversitesi Elektron Mikroskopi Laboratuvarında bulunan Şekil 2.23.’ teki görülen cihazda EDX analizi yapılmıştır.



Şekil 2.23. a) Taramalı elektron mikroskobu (SEM), b) EDX analiz cihazı

2.12. XRD İncelemesi

Sıcak presleme tekniğiyle aynı bileşimde fakat farklı sinterleme sıcaklıklarında imal edilen numunelerde, sıcaklığın artmasıyla birlikte oluşabilecek bileşikler, fazları tesbit edebilmek için Fırat Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde bulunan bilgisayar kontrollü XRD cihazından yararlanılmıştır.

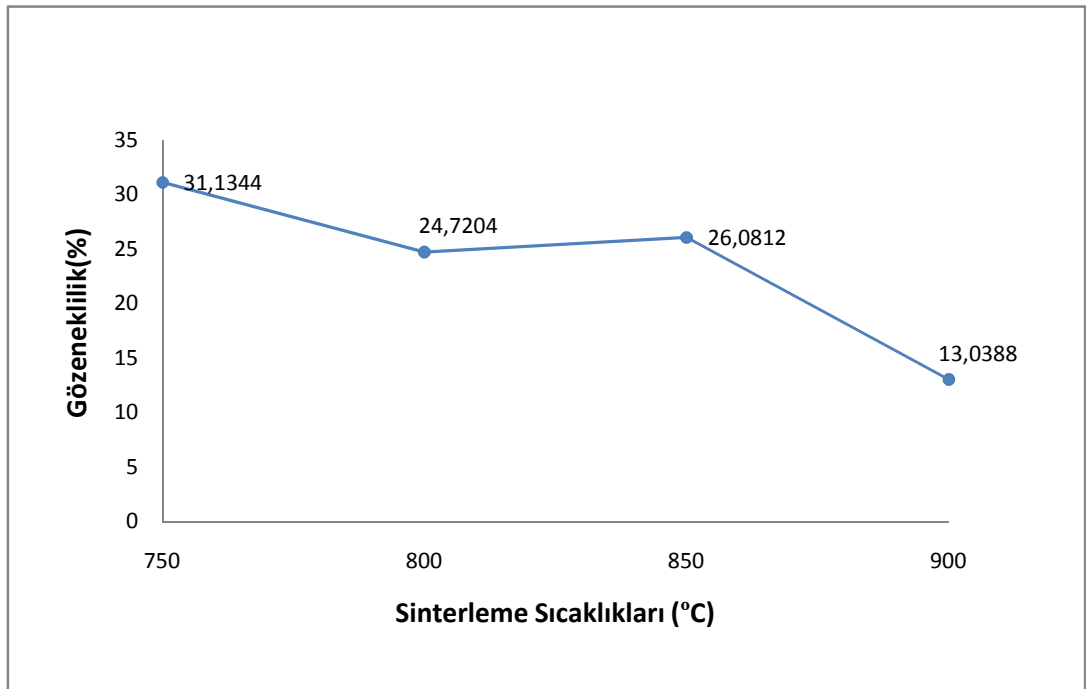
3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

3.1. Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

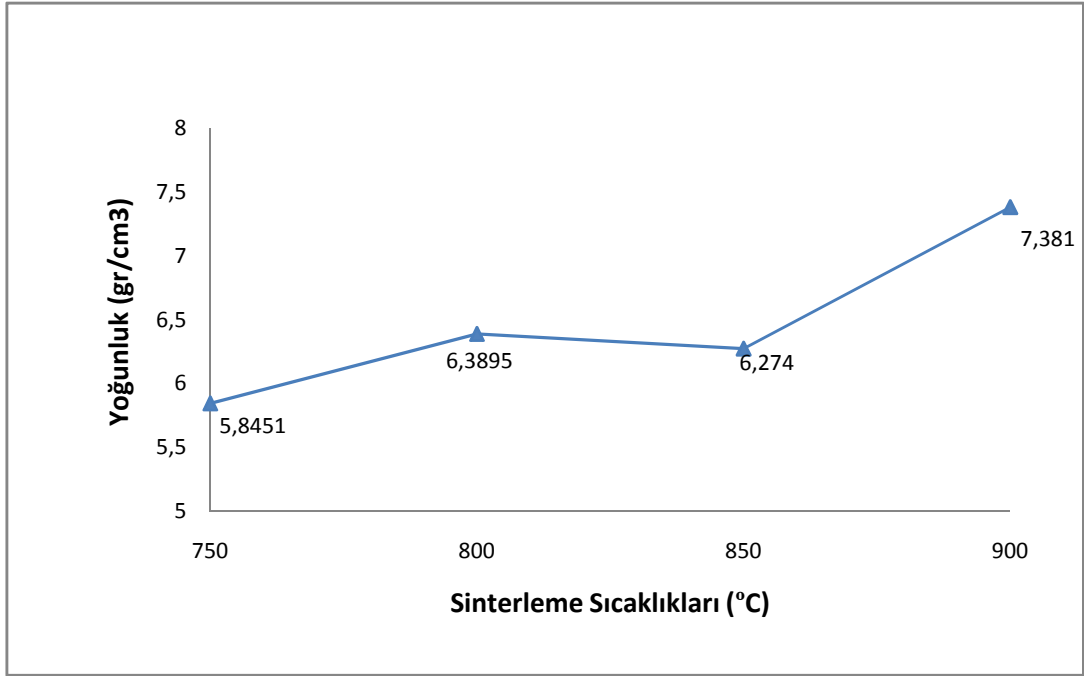
Sıcak presleme tekniğiyle Co esaslı % 67.5 Co, % 27.5 Cr, % 5 Mo oranlarındaki karışımın presleme-sinterleme sonrası oluşan numunelerin teorik yoğunluğu, sıkıştırılabilirlik ve gözeneklilik oranı Archimed prensibine göre belirlendi ve sonuçlar Tablo 3.1’ de verilmiştir. Ayrıca Şekil 3.1’ de gözeneklilik ve Şekil 3.2’ de yoğunluk oranlarının sıcaklıkla değişimi daha anlaşılır kılınması sağlanmıştır.

Tablo 3.1. Yoğunluk ölçümü sonuçları

Yoğunluklar Numune	Sinterleme Sıcaklığı(°C)	Ölçülen Yoğunluk gr/cm ³	Teorik Yoğunluk gr/cm ³	Gözeneklilik Miktarı(%)
1.	750	5.8451 gr/cm ³	8.4877 gr/cm ³	31.1344
2.	800	6.1195 gr/cm ³	8.4877 gr/cm ³	24.7204
3.	850	6.2410 gr/cm ³	8.4877 gr/cm ³	26.0812
4.	900	7.381 gr/cm ³	8.4877 gr/cm ³	13.0388



Şekil 3.1 Sıcaklıkla gözeneklilik oranı değişimi



Şekil 3.2. Sıcaklıkla yoğunluk oranı değişimi

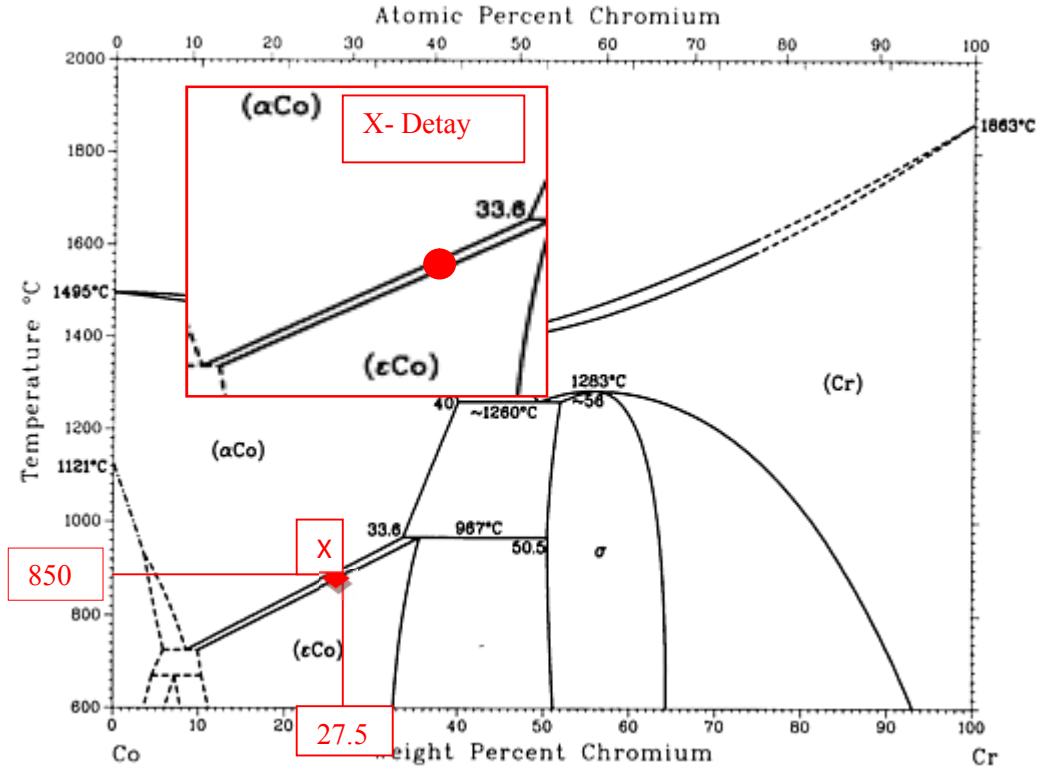
Tablo 3.2’ teki ASTM’ nin Co-Cr-Mo alaşımının cerrahi implant uygulamaları için belirlediği standart (F75-87) ile çalışmamızdaki gözeneklilik oranı karşılaştırıldığında orta ve ortanın üstü değerlerde gözeneklilik oranına ulaşıldığı gözlenmektedir.

Tablo 3.2 Su atomizasyon (WA) tozlarıyla yapılan malzeme işlem parametreleri.

Partikül Şekli	Tüm sembolik Gözeneklilik	Presleme Basıncı (MPa)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)
WAC	33	770	1150
WAM	20	770	1350
WAF	5	1235	1350

Not: C: Kaba toplam gözeneklilik (>%30), M: Orta toplam gözeneklilik (~%20), F:İyi toplam gözeneklilik (<%10) [10].

Yoğunluk değerleri artan sıcaklıkla doğru orantılı olarak artış göstermiştir. 900 °C’de % 13.0388’ lik gözeneklilik oranına ve % 86.97’lik yoğunluk oranına ulaşılmıştır. Bu sonuç T/M yönteminde iyi bir yoğunluk oranıdır. Ancak şekil 3.1 ve şekil 3.2’ de 850 °C sıcaklık değerinde yoğunluğun düştüğü ve gözenekliliğin arttığı görülmektedir. Bu alaşımın Şekil 3.3’ teki Co-Cr ikili denge diyagramındaki X-Detay bölgesine denk gelmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

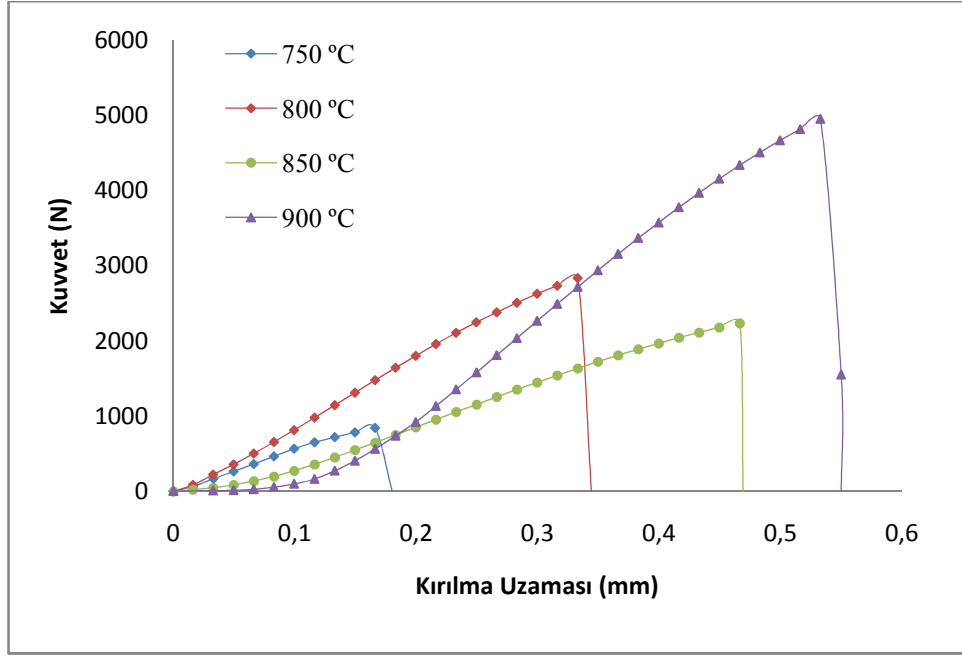


Şekil 3.3. Co- Cr İkili denge diyagramı [66].

Bu alşımın α -Co + ϵ -Co fazlarından oluşan bileşik karakterli ve segregasyonların yoğun gözlemlendiği sıcaklıkta oluştuğu düşünülmektedir. Oluşan bileşik karakterli yapı malzemenin gevrekleşmesine ve yoğunluğunun düşmesine neden olduğu düşünülmektedir. Malzeme üretiminde ölçülen yoğunluk değerleri teorik yoğunluk değerlerine yaklaştıkça gözenekliliğin azaldığı ve dolayısıyla mukavemet değerlerinin arttığı görülmüştür.

3.2 Üç Noktalı Eğme Deneyi Sonuçları

Eğme deneyleri sonucunda elde edilen bilgisayar ham verileri Microsoft Excel programında grafiklere dönüştürüldü. Artan sıcaklıkla birlikte malzemenin mekanik davranışlarında meydana gelen değişiklikleri karşılaştırmak için deney numunelerinden aldığımız veriler Şekil 3.4' te görüldüğü gibidir.



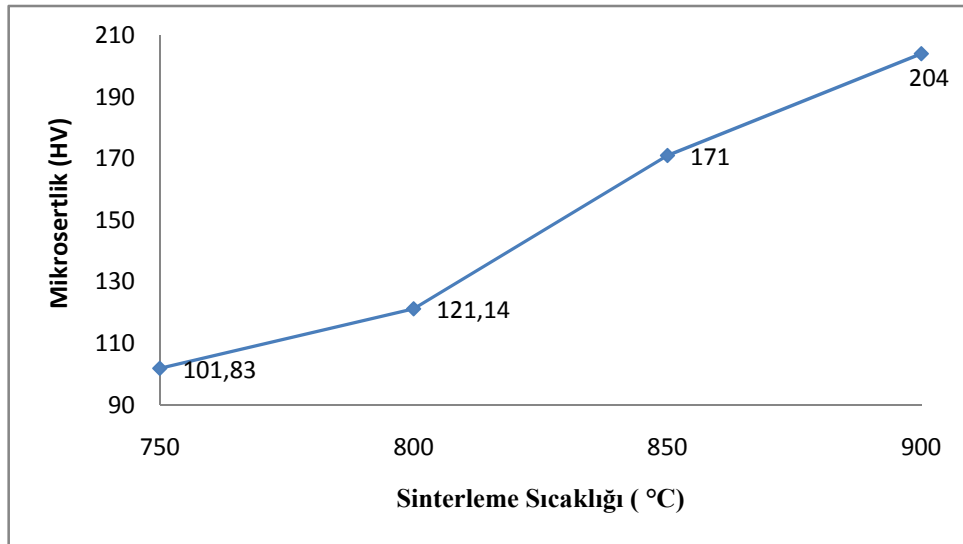
Şekil 3.4. Eğme deneyi verileri

750 °C’ de sinterlenmiş numunenin maksimum eğme kuvveti 840 N ve 0.181 mm’ lik bir kırılma uzaması göstermiştir. 800 °C’ de sinterlenmiş numunenin maksimum kuvveti 2838 N’ a artış göstererek 1 nolu numunenin yaklaşık üç katı kadar maksimum eğme direnci göstermiştir ve kırılma uzaması 0.332 mm’ lik bir uzama ile 1 no nolu numuneye göre yaklaşık iki kat fazla uzama göstermiştir. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin maksimum eğme kuvveti 2 nolu numuneye göre 2239 N’ a gerilemiştir ve kırılma uzaması oranı 0.466’ lik uzamayla 2 nolu numuneye göre %50 daha fazla bir değerde ve 1 nolu numuneden yaklaşık üç kat daha fazla uzama göstermiştir. 900 °C’de sinterlenmiş numunenin maksimum kuvveti 4957 N’ luk maksimum eğme kuvveti değeriyle 3 nolu numuneye göre iki kattan daha fazla maksimum kuvvet direnci göstermiştir. 4 nolu numune 1 nolu numuneye göre 6 kat daha fazla maksimum eğme direnci göstermiştir ve % 0.549 mm’ lik kırılma uzaması oranıyla 3 nolu numuneye göre %25 daha fazla, 1 nolu numuneye göre dört kattan daha fazla uzama göstermiştir. Bu sonuçlar numunelerin %1’ in altında kırılma uzaması göstererek gevrek kırıldığını ve sünek olmadığını göstermektedir. Ancak 3 nolu numunenin maksimum eğilmesinin değerinin 2 nolu numuneye göre düşüş gözlenmesinin, Co- Cr ikili denge diyagramında çalışılan alaşımın bileşim ve sıcaklığına denk gelen yerde bileşik karakterli yapı ve segregatif çökelmelerin meydana geldiği ve bunların malzemeyi gevrekleştirdiği düşünülmektedir. Başka bir ifadeyle Co-Cr ikili denge diyagramındaki α -Co ile ϵ -Co arasındaki ince uzun yapraklı bölgenin araştırma

malzemelerinden bileşimine denk geldiği ve bu nedenle 850 °C sinterleme sıcaklığında bileşik karakterli yapılar oluşturduğu düşünülmektedir. 3 nolu numunenin haricindeki numunelerde maksimum kuvvetler orantılı bir şekilde artmıştır. 1 nolu numune ile 4 nolu numune arasındaki maksimum kuvvetin 4957 N' a kadar artış göstermesi numunelerin literatürdeki değerlerine yaklaştığı ve mukavemetli bir malzeme olduğu düşünülmektedir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte numunelerin maksimum eğme kuvveti oranlarında doğrusal artışlar gözlenmiştir. 900°C' de sinterlenmiş numunenin en yüksek eğme kuvvetine (4957 N) ve kırılma uzaması değerine (% 0.55) sahip olduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlar literatür verilerini destekler niteliktedir ve sonuçlar imalat işlerinin istenilen düzeyde olduğunu göstermektedir. Eğme deneyleriyle elde edilen maksimum eğme kuvveti oranlarındaki bu değişimler yoğunluk ve gözeneklilik sonuçlarını desteklemektedir. Şöyleki artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte numunelerin gözeneklilik oranlarında düşüşler olmuş ve yoğunluk artmıştır. Eğme deneyi sonuçlarına bakıldığında sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte maksimum kuvvetler ve kırılma uzaması değerlerindeki artışın, yoğunluklarda da artış olmasını, gözeneklilik oranlarında azalmanın olduğu görülmüştür.

3.3 Mikrosertlik Ölçüm Sonuçları

Numunelerimizin mikrosertlik sonuçları Şekil 3.5'te görüldüğü gibidir. Bu işlemde Vickers sertlik ölçüm (HV) yöntemi kullanılmıştır. İşlem olarak 100 kgf baskı kuvveti 10 sn boyunca uygulanarak sertlik değerleri elde edilmiştir.



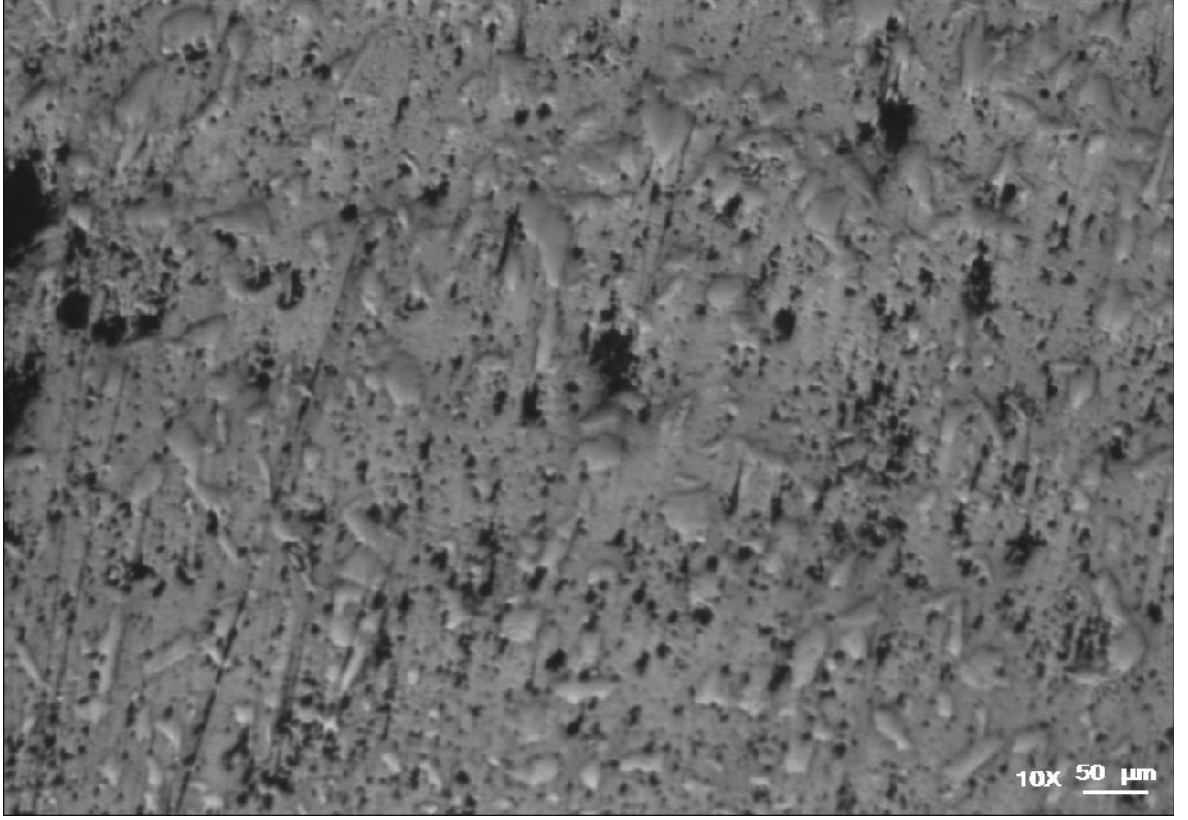
Şekil 3.5. Mikrosertlik değerleri

Şekil 3.5'te görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığı arttıkça doğrusal olarak mikrosertlik değerlerinde artış gözlenmiştir. 750 °C'de 101 MPa, 800 °C'de 121 MPa, 850 °C' de 171 MPa ve 900 °C' de 204 MPa vikers (HV) sertlik değerleri elde edilmiştir. 750 °C de sinterlenmiş numunemizin mikrosertlik değeri en yüksek sinterleme sıcaklığı olan 900 °C'deki mikrosertlik değeri arasında iki kattan fazla bir artış gözlenmiştir. Bu beklentiler yönünde olumlu bir gelişmedir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte malzemenin mukavemetinde ve sertliğinde de artış olduğu gözlenmiştir. Şekil 3.1-3.5' te verilen diyagramlardanda anlaşıldığı gibi sinterleme sıcaklığının artmasından dolayı gözenekliliğin azalması ve dolayısıyla sertlik değerinin yükselmesi kaçınılmazdır. Sıcak presleme tekniğiyle farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen numunelerin mikrosertlik değerlerine bakıldığında sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte mikrosertlik değerlerinin de artış gösterdiği gözlenmiştir.

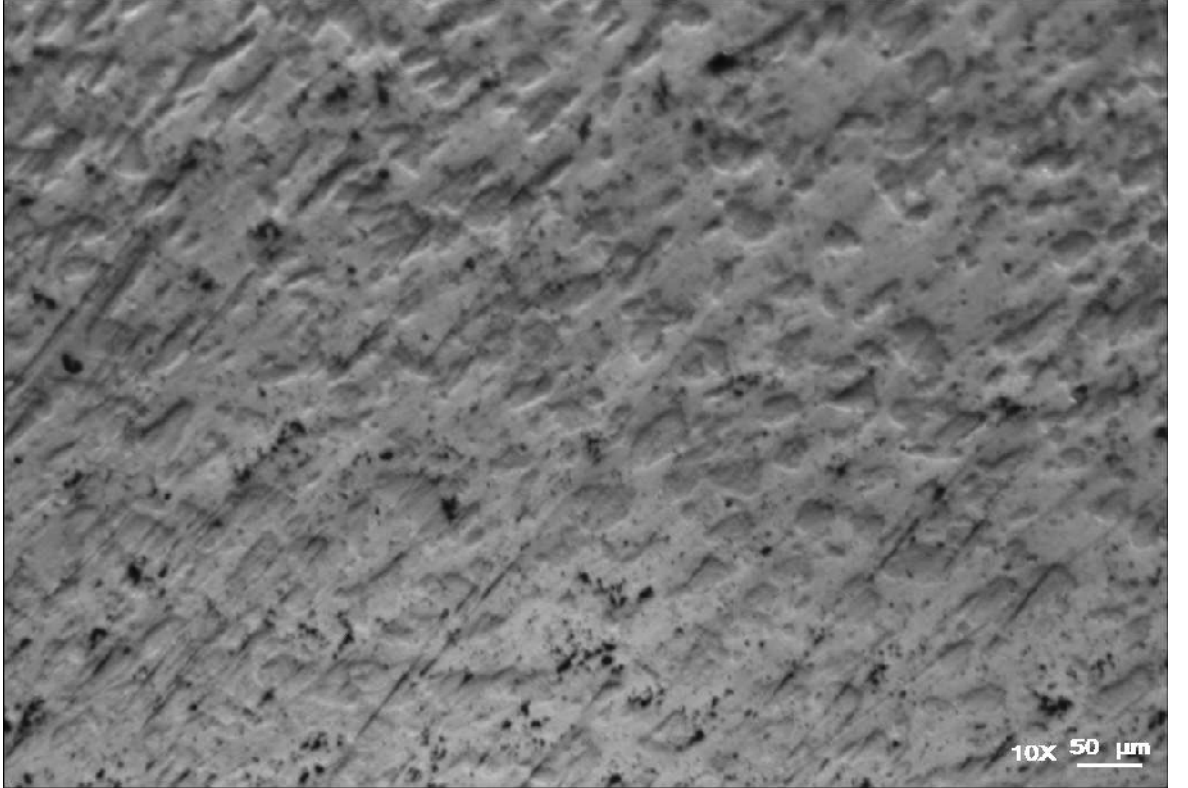
3.4 Optik Görüntüler ve Gözenekliliğin Tesbiti

Gözeneklerin belirlenebilmesi için parlatılmış ama dağlanmamış numunelerin optik mikroskopta 100 büyütmede çekilen fotoğrafları Şekil 3.6 - 3.9'da gösterilmiştir.

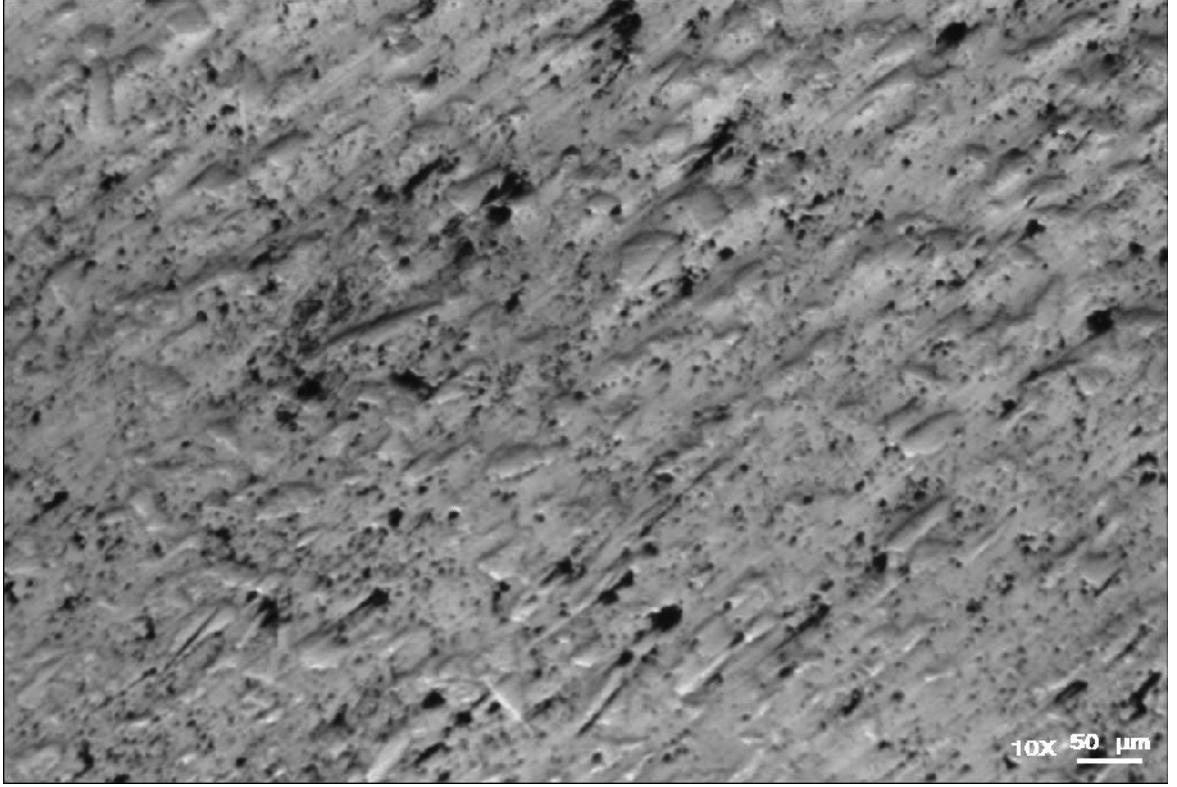
1200 meshlik zımparaya kadar parlatılmış ve elmas pasta uygulaması yapılarak çuhaya tutulan numunelerin optik mikroskop görüntülerinden, gözenek dağılımı ve toz tanelerinin durumu görülebilmektedir. Gözenek tipi, dağılımı, şekli ve büyüklüğü T/M parçalarının mekanik özellikleri üzerine önemli etkilere sahiptir. Gözenek miktarının azalması mekanik özelliklerin iyileşmesi anlamına geleceğinden, söz konusu gözenek miktarının azalması için çeşitli işlemler uygulanmaktadır. Tunay vd. T/M malzemelerde gözenek miktarının azalmasıyla tüm mekanik özelliklerde iyileşme gözlendiğini söylemişlerdir [62].



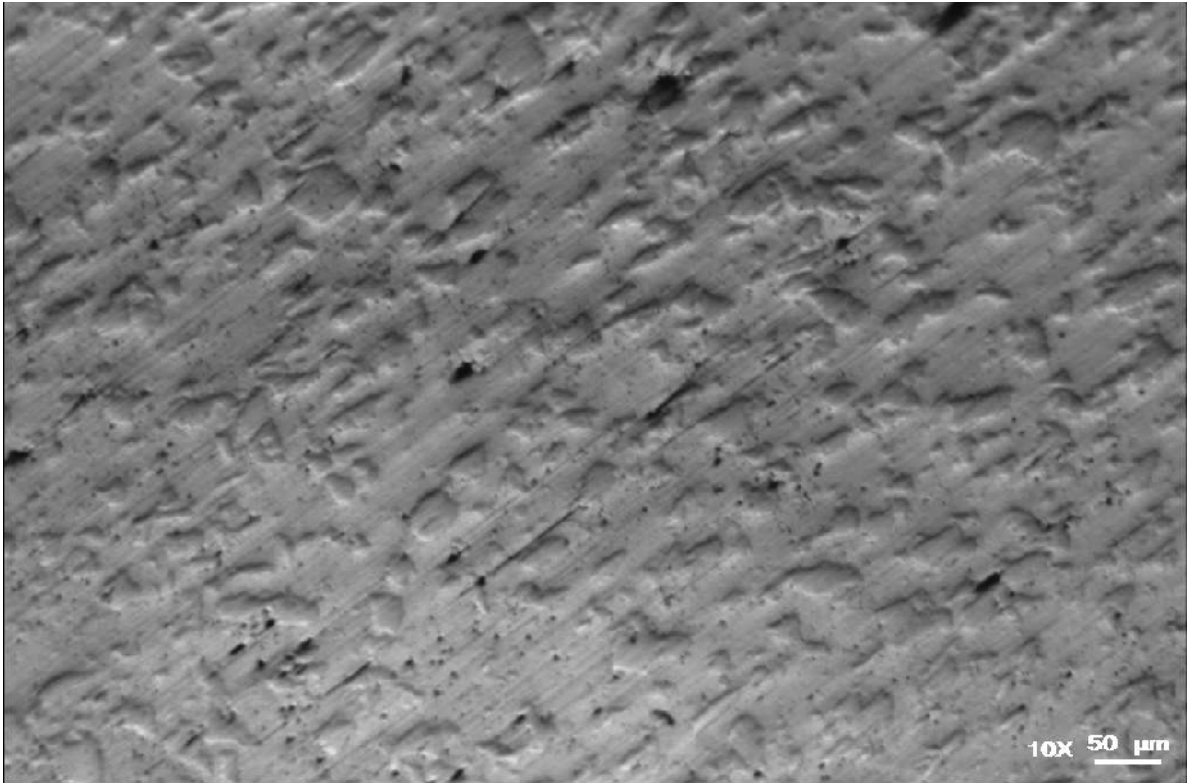
Şekil 3.6. 750 °C’de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü



Şekil 3.7. 800 °C’de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü

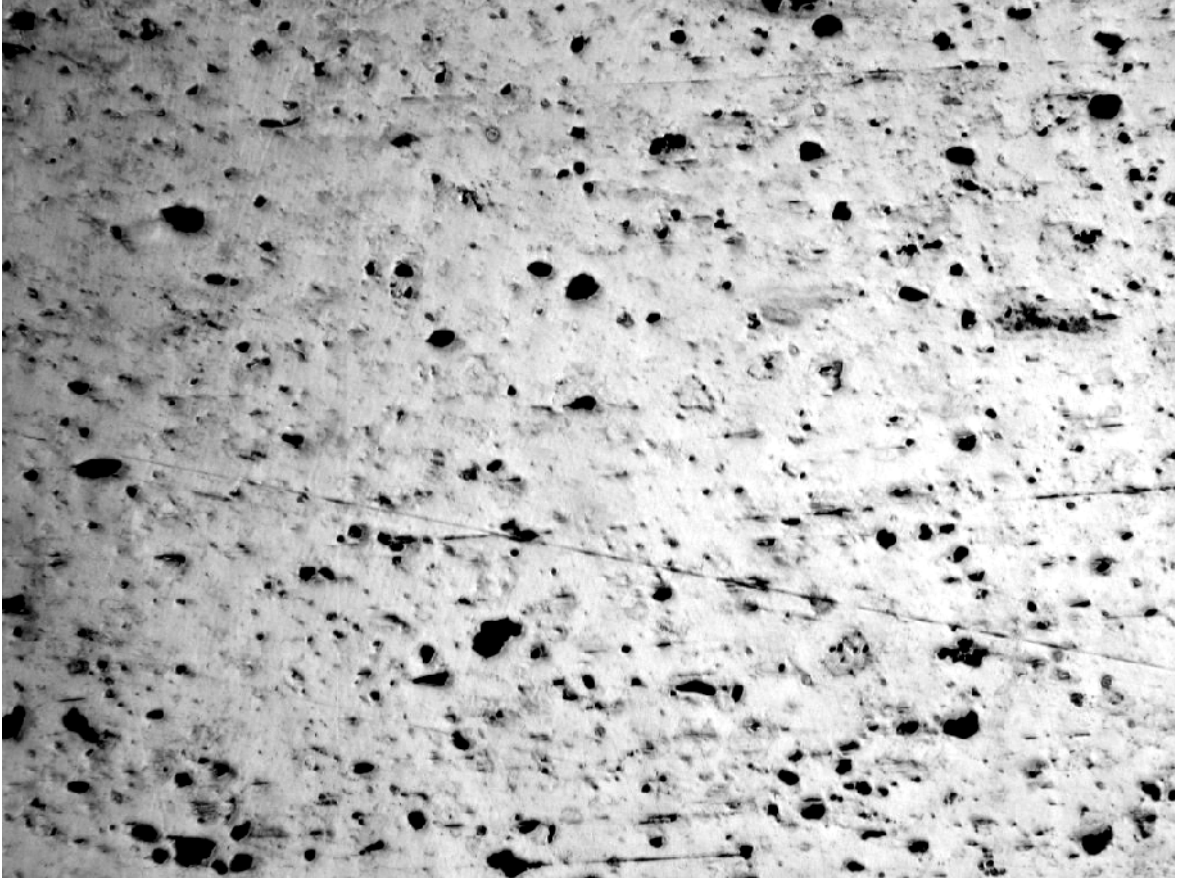


Şekil 3.8. 850 °C’de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü



Şekil 3.9. 900 °C’de sinterlenmiş metalografik olarak hazırlanmış ancak dağlanmamış numunenin 100 büyütmedeki optik görüntüsü

Numunelerden alınan optik mikroskop görüntüleri Şekil 3.10’ da %27.5 Cr içeren CoCrMo alaşımının soğuk preslenmesi sonucunda 100 büyütmede alınmış olan optik mikroskop görüntüsüyle karşılaştırıldığında sıcak presleme işleminin soğuk preslemeye göre daha az gözenekli bir yapı oluşturduğu görülmektedir. Bu sonuç sıcak presleme işlemimizin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. Bu sonuç sıcak presleme tekniğiyle üretilen numunelerin mikroyapısal özellikler yönünden soğuk presleme yönteminden daha üstün olduğunu göstermektedir.



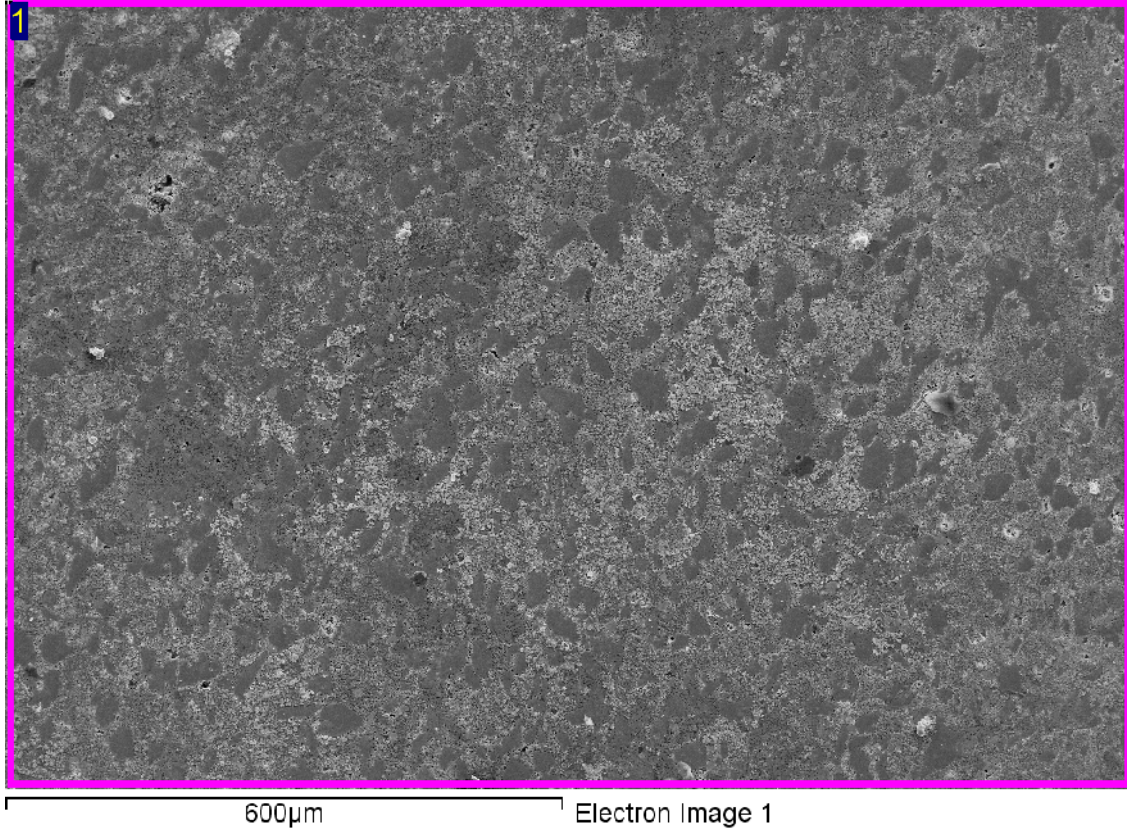
Şekil 3.10. Soğuk preslenmiş % 27.5 Cr içeren numunenin dağlanmadan alınmış optik görüntüsü (100x) [65].

Şekil 3.6 - 3.9’ da verilen optik mikroskop resimlerinden de 1 nolu numunemizdeki gözenek oranının en fazla olduğu ve numunedeki gözeneklerin çapı daha büyük, keskin köşeli ve düzensiz oldukları gözlenmektedir. Artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte gözenek oranının düştüğü, gözenek çaplarının küçüldüğü ve gözenek dağılımındaki düzensizliğin azaldığı da gözlenmektedir. Sinterleme sıcaklığının artışı gözenek miktarının azalmasını sağlamıştır. Azalan gözenek oranıyla birlikte malzemenin yoğunluğunda artış gözlenir. Bu

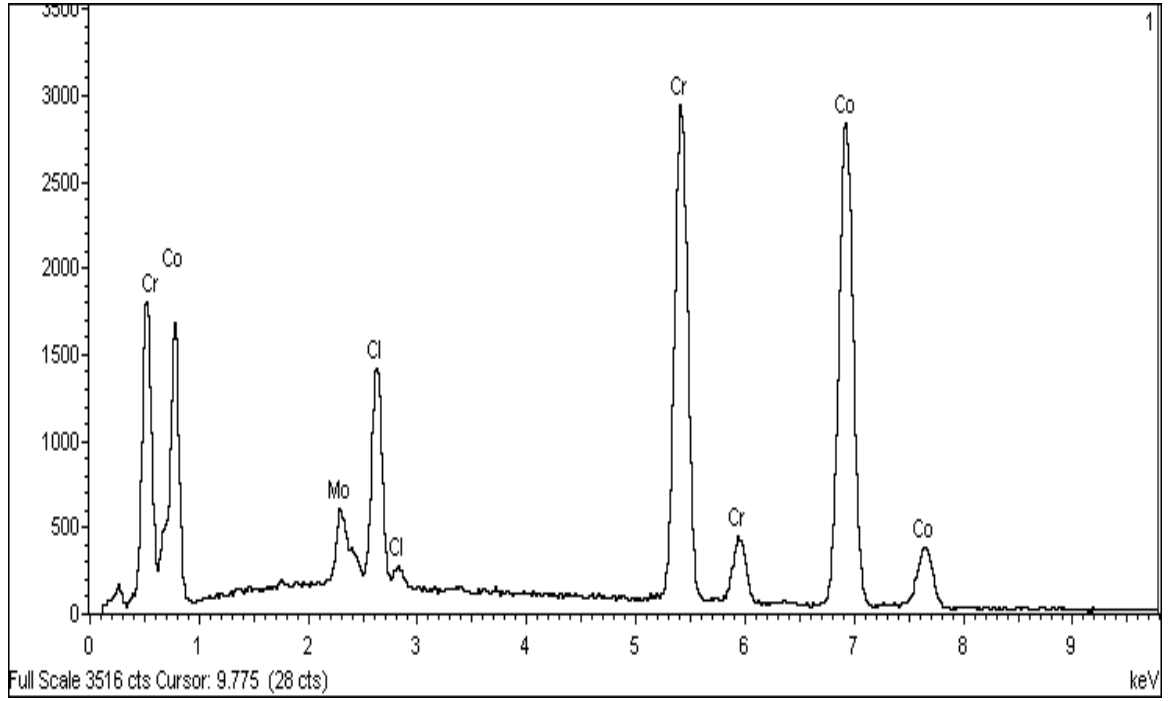
sonuçların eğme, mikrosertlik ve yoğunluk deney sonuçlarını etkilediği anlaşılmıştır. Ancak 3 nolu numunede 2 nolu numuneye göre gözenek oranının azalması gerekirken artmıştır. Bu farklılaşma artışın deney malzemesinin bileşimi α -Co ve ϵ -Co arasındaki yapraksı bölgeye denk geldiğinden dolayı bu noktada bileşik karakterli yapıların oluştuğu düşünülmektedir. Bu bölgede bileşik oluşumundan dolayı gözenek oranında artışa neden olduğu düşünülmektedir.

3.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDS-EDX Sonuçları

Sıcak presleme tekniğiyle üretilen CoCrMo numunelerin mikroyapı incelemeleri için parlatılmış ve dağlanmış numunelerden çeşitli büyüklüklerde SEM resimleri ve noktalardan ise EDS ve EDX analizleri alınmış aşağıdaki şekillerde verilmiştir. Karışımımızın ne derece homojen olduğunu ve hangi noktada hangi elementin olduğunu gözlemleyebilmek için 100 büyütmede yüzey taramaları ve EDS verileri alındı (Şekil 3.11.).



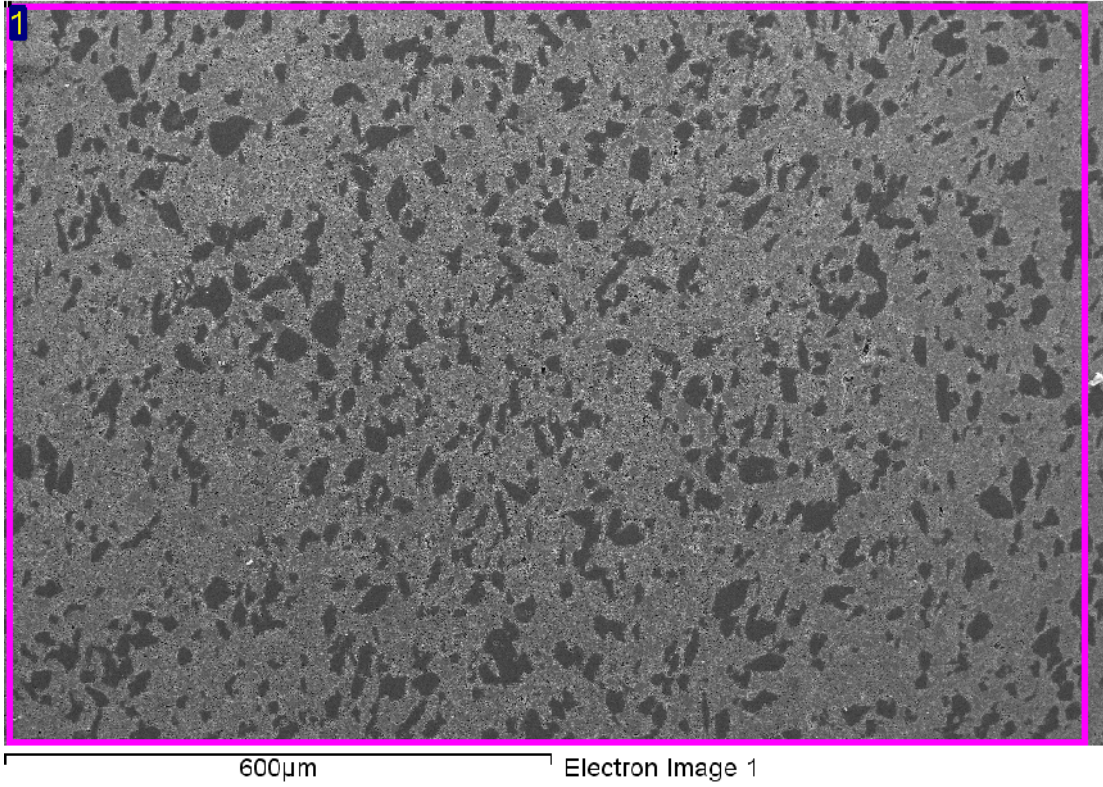
Şekil 3.11. 750 °C’ de sinterlenmiş numunenin 100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü



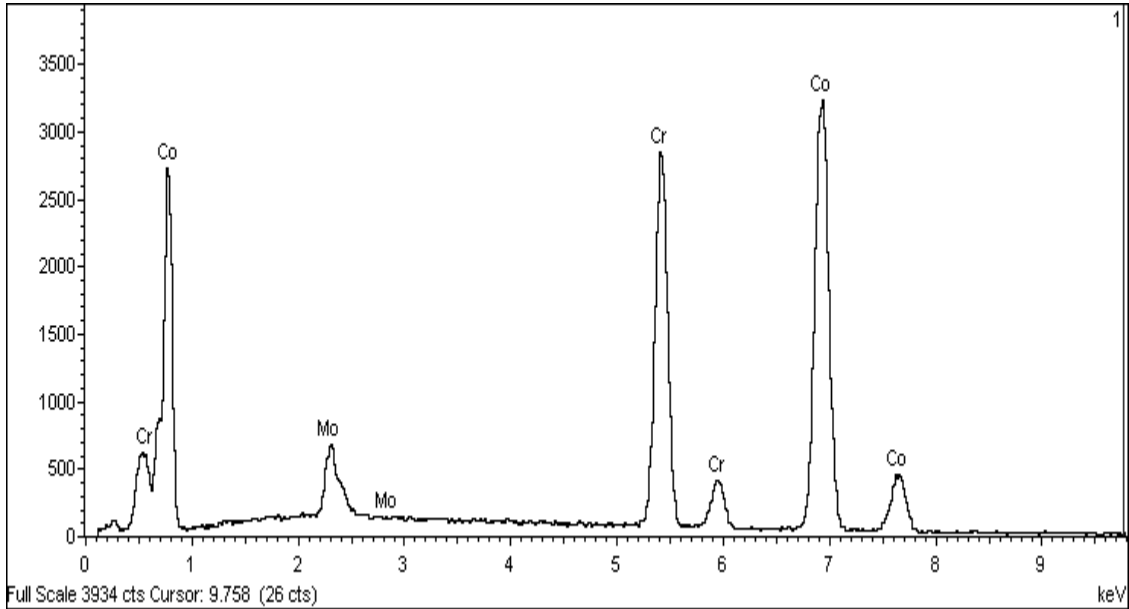
Element	App Conc.	Intensity Corrn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cl K	8.56	0.8083	7.05	0.12	10.96
Cr K	49.22	1.0464	31.29	0.24	33.19
Co K	79.59	0.9372	56.50	0.29	52.87
Mo L	5.93	0.7634	5.17	0.27	2.97
Totals			100.00		

Şekil 3.12. 750 °C’ de sinterlenmiş numunenin 100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri

Şekil 3.11 ve Şekil 3.12 incelendiğinde Co, Cr, Mo elementlerinin hepsinin yapıda orta şartlarda mevcut olduğu görülmektedir. Cl elementinin dağlama solüsyonunda mevcut olan FeCl_2 bileşiğinden geldiği düşünülmektedir. Bu sonuçlar malzemenin sinterleme işleminin başarıyla gerçekleştiğini göstermektedir. 1 nolu spektrumda kromca biraz daha zengin, kobalt ağırlıklı CoCrMo üçlü alaşımının $\alpha+\delta$ katı eriyik fazının yapı ve özelliklerine sahip bir noktadır.



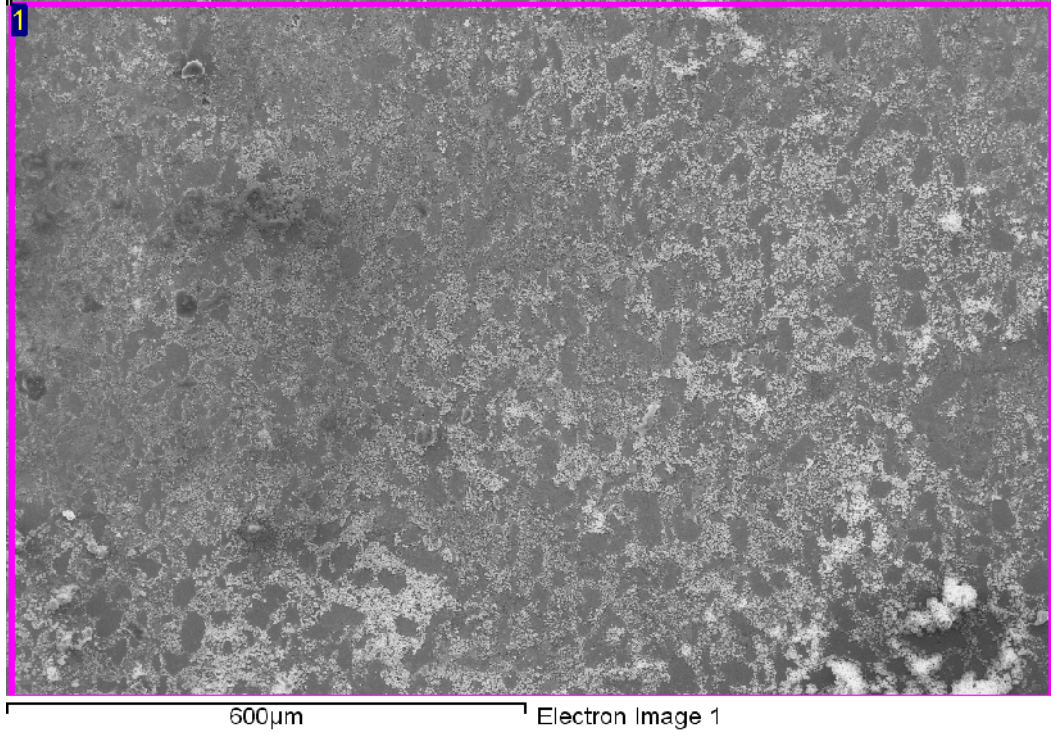
Şekil 3.13. 800 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü



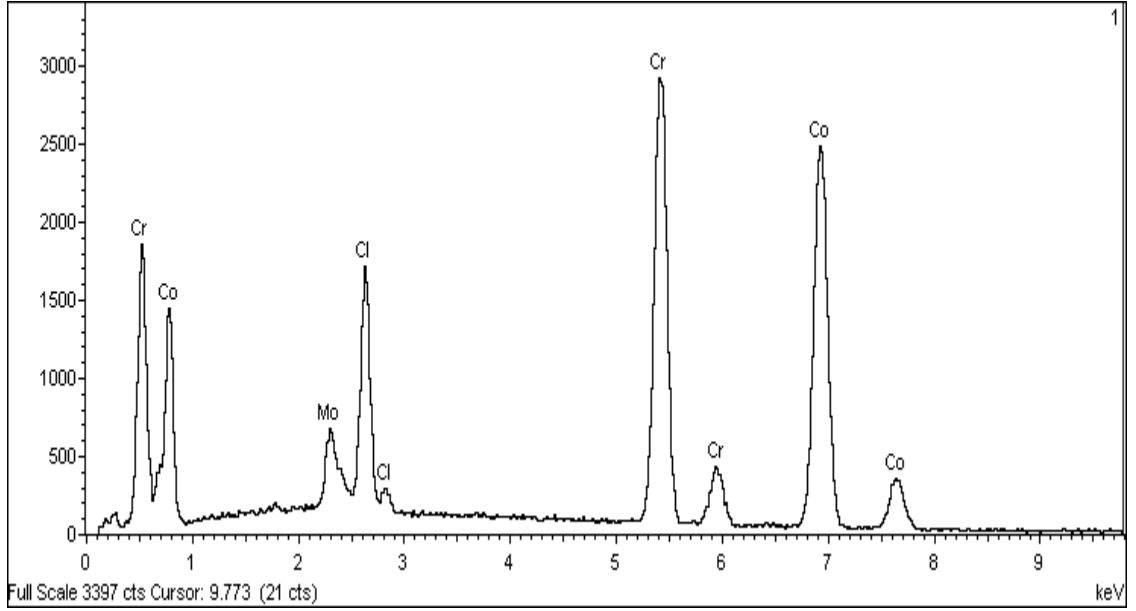
Element	App Conc.	Intensity Conn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cr K	45.90	1.0739	28.75	0.23	32.19
Co K	91.26	0.9520	64.48	0.29	63.70
Mo L	7.51	0.7466	6.77	0.27	4.11
Totals			100.00		

Şekil 3.14. 800 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri

Şekil 3.13 ve Şekil 3.14 incelendiğinde Co, Cr, Mo elementlerinin hepsinin yapıda hemen hemen alaşımlama oranında görülmektedir. 1 nolu spektrumun bileşimi ulaşılmak istenen alaşımlama orana çok yakındır. Bu sonuç numunede alaşımlama işleminin iyi bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. Ayrıca bu sonuçlar malzemenin sinterleme işleminin başarıyla gerçekleştiğini göstermektedir. 1 nolu spektrumda kromca biraz daha zengin, kobalt ağırlıklı CoCrMo üçlü alaşımının $\alpha+\delta$ katı eriyik fazının yapı ve özelliklerine sahip bir noktadır.



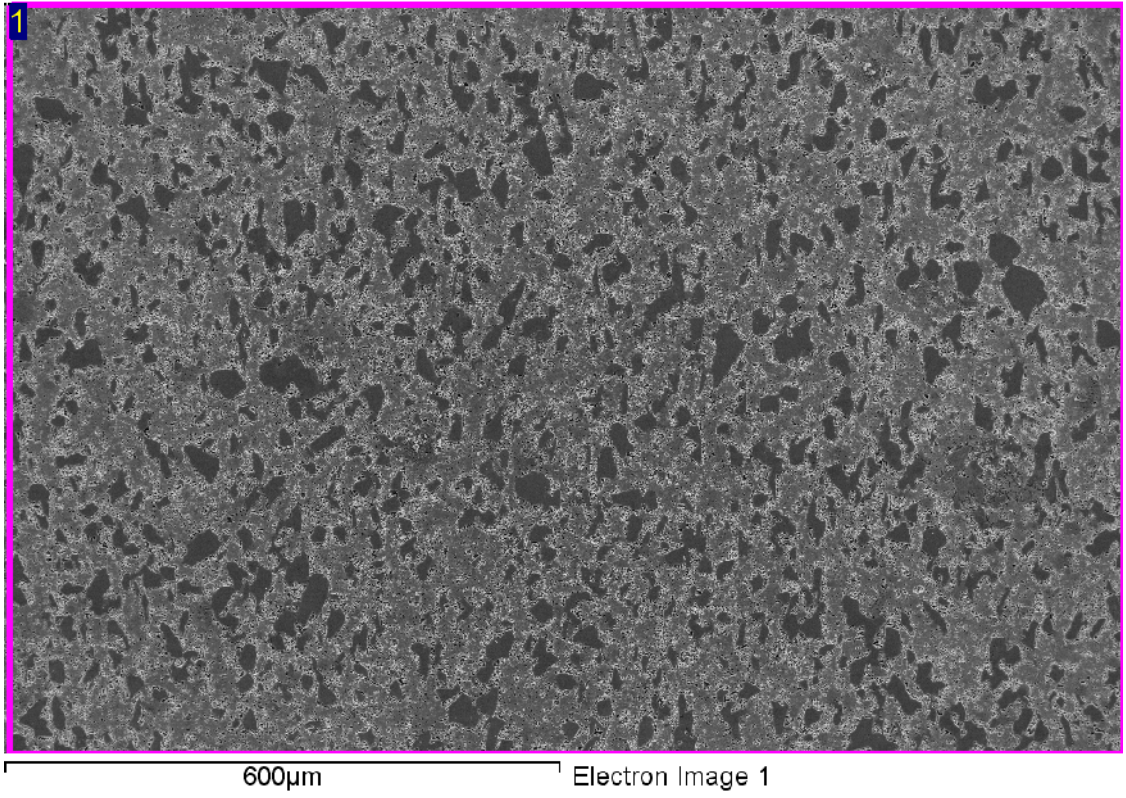
Şekil 3.15. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin 100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü



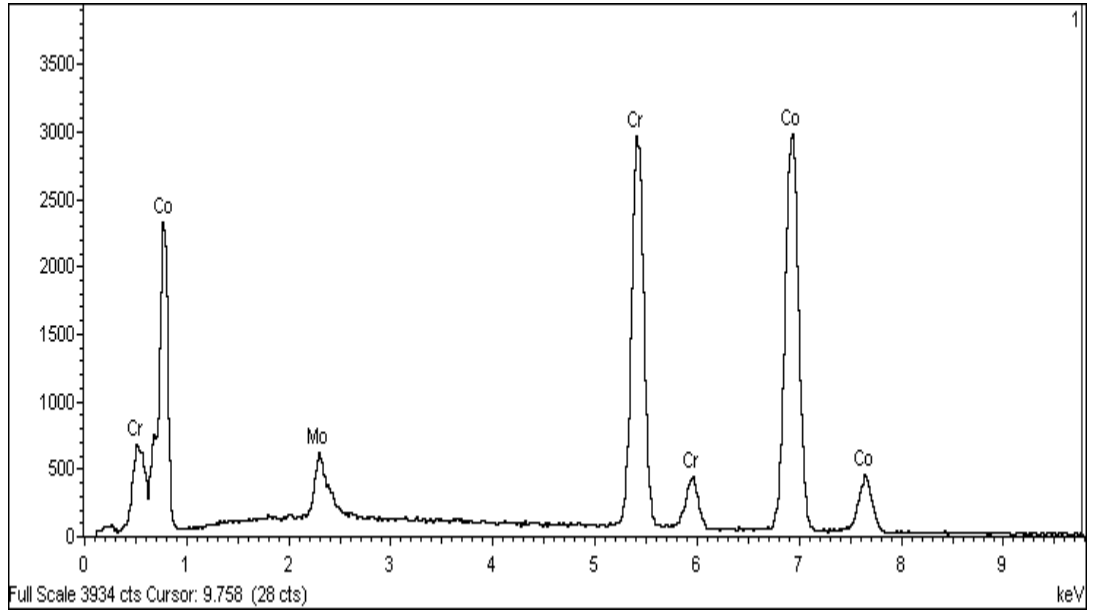
Element	App Conc.	Intensity Conn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cl K	9.90	0.8091	8.60	0.14	13.27
Cr K	48.69	1.0347	33.05	0.26	34.79
Co K	69.06	0.9323	52.02	0.30	48.32
Mo L	6.97	0.7726	6.34	0.28	3.62
Totals			100.00		

Şekil 3.16. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin 100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri

Şekil 3.15 ve Şekil 3.16 incelendiğinde Co, Cr, Mo elementlerinin hepsinin yapıda orta şartlarda mevcut olduğu görülmektedir. Cl elementinin dağlama solüsyonunda mevcut olan FeCl_2 bileşiğinden geldiği düşünülmektedir. Bu sonuçlar malzemenin sinterleme işleminin başarıyla gerçekleştiğini göstermektedir. 1 nolu spektrumda kromca biraz daha zengin, kobalt ağırlıklı CoCrMo üçlü alaşımının $\alpha+\delta$ katı eriyik fazının yapı ve özelliklerine sahip bir noktadır.



Şekil 3.17. 900 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede SEM cihazında alınan görüntüsü

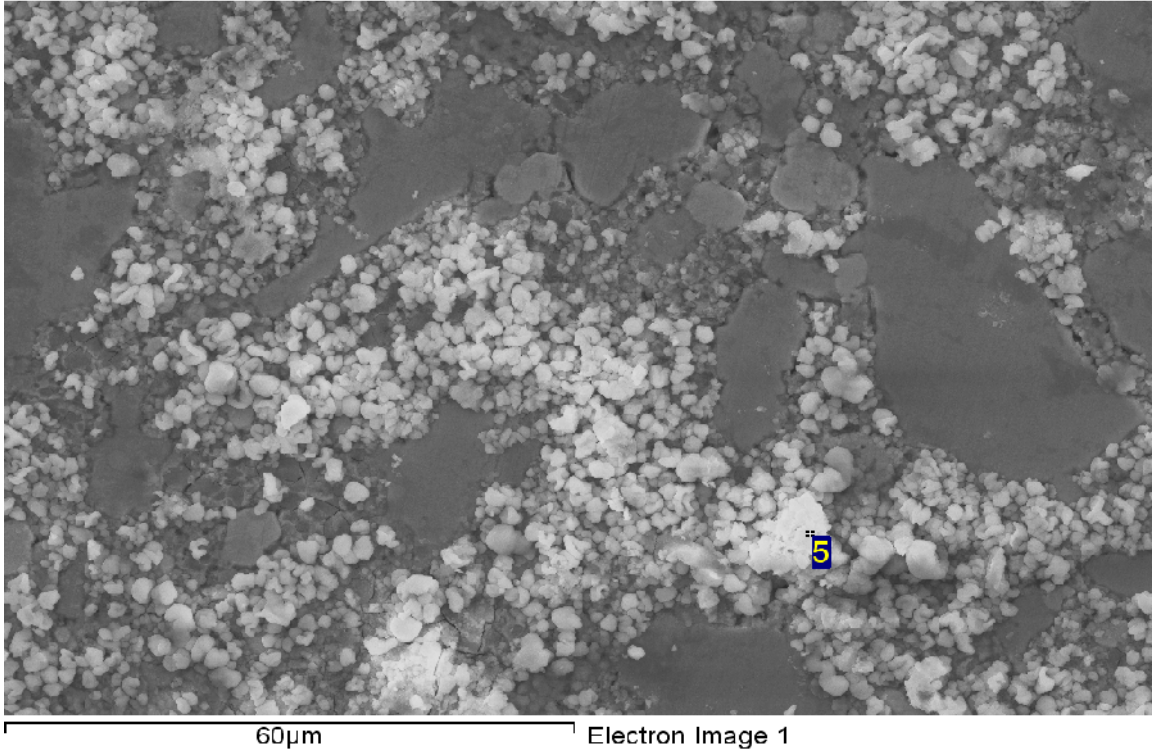


Element	App Conc.	Intensity Corn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cr K	48.82	1.0704	31.97	0.25	35.51
Co K	84.05	0.9466	62.23	0.30	61.00
Mo L	6.18	0.7475	5.80	0.27	3.49
Totals			100.00		

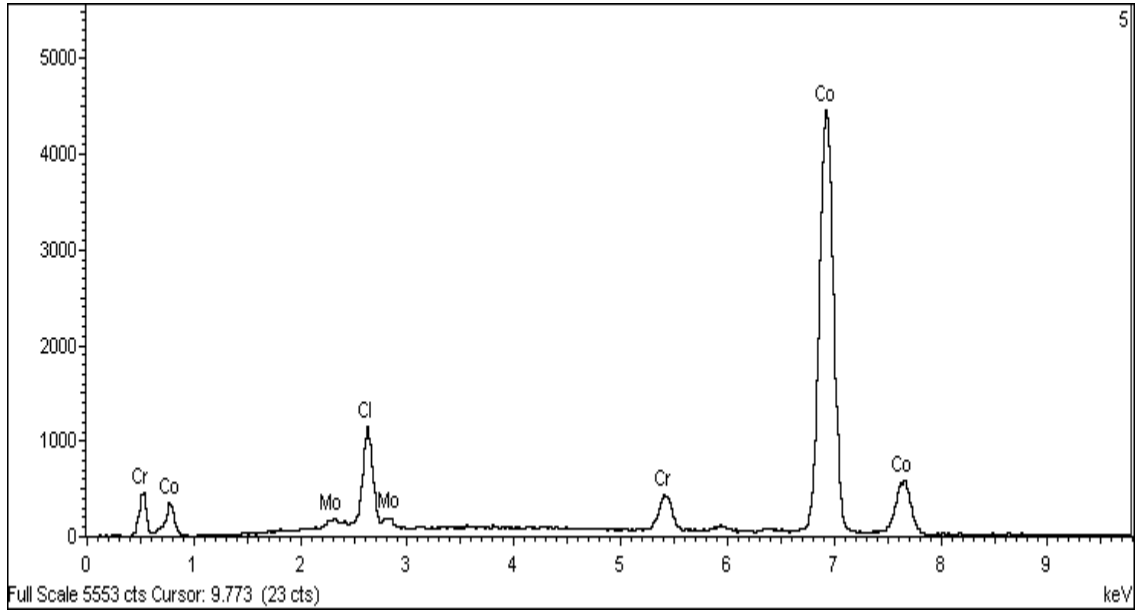
Şekil 3.18. 900 °C’ de sinterlenmiş numunenin100 büyütmede 1 nolu spektrumda alınan EDS ve EDX analizleri

Şekil 3.17 ve Şekil 3.18 incelendiğinde Co, Cr, Mo elementlerinin hepsinin yapıda hemen hemen alaşımlama oranında mevcut olduğu görülmektedir. Bu sonuç numunede alaşımlama işleminin iyi bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. 1 nolu spektrumun bileşimi ulaşılmak istenen alaşımlama orana çok yakındır. Ayrıca bu sonuçlar malzemenin sinterleme işleminin başbarıyla gerçekleştiğini göstermektedir. 1 nolu spektrumda kromca biraz daha zengin, kobalt ağırlıklı CoCrMo üçlü alaşımının $\alpha+\delta$ katı eriyik fazının yapı ve özelliklerine sahip bir noktadır.

Sinterlenen numunelerin yapılarındaki elementleri tesbit edebilmek için alınan SEM görüntülerinin değişik noktalarından EDS ve EDX analizleri yapıldı. Yapılan bu analizler sonucunda Co, Cr, Mo elementlerinin hangi oranlarda ve ne şekilde yapıda bulundukları tesbit edilmeye çalışılmıştır. Şekil 3.19.' da Co elementinin tesbiti yapılmıştır.



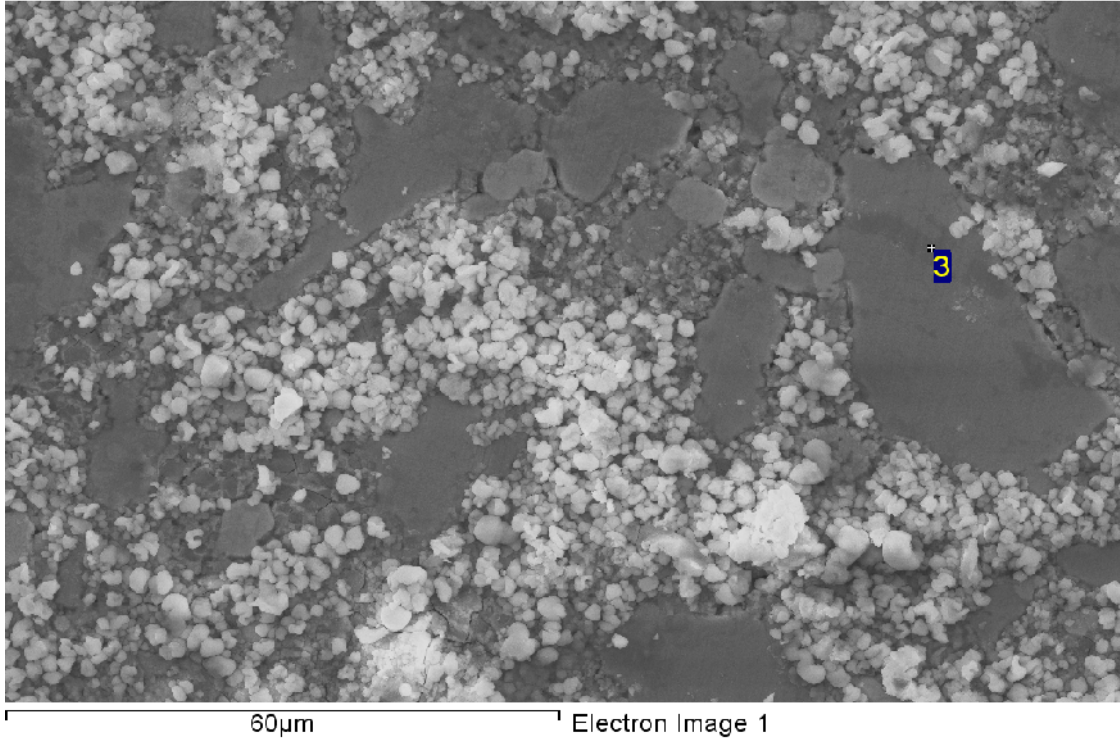
Şekil 3.19. 850 °C' de sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve 5 nolu spektrum



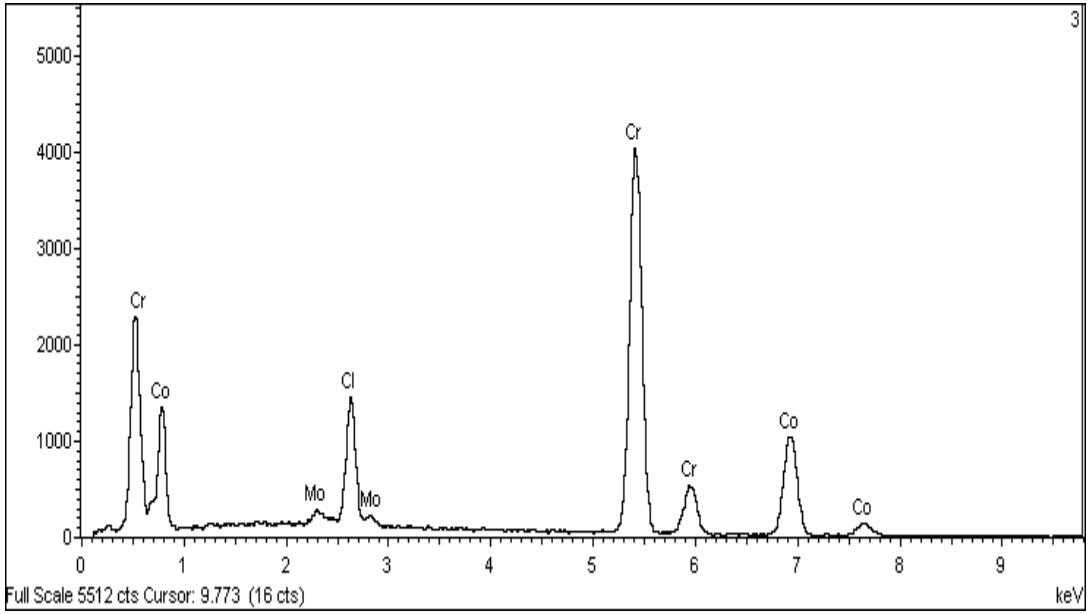
Element	App Conc.	Intensity Conn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cl K	6.67	0.7945	5.92	0.12	9.46
Cr K	6.17	1.1433	3.81	0.11	4.15
Co K	124.43	0.9841	89.20	0.23	85.76
Mo L	1.10	0.7216	1.07	0.19	0.63
Totals			100.00		

Şekil 3.20. 5 nolu spektrumun EDS ve EDX analizleri

SEM görüntüsüne bakıldığında yuvarlağımsı kristal şeklinde görülen beyaz topakların Co elementi olduğu anlaşılmaktadır. Co elementi yapıda esas element olarak mevcuttur. EDS sonuçlarına bakıldığında alınan sonuçlarda yapıda görülen Cl elementinin dağılayıcı solüsyondaki FeCl_2 ' deki mevcut Cl' dan geldiği düşünülmektedir.



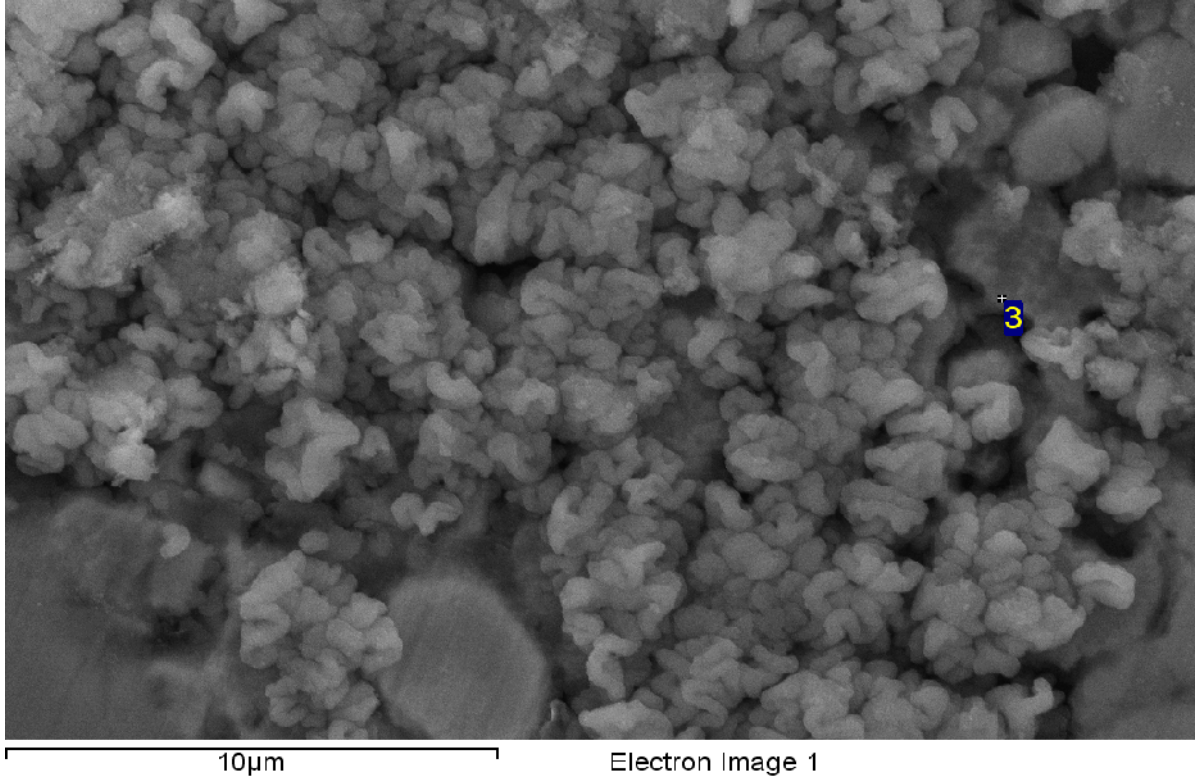
Şekil 3.21. 850 °C’ de sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve 5 nolu spektrum



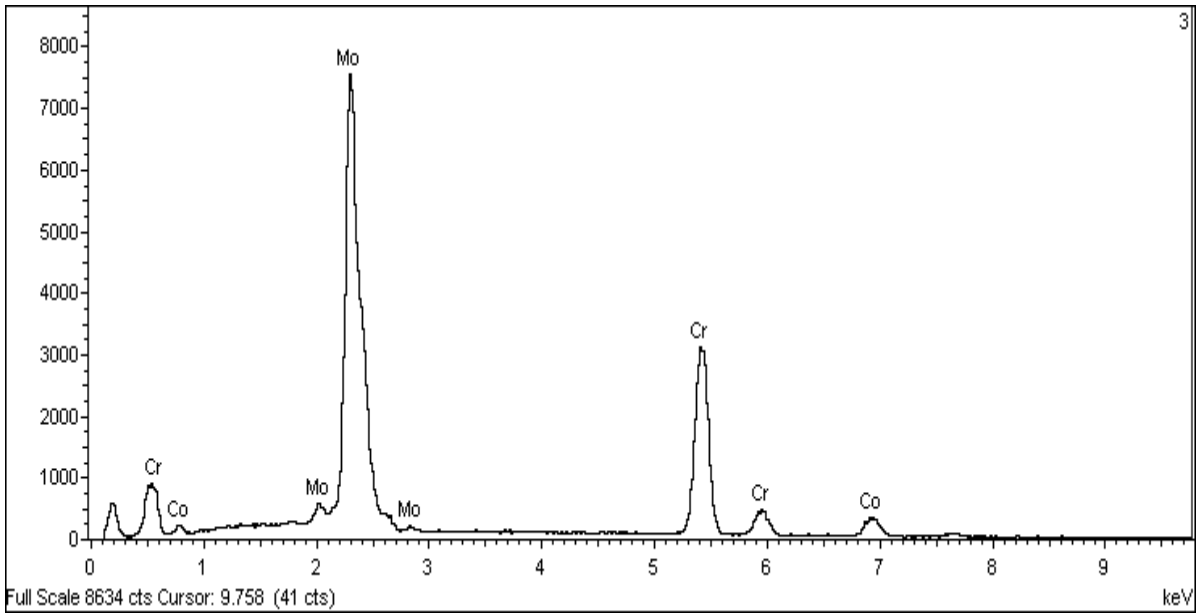
Element	App Conc.	Intensity Corn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cl K	8.66	0.8478	9.08	0.15	13.33
Cr K	67.54	1.0071	59.58	0.34	59.68
Co K	29.31	0.8904	29.25	0.31	25.85
Mo L	1.88	0.7928	2.10	0.26	1.14
Totals			100.00		

Şekil 3.22. 3 nolu spektrumun EDS ve EDX analizleri

Şekil 3.21.' deki 3 nolu spektruma bakıldığında Cr elementinin koyu renkli ve iri tanelerden oluştuğu görülmektedir. Şekil 3.22' deki EDS sonuçlarına bakıldığında 3 nolu nokta Cr esaslı olup Co' cada zengin bir noktadır. Cl elementinin ise dağılayıcıdan geldiği düşünülmektedir.



Şekil 3.23. 750 °C' de sinterlenmiş numunenin SEM görüntüsü ve 3 nolu spektrum

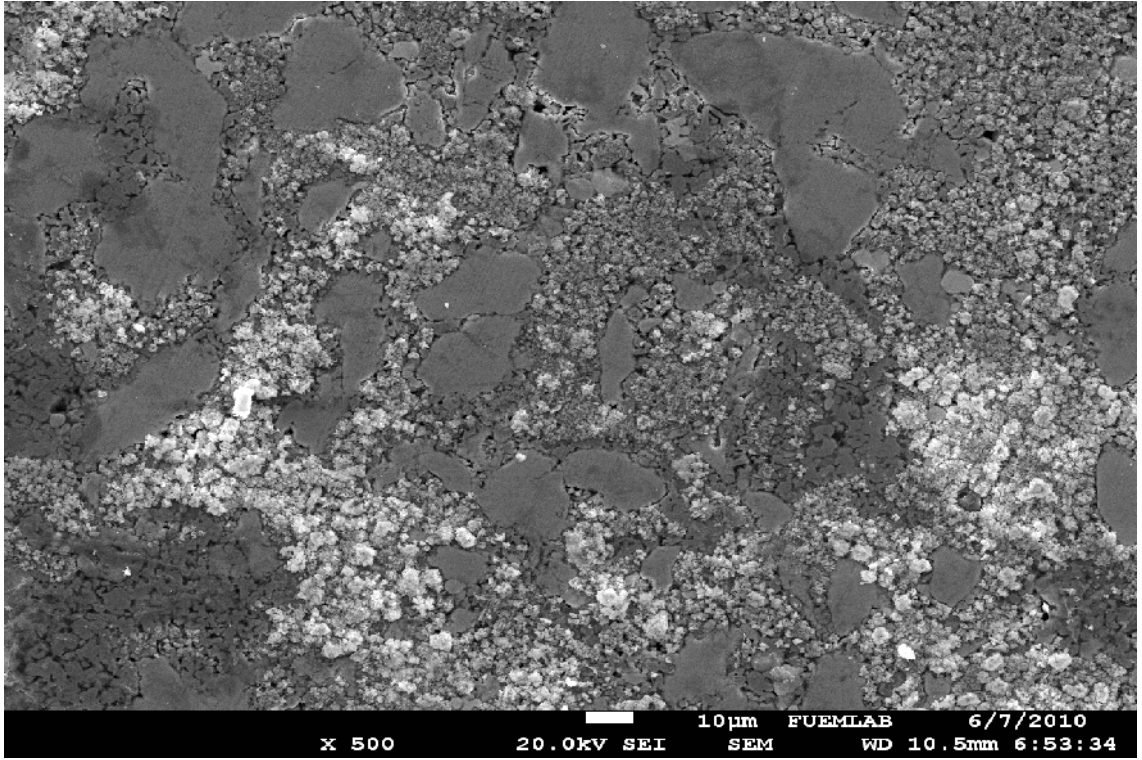


Element	App Conc.	Intensity Corrn.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
Cl K	1.25	0.6648	1.07	0.09	2.22
Cr K	51.92	0.9583	30.90	0.25	43.48
Co K	8.51	0.9556	5.08	0.16	6.30
Mo L	101.30	0.9179	62.95	0.29	48.00
Totals			100.00		

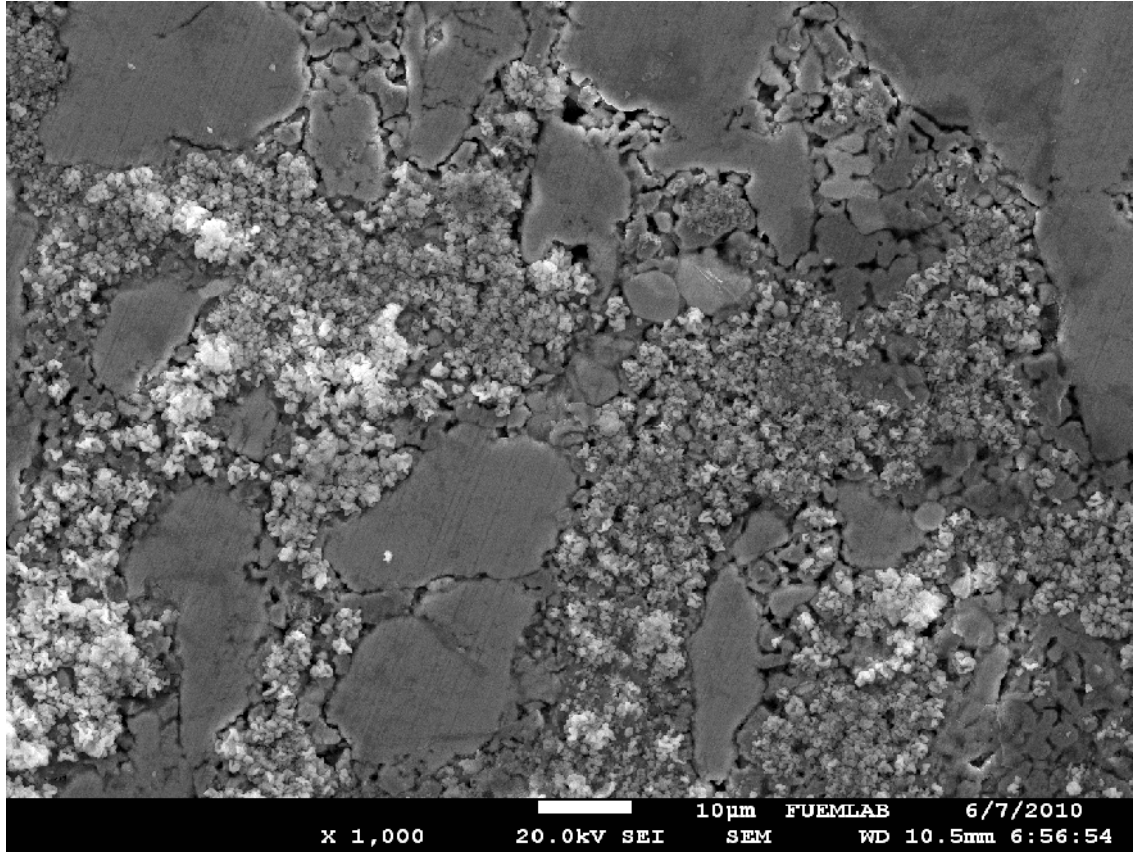
Şekil 3.24. 3 nolu spektrumun EDS ve EDX analizleri

Şekil 3.23.' teki 3 nolu spektrum incelendiğinde Mo elementinin küçük yuvarlağımsı küresel tanelerden oluştuğu gözlenmektedir. Şekil 3.24.' teki EDS sonuçlarına göre 3 nolu spektrum Mo esaslı olup Cr' ca zengindir.

Şekil 3.25 - 3.28'de farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen numunelerin çeşitli büyütmelelerdeki SEM görüntüleri verilmiştir. Verilen bu görüntüler karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Boyun oluşumları ve gözenekler görüntü üzerinde belirtilmiştir.

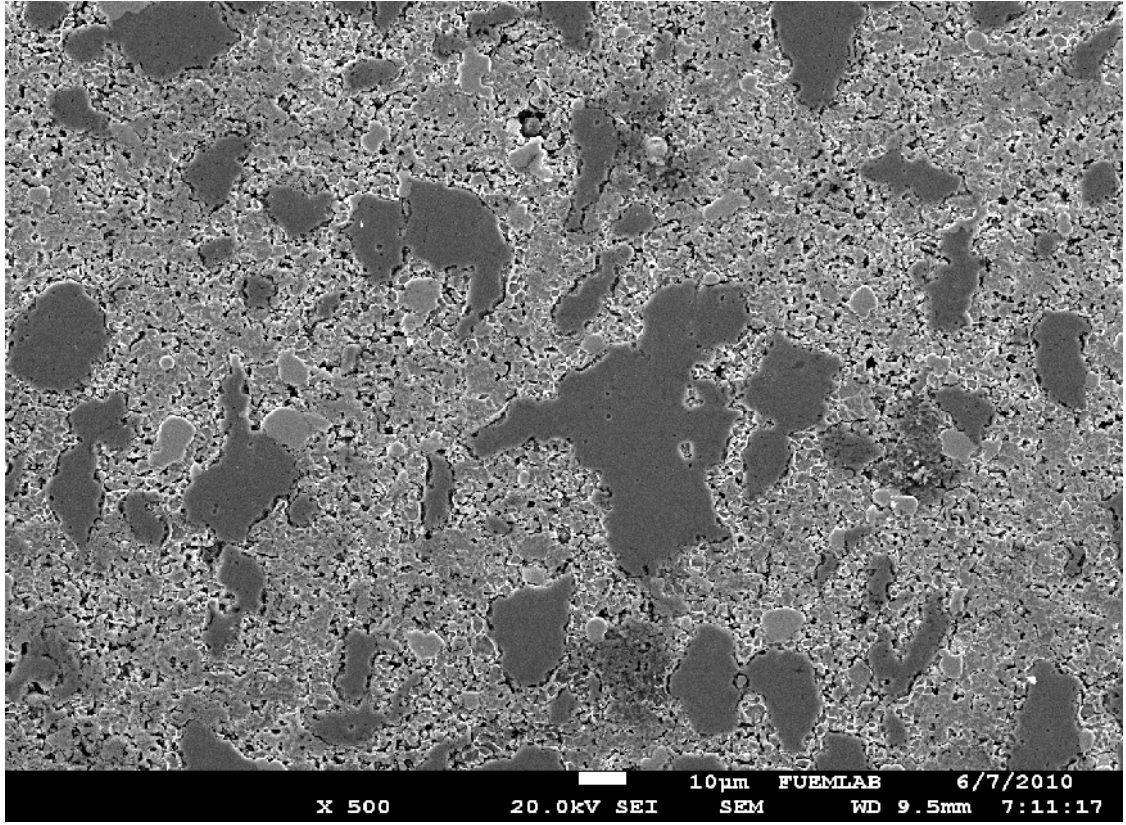


(a)

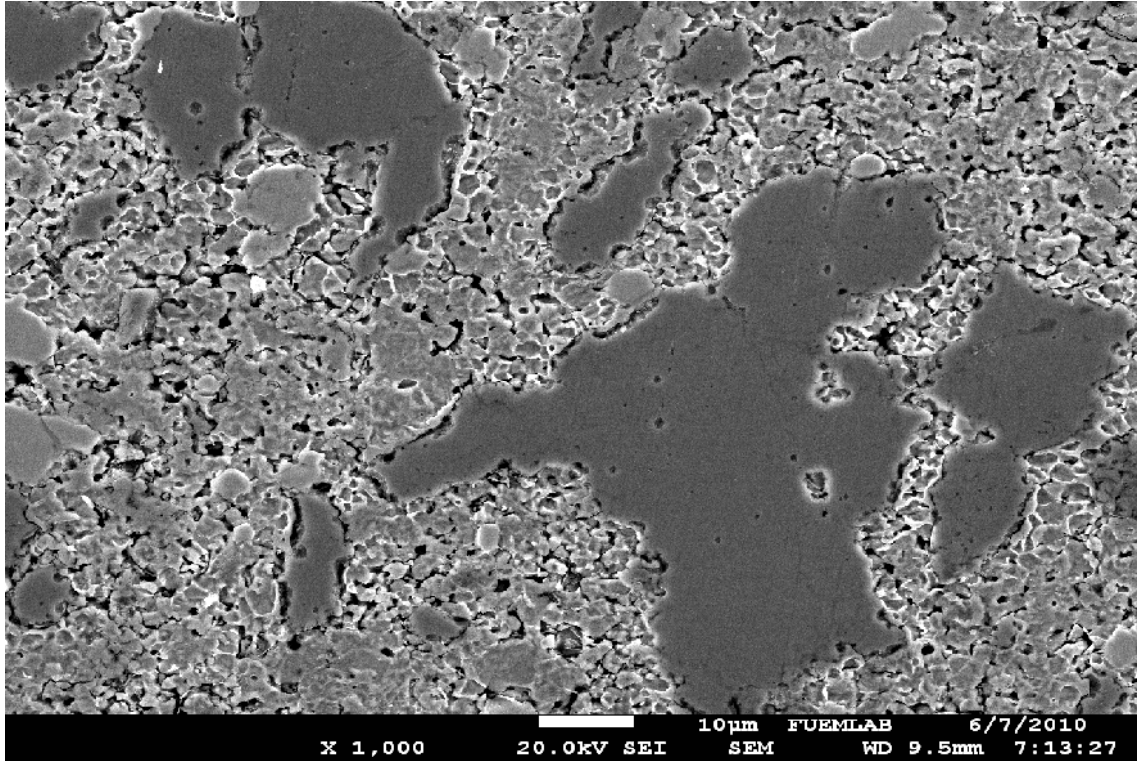


(b)

Şekil 3.25. 750°C’de sinterlenmiş 1 nolu numunenin SEM görüntüleri (a) 500X, (b)1000X

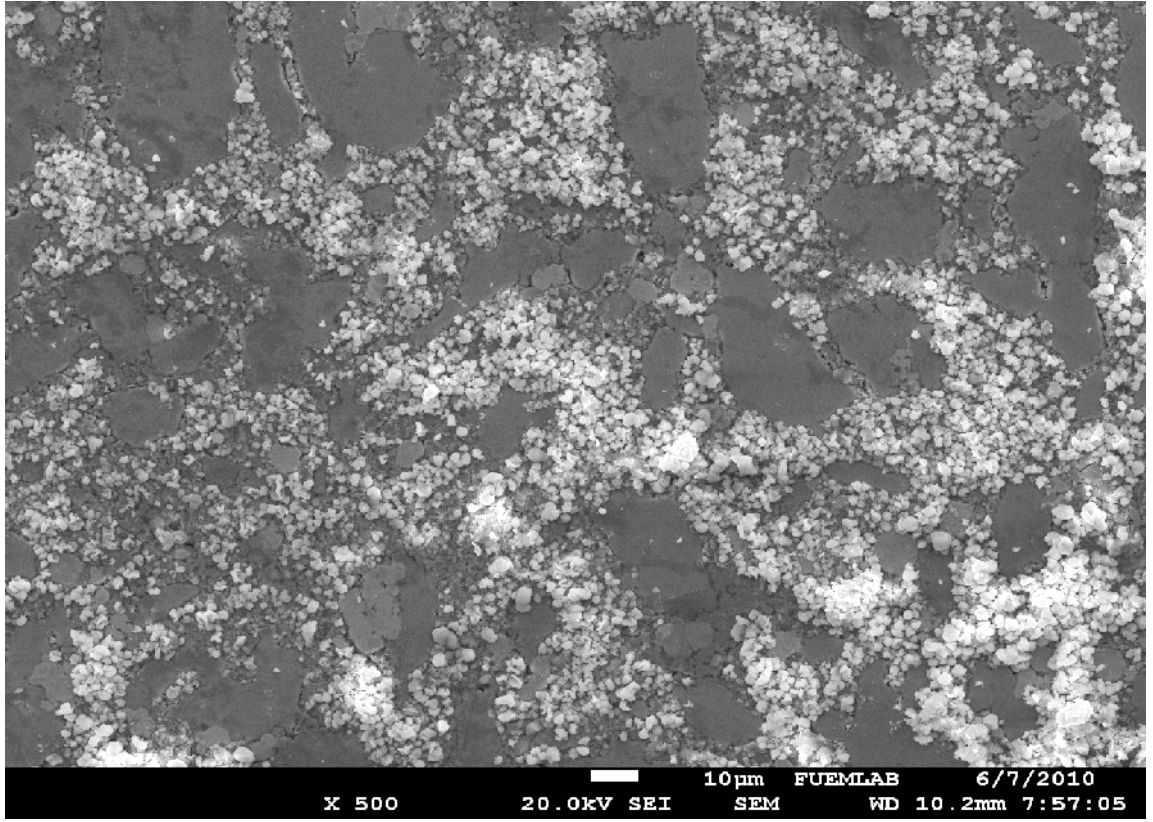


(a)

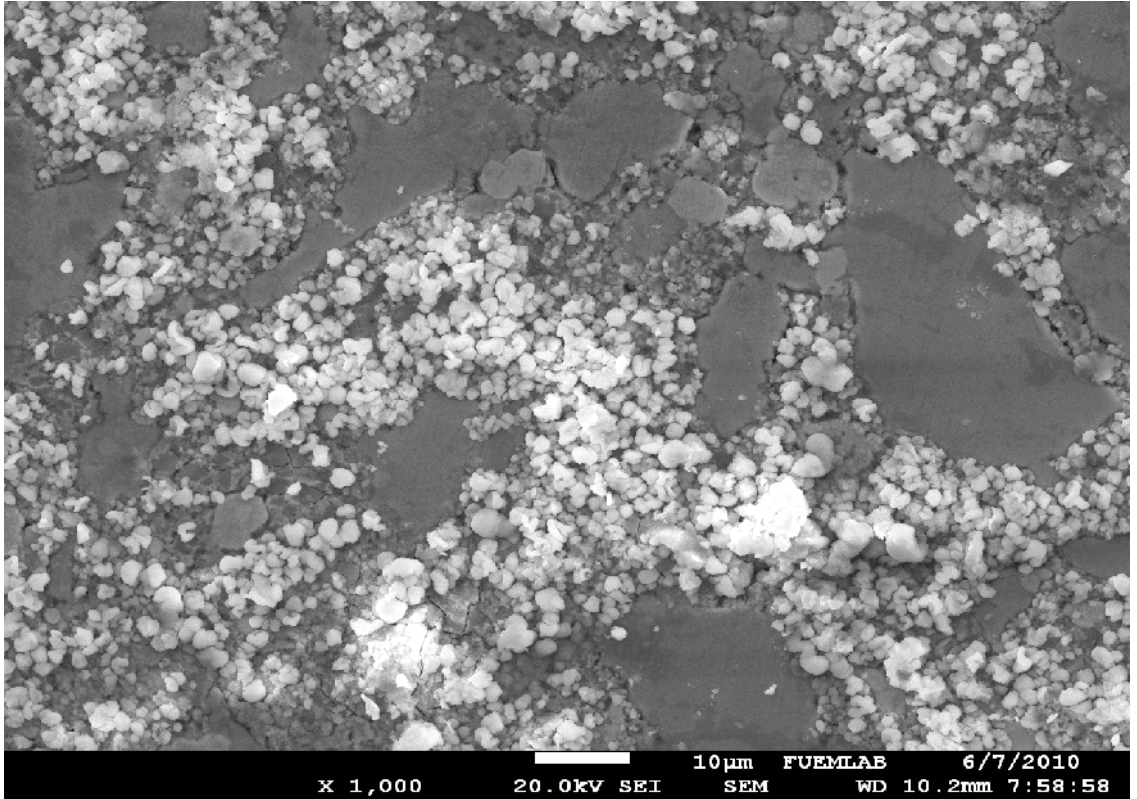


(b)

Şekil 3.26. 800°C’de sinterlenmiş 2 nolu numunenin SEM görüntüleri; (a)500X, (b)1000X

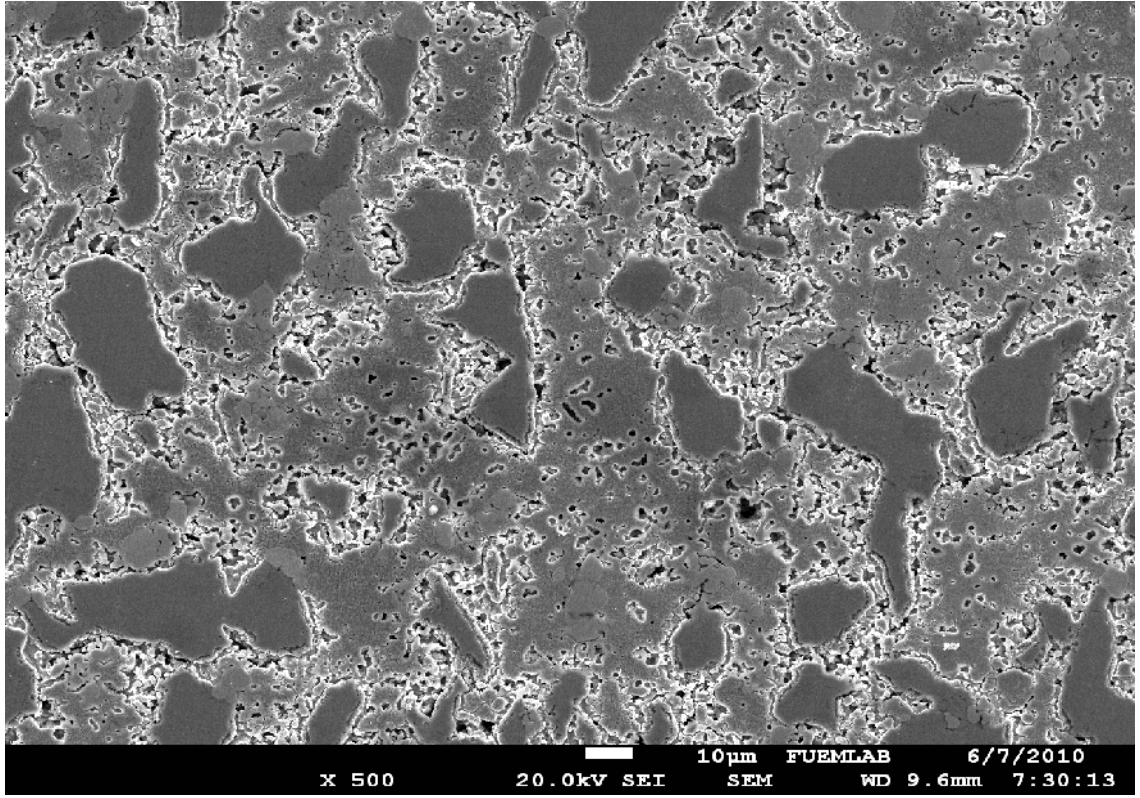


(a)

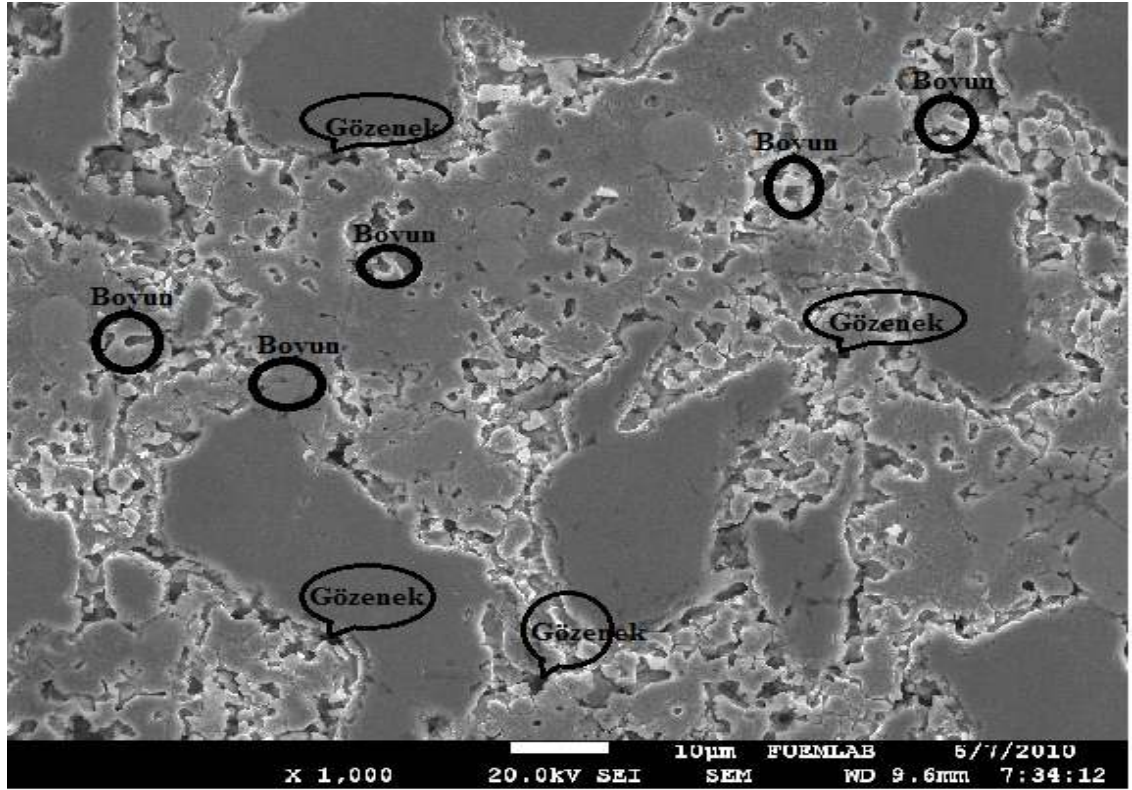


(b)

Şekil 3.27. 850°C’de sinterlenmiş 3nolu numunenin SEM görüntüleri; (a)500X, (b)1000X



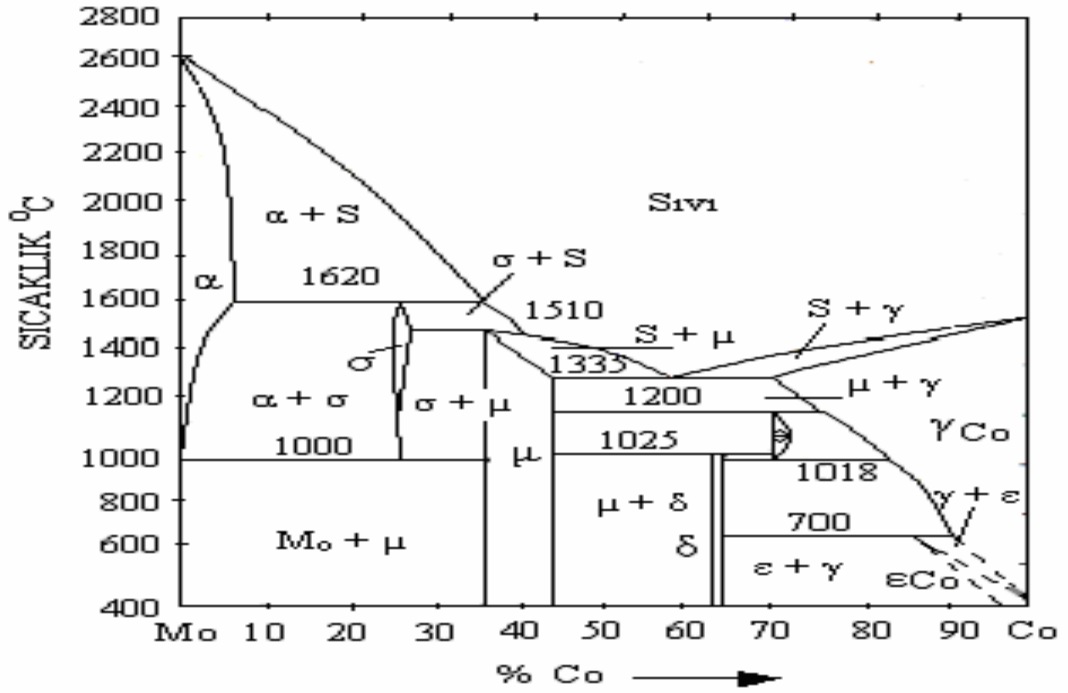
(a)



(b)

Şekil 3.28. 900°C’de sinterlenmiş 4 nolu numunenin SEM görüntüleri; (a)500X, (b)1000X.

Şekil 3.25 - 3.28'deki SEM görüntüleri incelendiğinde genel itibariyle sinterleme işleminin başarıyla gerçekleştiği gözlenmektedir. Artan sıcaklıkla birlikte mikrogözeneklilik oranının azaldığı ve taneler arası boyun oluşumlarının arttığı gözlenmektedir. Sinterleme sıcaklığının ergime sıcaklığının çok altından tutulmasından dolayı Cr'un Co ile bileşik oluşturmadığı ve Şekil 3.29' da görülmekte olan şekilden Mo'denin Co'a olan bileşik oluşturma afinitesinden dolayı Co ve Mo arasında bileşiklerin oluştuğu ve artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte bileşik ve boyun oluşum oranlarının arttığı görülmektedir.



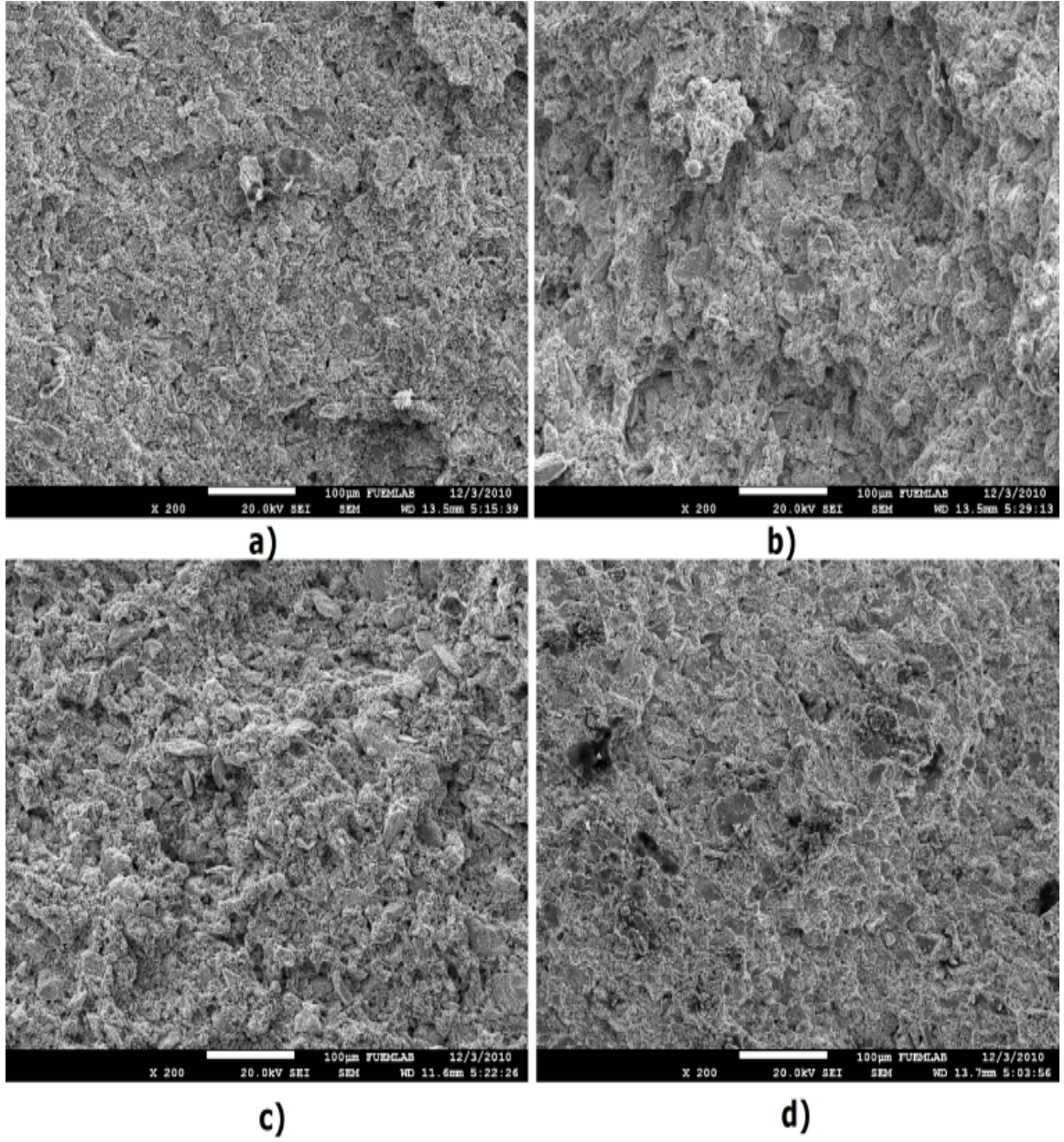
Şekil 3.29. Mo-Co ikili alasmım denge diyagramı [66].

Cr elementinin toz tane yapıları büyük, köşeleri keskin olduğundan dolayı mikrogözeneklerin oluşmasına neden olduğu ve taneler arası boyun oluşum oranını düşürdüğü düşünülmektedir. 1 ve 2 nolu numunenin SEM görüntülerinden sinterleme sıcaklıklarının yetersiz olduğu; 3 nolu numuneden sonra daha iyi sinterlemenin olduğu ve en iyi sinterlemenin 4 nolu numunede olduğu görülmektedir. Ancak sıcak presleme makinesi 900 °C'nin üzerindeki sıcaklıklara çıkamadığından daha sonraki sinterleme sıcaklıklarında yapının nasıl olacağını bilme imkanımız olmadı. Sinterleme sıcaklığı arttıkça metal tozları arasındaki bileşik oluşum oranlarında artış olduğu düşünülmektedir. 1 nolu numunenin SEM görüntüleri incelendiğinde sinterleme sıcaklığının yetersiz geldiği,

mikrogözenek oranının en fazla olduğu, boyun oluşumlarının çok az olduğu, kısmi bileşik oluşumları görülmektedir. 2 nolu numunenin SEM görüntüleri incelendiğinde sinterleme oranının referans numuneye göre daha iyi olduğu ve boyun oluşumlarının arttığı gözlenmektedir. 3 nolu numunenin SEM görüntüleri incelendiğinde numunede α -Co ve ϵ -Co faz yapısının arasındaki yapraksı bölgeye denk geldiği düşünülmektedir. Oluşan yapıların Şekil 3.20 incelendiğinde beyaz topaklaşmalar şeklinde gerçekleştiği gözlenmektedir. 4 nolu numunenin SEM görüntüleri incelendiğinde ise sinterleme sıcaklığının ideal seviyeye ulaştığı gözlenmektedir. Görüntülerde mikrogözeneklilik oranının diğer numunelere göre azaldığı ve taneler arası boyun oluşum oranının arttığı gözlenmektedir. Bütün görüntüler incelendiğinde sinterlenme işleminin oldukça başarılı olduğu gözlenmektedir. Artan sıcaklıkla birlikte taneler arası boyun oluşum oranlarının arttığı ve mikrogözeneklilik oranının ise azaldığı gözlenmektedir.

3.6. Kırık Yüzey İncelenmesi

Farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen numunelerin eğme deneyi testinde gevrek kırılma sonucu oluşan kırık yüzeylerinin SEM’de alınmış görüntüleri Şekil 3.30’ da görülmektedir.



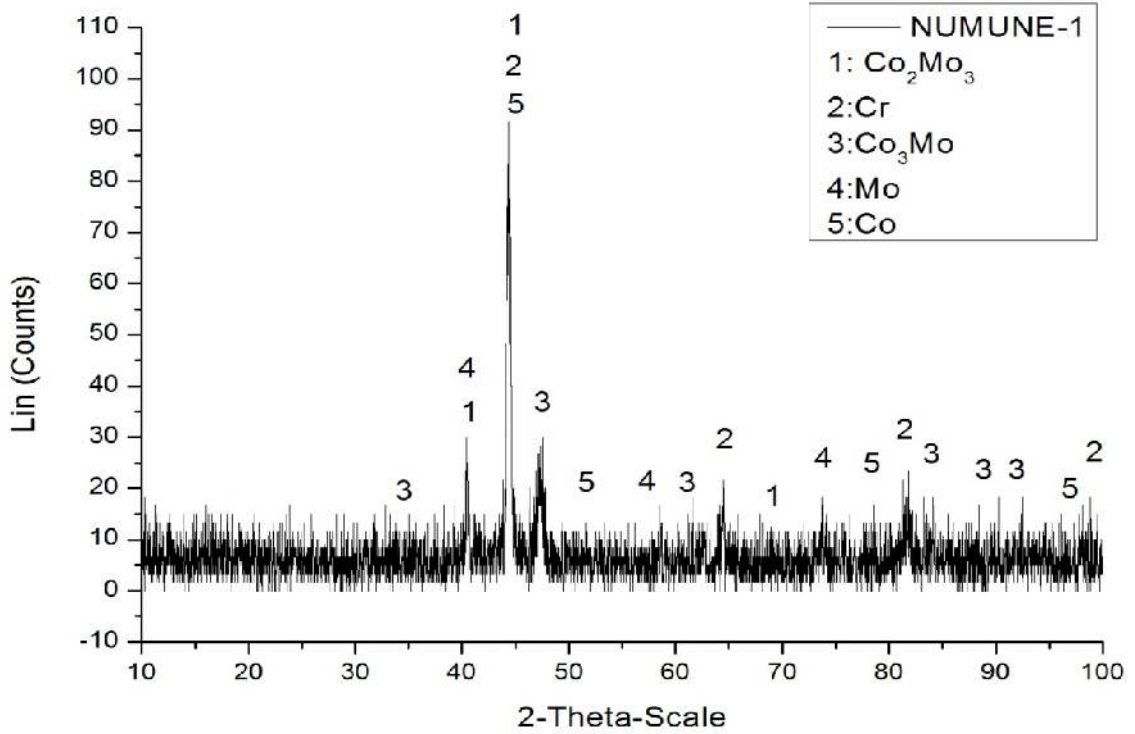
Şekil 3.30. 750 °C’de, 800 °C’de, 850 °C’de, 900 °C’de sinterlenmiş numunelerin sırasıyla 200 büyütmede kırık yüzeylerden alınmış SEM görüntüleri

Kırık yüzeyler malzemenin sünekliği, mukavemeti, çatlak başlangıcı, yorulma dayanımı hakkında bilgi verir. Kırılma tane sınırlarında ya da taneleri keserek meydana gelebilir. Taneler arası kırılma, çok taneli malzemelerde tane sınırlarındaki yapışmanın çeşitli sebeplerle zayıf olması halinde, malzemenin kırılması tane sınırları yüzeylerinden tanelerin birbirinden ayrılması şeklinde meydana gelir. Böyle kırılmaya taneler arası kırılma denir [11]. Alınan görüntüler incelendiğinde kırık yüzeylerin oluşumunun tane sınırlarından ve taneler arası oluşan boyunların kırılmalarından meydana geldiği gözlenmektedir. Co çok iyi bir bağlayıcı elementtir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla

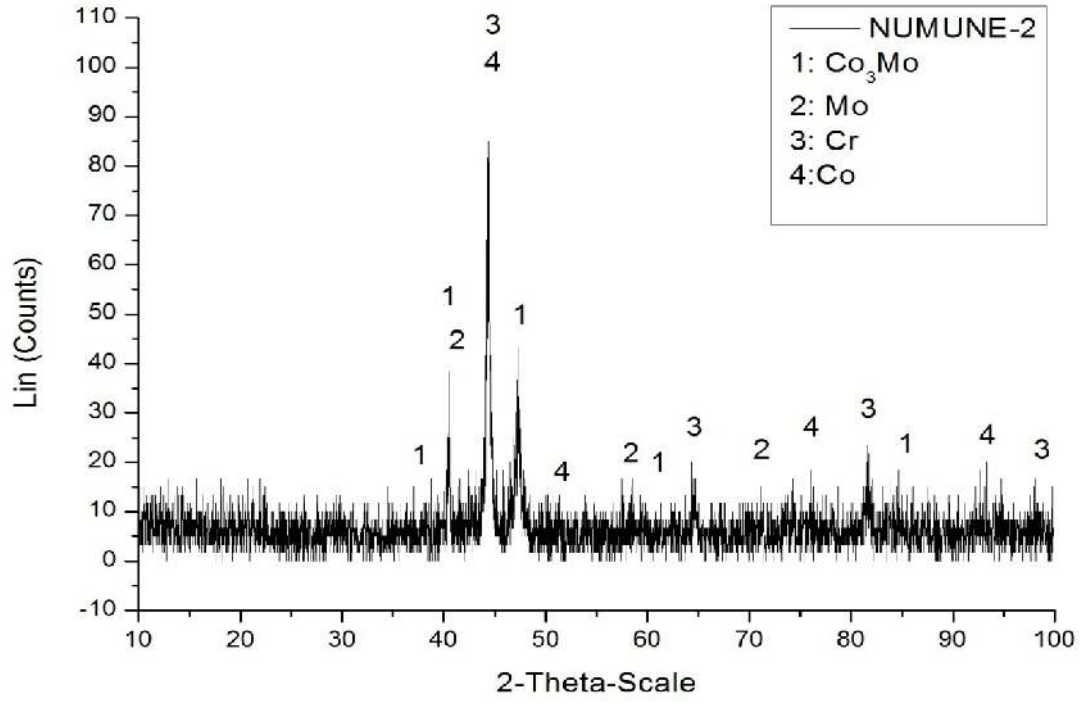
birlikte Şekil 3.29’da Co-Mo ikili denge diyagramından da anlaşılaçağı gibi Co, kendisine afinitesi olan Mo ile aralarında oluşan boyunların boyutsal miktarının arttığı düşünülmektedir. Tozlar arası boyun oluşumu arttıkça mukavemetin arttığı ve taneler arası kopmayı zorlaştırdığı düşünülmektedir. Görüntülerden de anlaşılaçağı üzere sinterleme sıcaklığı arttıkça toz taneleri arasındaki bileşiğin oluşum oranının arttığı ve gittikçe mukavemetli bir yapı oluştuğı görölmektedir. Ancak Şekil 3.30.c.’de göröldüğü gibi bir önceki sıcaklığa göre kopma yüzeyinin gevrek kırılma gösterdiği görölmüştür. Bu durum 850°C’de oluşan segregasyonlardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Sonuç olarak sinterleme sıcaklığının artışının malzemenin taneler arası boyun oluşumunun boyutsal oranını arttırdığı ve bununla kırılmayı zorlaştırdığı gözlenmiştir.

3.7. XRD İncelenmesi

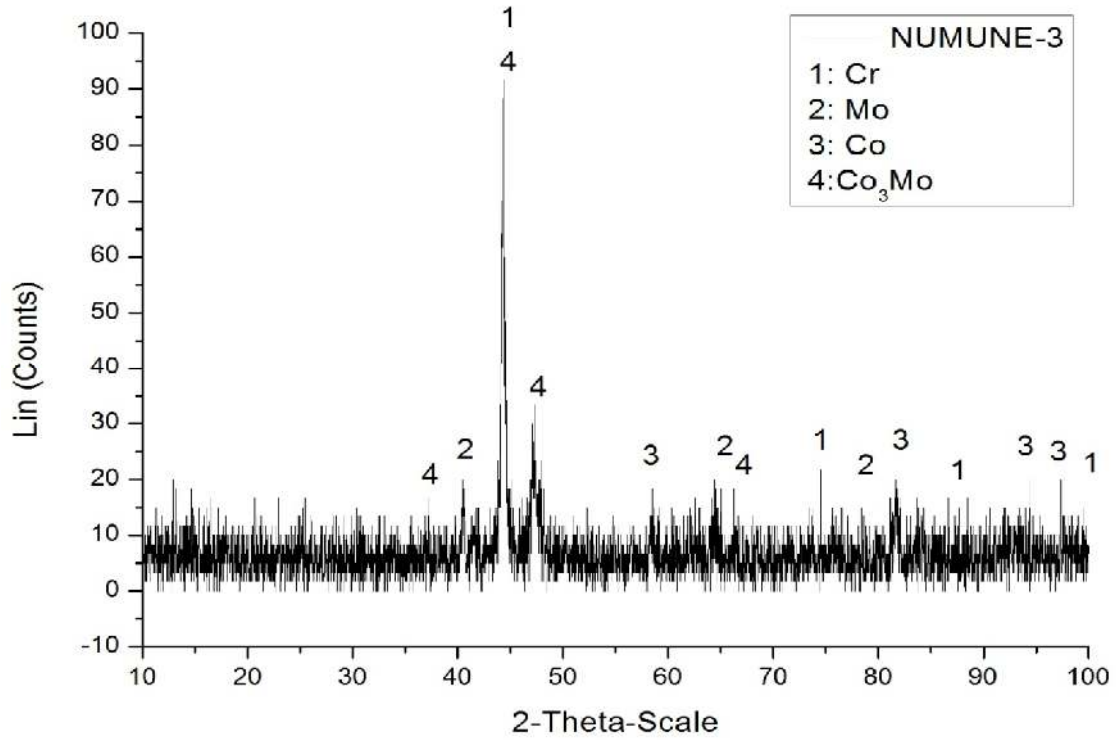
Her numunenin XRD incelenmesi grafikleri ayrı ayrı verilmiştir. 1-4 nolu numunelerin analiz sonuçları aşağıdaki şekillerde verilmiştir.



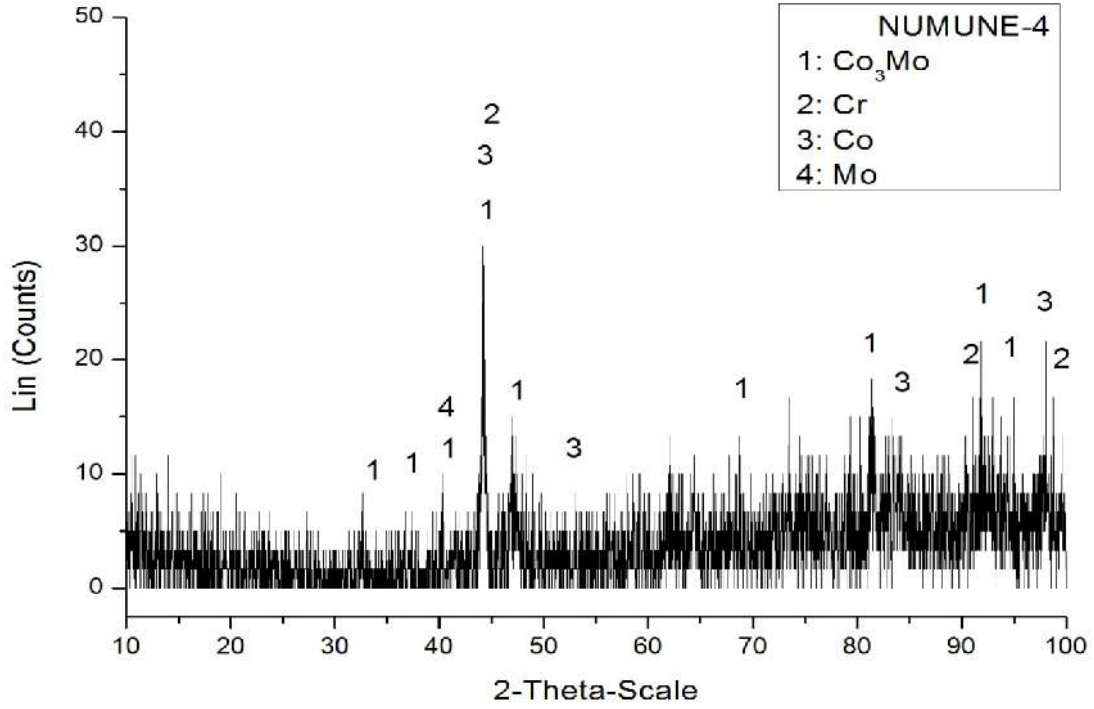
Şekil 3.31. 1 nolu numunenin XRD analizi



Şekil 3.32. 2 nolu numunenin XRD analizi



Şekil 3.33. 3 nolu numunenin XRD analizi



Şekil 3.34. 4 nolu Numunenin XRD analizi

XRD analizleri incelendiğinde yapıda Co, Cr, Mo, Co_2Mo_3 , Co_3Mo bileşik ve elementleri tesbit edilmiştir. Şekil 3.29’ da Co-Mo ikili denge diyagramına bakıldığında Co’ın Mo’e afinitesi olduğu ve çok sayıda değişik fazlarda bileşikler oluşturdıkları görülebilmektedir. XRD sonuçlarımıza baktığımızda Co ve Mo arasında değişik bileşikler olduğu tesbit edilmektedir. Bu sonucun Co’ın Mo’e olan afinitesinden ve Mo’in yüksek çözünürlük kabiliyetinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca Co, Cr, Mo yapıda elementel halde tesbit edilmiştir. Cr’ un ergime sıcaklığı çok yüksek olduğundan bileşik oluşturabilmek için gerekli sinterleme sıcaklığının oluşmamasından dolayı yapıda tamamen elementel halde tebit edilmiştir.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada CoCrMo toz alaşımı farklı sinterleme sıcaklıkları uygulanarak üretilen numunelerin mikroyapı ve bazı mekanik özellikleri incelenmiştir. Numunelerden SEM görüntüleri, EDX ve EDS analizleri, optik görüntüler, kırık yüzey görüntüleri alınmış ve yoğunluk, eğme, mikrosertlik gibi bazı mekanik testlere tabi tutulmuştur. Yapılan araştırma ve incelemelerden aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1. Toz metalurjisi yönteminde tozların büyüklükleri ve şekilleri imalat parametreleri için çok önemlidir. Çalışmada kulan tozlar su atomizasyonu yöntemiyle üretilmiş olup Co ve Cr tozları 40 μ m (-325 mesh) büyüklükte ve % 99,5 saflık derecesindedir; Mo tozu ise 3-7 μ m büyüklüğünde ve % 99,9 saflıktadır. Yapılan incelemeler sonucunda tozlarımızın şekil, büyüklük ve saflık derecelerinin yeterli oldukları sonucuna varılmıştır.
2. Yoğunluk incelemelerinde; Toz metalurjisinde sıcak presleme tekniğiyle ürettiğimiz numunelerin yoğunluk derecelerinin % 86,97 oranına ulaştığı görülmektedir. Bu da numunelerimizin teorik yoğunluk değerlerine yaklaştığı anlamına gelmektedir. Ölçülen yoğunluk değeri en fazla olan numunemiz 4 nolu numunedir. Ölçülen yoğunluk değeri en az olan numune ise 1 nolu numunedir. 900 °C’ de üretilen 4 nolu numunemizin en fazla teorik yoğunluk değerine yaklaştığı görülmektedir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça yoğunluk değerlerinde artış ve gözeneklilik değerlerinde azalma gözlenmektedir. Ancak 3 nolu numunede 850 °C sıcaklığın ikili faz diyagramda yapraksı bölgeye denk geldiği için bileşik karakterli bir yapı oluşumu olduğu düşünüldüğünden dolayı yoğunluk oranında düşüş gözlenmiştir.
3. Mikrosertlik ölçüm deneylerinde; 750 °C’de 101 MPa iken, 800 °C’de 121 MPa, 850 °C’de 171 MPa ve 900 °C’de 204 MPa Vickers sertlik değerleri elde edilmiştir. Referans sıcaklığımız olan 750 °C deki mikrosertlik değerimizle en yüksek sinterleme sıcaklığımız olan 900 °C’ deki mikrosertlik değerleri arasında iki kattan fazla bir artış gözlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte malzemenin mukavemetinde ve sertliğinde artış olacağı düşünülmektedir. Çünkü sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte katı hal sinterlemesinden dolayı taneler arası boyun

oluşum oranlarında artış olacağı ve bu artışın mikrosertlik değerlerinde doğrusal olarak artış olmasını sağlayacağı düşünülmektedir.

4. 3 noktalı eğme deneyi sonuçlarında; Sinterleme sıcaklığının artmasıyla birlikte maksimum kuvvet oranlarında da doğrusal olarak artışlar gözlenmiştir. Ancak 3 nolu numunenin maksimum kuvvet değerinde iki nolu numuneye göre düşüş gözlenmiştir. Co-Cr ikili denge diyagramı incelendiğinde 850 °C çift faz bölgesine denk geldiği ve bu bölgede segregasyonlardan dolayı malzemenin gevrekleştiği dolayısıyla eğme kuvveti ve sehim oluşumunun düşük olduğu gözlenmiştir. Bundan dolayı 3 nolu numunenin maksimum kuvvetinde iki nolu numuneye göre düşüş gözlenmiştir. Numunelerin kırılma uzaması oranları ise referans numuneye göre doğrusal ve oransal olarak yaklaşık aynı oranlarda artışlar göstermiştir. Bu sonuçlar literatürleri destekler niteliktedir. Sonuçlar imalat işlemimizin istenilen özelliklerde gerçekleştiğini göstermektedir.
5. 100 büyütmede parlatılmış ancak dağlanmamış numunelerin alınan görüntülerinden elde edilen sonuçlar incelendiğinde; gözeneğin tipi, dağılımı, şekli ve büyüklüğünün T/M parçalarının mekanik ve mikroyapı özellikleri üzerinde etkilere sahip olduğunu göstermiştir. 1 nolu referans numunemizdeki gözenek oranının en fazla olduğu gözlenmektedir. 1 nolu numunedeki gözeneklerin çapı daha büyük, keskin köşeli ve düzensiz oldukları gözlenmiştir. Artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte gözeneklilik oranının düştüğü, gözenek çaplarının küçüldüğü ve gözenek dağılımındaki düzensizliğin azaldığı gözlenmiştir.
6. CoCrMo tozları sıcak presleme öncesi toz hali ve sıcak preslendikten sonraki SEM, EDS ve EDX görüntüleri incelendiğinde; CoCrMo toz alaşımının homojen bir şekilde oluştuğu gözlenmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde genel itibariyle sinterleme işleminin başarıyla gerçekleştirildiği görülmektedir. Artan sıcaklıkla birlikte mikrogözeneklilik oranının azaldığı ve taneler arası boyun oluşumlarının arttığı gözlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının ergime sıcaklığının altında tutulmasından dolayı ve mevcut sinterleme sıcaklıklarının Cr' un ergime sıcaklığının çok altında olmasından dolayı Cr'un Co ve Mo ile hiç bileşik oluşturmadığı ve Mo'denin Co'a olan bileşik oluşturma afinitesinden dolayı Co ve

Mo arasında bileşikler oluşmuştuğu gözlenmiştir. Artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte bileşik ve boyun oluşum oranlarının arttığı gözlenmiştir. Cr'un tane yapıları büyük, köşeleri keskin olduğundan ve bileşik oluşturma isteksizliğinden dolayı mikrogözeneklerin oluşmasına neden olduğu ve taneler arası boyun oluşum oranını düşürdüğü düşünülmektedir. Artan sıcaklıkla birlikte taneler arası boyun, bileşik oluşumu oranının arttığı ve mikrogözeneklilik oranının ise azaldığı gözlenmektedir.

7. Eğme deneyi sonucunda oluşan kırık yüzeylerin SEM görüntüleri incelendiğinde; kırık yüzeylerin oluşumunun tane sınırlarından ve tozlar arası oluşan boyunların kopmalarından kaynaklandığı görülmektedir. Co çok iyi bir bağlayıcı elementtir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte Co, kendisine afinitesi olan Mo ile aralarında oluşan boyunların boyutsal oranının arttığı düşünülmektedir. Tozlar arası artan boyun oluşumları malzemeyi gittikçe mukavemetlendirdiği ve taneler arası kopmayı zorlaştırdığı düşünülmektedir. Alınan görüntüler incelendiğinde kırık yüzeylerin oluşumunun tane sınırlarından ve taneler arası oluşan boyunların kırılmalarından meydana geldiği gözlenmektedir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte tanelerde kesmeler sonucu kırılmaların gerçekleştiği gözlenmiştir. Kesme şeklindeki kırılmaların artışının, sinterleme sıcaklığının artışı sonucunda taneler arası boyun ve bileşik oluşum oranının artışından kaynaklandığı düşünülmektedir.
8. XRD analizleri incelendiğinde; Co ve Mo arasında bileşikler oluşumu gözlenmiş ancak Cr ile herhangi bir element arasında bileşik gözlenmemiştir. XRD analizleri incelendiğinde yapıda Co, Cr, Mo, Co_2Mo_3 , Co_3Mo bileşik ve elementleri tesbit edilmiştir. XRD sonuçlarımıza baktığımızda Co ve Mo arasında değişik bileşikler oluştuğu görülmektedir. Bu sonucun Co'nun Mo'ye olan afinitesinden ve Mo'nin yüksek çözünürlük kabiliyetinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca Co, Cr, Mo yapıda elementel halde tesbit edilmiştir. Cr' un ergime sıcaklığı çok yüksek olduğundan bileşik oluşturabilmek için gerekli sinterleme sıcaklığının oluşmamasından dolayı yapıda tamamen elementel halde tebit edilmiştir.

9. Bu çalışmada; Sıcak presleme tekniğiyle farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen CoCrMo toz alaşımları 900 °C'deki sinterleme sıcaklığında en iyi mikroyapı ve mekanik özelliklere sahip olduğu görülmektedir.

5. ÖNERİLER

- %67,5 Co, %27,5 Cr, % 5 Mo oranında alaşımlandırılmış ve 800 °C’de sinterlenerek sıcak presleme tekniği uygulanarak imal edilen numuneler için farklı sinterleme süreleri uygulanarak en uygun sinterleme süresi belirlenebilir.
- Aynı sinterleme sıcaklıkları oranlarda alaşımlandırılan Co-Cr-Mo tozlarına uygulanarak korozyon dirençleri araştırılabilir.
- Sıcak presleme tekniğiyle imal edilmiş 4 nolu numune uygun boyutlarda ve ölçülerde imal edilip biyouyumluluğu denenebilir.
- Numunelerin aşınma dirençleri ölçülüp uygun abrasif ve adheziv aşınma ortamları oluşturularak aşındırılmaları sonucunda aşınma mukavemetleri ve aşınmaya en çok dirençli alaşım elementleri belirlenebilir.
- Aynı koşullarda izostatik sıcak presleme tekniği uygulanarak imalat işlemi sonrasında elde edilen mikroyapı ve mekanik özellik verileri sıcak presleme yöntemiyle kıyaslanabilir.
- Ni, Ti, Al ... gibi farklı biyouyumlu elementler alaşıma takviye edilerek hangi oranlarda en iyi mekanik ve mikroyapı özelliklerinin elde edildiği araştırılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] **Aydın, R.**, 1997, T/M Çelik Parçalarda Isıl İşlemlerin Mekanik Özelliklere Etkisi,
- [2] **Kaya, G.**, 1999, Mechanical Properties Of Pm Al-SiC Compozites Produced By Conventional Hot Pressing Method. Ortadoğu Teknik üniversitesi, Y.Lisans Tezi, 81s, Ankara.
- [3] **Hiçyılmaz, N.**, 1999, Toz Metalurjisi Yöntemleri ile Elde Edilen Seramik Tanecik Destekli Alüminyum Esaslı Kompozit Malzemelerin Aşınma Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [4] **Yavuz, N., Güner, R.**, 2002, Demir Esaslı Toz Metal Parçaların Elektrik Direnç Kaynağından Optimum Kaynak Şartlarının Belirlenmesi, Uludağ Üniversitesi Mühendislik- Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt 7, Sayı 1, S. 221-228.
- [5] **Anık, S., Dikicioğlu, A.,Vural, M.**, 1999, İmal Usulleri, İ.T.Ü. Makina Fakültesi, İstanbul.
- [6] **Kayış V.**, 2005, Kısmi ve Ön Alaşımli Demir Tozları İçerisine Katılan B ve FeB ilavelerin sinterleme davranışları ve mekanik özelliklere etkisi. y.lisans tezi.
- [7] **Onur, A.**, 1996, Yağ Atomizasyonu Yöntemiyle Metal Tozu Üretiminin İncelenmesi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon.
- [8] www.turktoz.gazi.edu.tr/makale.htm. 11 Aralık 2010.
- [9] **Turan, P.**, 2002, W-Ni-B ve W-Ni Ağır Alaşımlarının Karşılaştırmalı Sinterleme Davranışları, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- [10] **Pavlovic, M.,G., Pavlovic, Lj., J., Ivanovic, E., R., Radmilovic, V., Popov, K., I.**, 2001, The Effect of Particle Structure on Apparent Density of Electrolytic Copper Powder, J. Serb. Chem. Soc. 66 (11-12)923.
- [11] **German, R., M.**, 2005, Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing.
- [12] **Aydın, M., Yetgin,H.**, 2006, MMK Üretiminde Farklı Tasarımlardaki Karıştırıcıların Etkisinin Araştırılması , Teknoloji, Cilt 9, Sayı 1, 39-46.
- [13] **Hatman, A., Karagöz, Ş.**, 1993, 7. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi “Su atomize CuZn42 alaşımı tozu üretimi ve su basıncının toz özelliklerine etkileri”, s. 553-565, Ankara.
- [14] www.metal-powder.net, 11 Aralık 2010.

- [15] **Lenel, F., V.**, 1980, Powder Metallurgy Principles and Application.
- [16] www.mpif.org/apmi/doc4.htm.11 Aralık 2010.
- [17] **Lawley, A.**, 1992, Atomization The Production of Metal Powders.
- [18] **Höganäs - A.B.**, 1996, Höganäs handbook for machining guidelines.
- [19] **Li, Y. Y., Ngai T.L., Zhang, D.T., Long, Y., Xia, W.**, 2002, Effect of die wall lubrication on warm compaction powder metallurgy, Journal of Materials Processing.
- [20] **Hiçyılmaz N.**, 1999, Toz Metalurjisi Yöntemi İle Elde Edilen Seramik Tanecik Destekleyicili Al Esaslı Kompozit Malzemelerin Aşınma Özellikleri, Gazi Üniversitesi, Y.Lisans Tezi, 137s, Ankara.
- [21] **ASM Handbook. Powder Metallurgy. 9th Edition**, Vol. 7. America.
- [22] **Kaya, G.**, 1999, Mechanical Properties of Pm Al-SiC Composites Produced By Conventional Hot Pressing Method. Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Y.Lisans Tezi, 81s, Ankara.
- [23] **Gülsoy, Ö.**, 1999, Toz Metalurjisi ile Üretilen Demir Esaslı Yapısal Parçaların Mekanik Özellikleri, Master Tezi, Marmara Üniv.
- [24] **Bakan, H.**, 1999, Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretilen Cu-%25Cr Elektrik Kontak Malzemesinin Sinterleme Davranışlarının incelenmesi, Doktora Tezi., İ.T.Ü.
- [25] **Gülsoy, Ö.**, 2003, Paslanmaz Çeliklere Katılan İki Tip Bor ilavesinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi”, Doktora Tezi, Marmara Üniv.
- [26] **Bakan, H.**, 1999, Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretilen Cu-%25Cr Elektrik Kontak Malzemesinin Sinterleme Davranışlarının incelenmesi., Doktora Tezi., İ.T.Ü.
- [27] **German, R. M.**, 1985, Liquid Phase Sintering, Plenum Press, New York.
- [28] **Gessinger, G. H., Fischmeister, H. F., Lukas H. L.**, 1973, A Model for Second Stage Liquid Phase Sintering with a Partially Wetting Liquid, Acta Met., 21, pp. 715-724.
- [29] **Niemi, A. N., Baxa, L. E., Lee, J. K. and Courtney, T. H.**, 1981, Coalescence Phenomena in Liquid Phase Sintering- Conditions and Effects on.
- [30] **Thümmel, F. and Oberacker, R.**, 1993, Introduction to Powder Metallurgy. The Institute of Materials, London.

- [31] **Arslan, F.**, 1996, Sıvı Faz Sinterlemesi I. Ulusal Toz Metalurjisi Sempozyumu, Gazi Univ. Ankara, Eylül 16-17, s. 551-558.
- [32] **German, R.M.**, 1994, Powder Metallurgy Science (second edition), MPIF, Princeton, New Jersey, 1 - 878954 - 42 - 3.
- [33] **Ataş, A., Yusufoglu, I., Oktay, E.**, 2001, Otomobil Parçalarının Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi, I. Demir - Çelik Sempozyumu Bildiriler Kitabı, K. Ereğli / Zonguldak, 721 - 729.
- [34] www.turkishpm.org .28 Kasım 2010.
- [35] **Höganäs - A.B.**, 1996, Chapter 6- Sintering.
- [36] **Aydın, Ş.**, 1997, Toz metalurjisi Yöntemleri ile Elde Edilen Seramik Tanecik Destekli Alüminyum Esaslı Kompozit Malzemelerin Mekanik Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [37] **Ayhan, H.**, 2002, Biyomalzemeler, Hacettepe Üniversitesi, Bilim Teknik Dergisi, 17 s.
- [38] **Kurgan, N.**, 2005, "T/M Paslanmaz Çelik İmplantların Üretimi Ve Teknolojik Özellikleri Üzerine Bir Araştırma", Doktora Tezi, C. B. Ü. Fen Bil. Enst., Manisa.
- [39] **Gümüşderelioğlu, M.**, "Biyomalzemeler", Bilim ve Teknik Dergisi, Temmuz 2002 Sayısı, s. 2-4, 23, TÜBİTAK.
- [40] **Akdoğan, G., Sarıtaş, S.**, 2002, "Toz Metalurjisinin Biyomalzemelerin Gelişimindeki Katkısı", 3rd International Powder Metallurgy Conference, September 4-8, Turkish Powder Metallurgy Association, Gazi University, Ankara, pp. 1244-1262, TURKEY.
- [41] **Dabrowski, J. R., Oksiuta Z.**, 2000, "Poros Implantation Material from Vitalium Alloy Powder", Material Engineering, No:4, pp.174-178.
- [42] **Pilliar, R. M.**, 1998, "P/M Processing Of Surgical Implants: Sintered Porous Surfaces For Tissue-To-Implant Fixation", The International Journal Of Powder Metallurgy, Volume 34, No.8, pp. 33-45, APMI International.
- [43] **Andersen, P. J.**, 1982, "Medical and Dental Applications", Journal of Powder System and Applications, pp. 657-663.
- [44] **Hill, D.**, 1998, "Design Engineering of Biomaterials for Medical Devices", John Willey and Sons Ltd, pp. 24-32, New York.
- [45] Anonymous, "Bio Implant Materials", www.directessays.com. 10 Kasım 2010.

- [46] **Akdogan G., Saritas S., Koç T.**, 1999, “Ortopedide Kullanılan Biyomalzemeler ve Özellikleri”,Biyomedikal Mühendisliği Ulusal Toplantısı (Biyomut 99), İstanbul.
- [47] **Black, J.**, 1999, Biological Performance of Materials: Fundamentals of Biocompatibility, Third Edition, Marcel Dekker, New York/USA.
- [48] **Delore Stellite Ltd.**, 1971, The Properties of Delore-Stellite Alloys, United Kingdom.
- [49] **Semlitsch, M.**, 1972, Implant metals for plates, screws and artificial joints in bone surgery, Sulzer Tech. Rev., Vol.54, 245 p.
- [50] **Dabrowski, J. R., Oksiuta Z.**, 2000, "Poros Implantation Material from Vitalium Alloy Powder", Material Engineering, No:4, pp.174-178.
- [51] **Black J.**, 1988, Corrosion, degradation. Orthopedic biomaterials in research, practice. New York, Churchill, Livingstone. p. 235–66.
- [52] **F.M. Yang, X.F. Sun, H.R. Guan, Z.Q. Hu.**, 2003, On the low cycle fatigue deformation of K40S cobalt-base superalloy at elevated temperature Materials Letters 57 pp.2823– 2828.
- [53] **Pilliar, R. M.**, 1998, "P/M Processing Of Surgical Implants: Sintered Porous Surfaces For Tissue-To-Implant Fixation", The International Journal Of Powder Metallurgy, Volume 34, No.8, pp. 33-45, APMI International.
- [54] **Kaya, G.**, 1999, Mechanical Properties of Pm Al-SiC Compozites Produced By Conventional Hot Pressing Method. Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Y.Lisans Tezi, 81s, Ankara.
- [55] **Çelik, E.**, 2009, “Elmaslı kesici takımlarda alternatif bağlayıcılar”, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji Eğitimi Anabilim Dalı, Doktora Tezi, s. 16-17.
- [56] **Gülsoy, Ö.**, 1999, “Toz Metalurjisi ile Üretilen Demir Esaslı Yapısal Parçaların Mekanik Özellikleri”, Master Tezi, Marmara Üniv.
- [57] **Çelik, E.**, 2009, “Elmaslı kesici takımlarda alternatif bağlayıcılar”, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji Eğitimi Anabilim Dalı, Doktora Tezi, s. 44- 47.
- [58] **Kayış, V.**, 2005, “Kısmi Ve Ön Alaşımli Demir Tozları İçerisine Katılan B Ve Fe İlavelerin Sinterleme Davranışları Ve Mekanik Özelliklere Etkisi” Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniv.
- [59] www.njortho.com, 13 Aralık 2010.

- [60] http://mf.dpu.edu.tr/~runal/toz/tozuretimi/powder_product.html. 2 Ocak 2011.
- [61] <http://web.sakarya.edu.tr/~aokurt/dersler/tozuretim.htm>. 5 Aralık 2010
- [62] **Tunay, R.F., Vural R., Yılmaz S.S.**, 2002, Borlamanın T/M Çelik Parçaların Mekanik Özelliklere Etkisi, Gazi Üniversitesi 3. Uluslararası Toz Sempozyumu, Ankara, 1221- 1228.
- [63] **Klar, E., and Fesko, J.W.**, 1984, Production of metal powders, Metals Handbook, 9th ed. Vol. 7, Powder Metallurgy, 25 – 51, Ohio.
- [64] **ASM Metals Handbook Volume-7.**, 1998, Powder Metal Technologies and Application., pp. 90.
- [65] **Somunkıran İ.**, 2006, “Kobalt Esaslı Alasımların Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi, Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklerinin Arastırılması” Doktora Tezi, s.138.
- [66] **ASM Metals Handbook Volume-3.**, 1998, Alloys Phase Diagrams., pp.635-649.
- [67] **ASTM B528 – 10**, 2004., “Standard Test Method for Transverse Rupture Strength of Metal Powder Specimens.”
- [68] <http://www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm>. 7 Şubat 2011.

ÖZ GEÇMİŞ

1985 Elazığ/Baskil doğumlu Ahmet BALIN ortaöğrenimini 2002 yılında Malatya’da tamamladı. 2004 yılında Fırat Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü Metal Öğretmenliği Programı’na kayıt yaptırdı ve 2008 yılında bu bölümden mezun oldu. 2008 yılında Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji Eğitimi Ana Bilim Dalında yüksek lisans eğitimine başladı ve tez sunumu aşamasındadır. Toz metalurjisi, sıcak presleme ve biyomalzeme üzerine çalışmaları bulunmaktadır.