4th International conference on materials science and nanotechnology for next generation (MSNG2017)

Investigation of Sinterbonding of Cu and Fe Couple Produced by Powder Metallurgy Method

Adem Kurt, Hatice Avcı ve İrem Burcu Algan

E-mail:ademkurt@gazi.edu.tr,avcihtc@gmail.com, irembalgan@gazi.edu.tr

In this work, the sinterability of Fe and Cu powders in commercial purity was investigated. The mold be filled with firstly Cu and then Fe powders .and pressed at 106 MPa under unidirectional pressing. The pressed samples were sintered in a conventional sintering furnace at 800 degrees C for 45 minutes in an Ar atmosphere, and 15 minutes in an unprotected atmosphere in a sintering furnace in a microwave. And sintered in an induction furnace. The gren and sintered densities of the samples were determined.

Microstructures and microhardenes value measured and investigated on both sides from Fe and Cu interface. In addition, interface strengths of sintered specimens were measured by shear test. The maximum shear strength was measured 55 MPa in classical sintering, 27 MPa in microwave sintering, and 12 MPa in the lowest induction sintering.

Keywords:Sinter bonding, powder metallurgy, microwave sintering and induction sintering.

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ Cu ve Fe ÇİFTİNİN SİNTERLEME BAĞLANABİLİRLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Bu çalışmada ticari saflıktaki Fe ve Cu malzemeler tek yönlü preste önce Cu ve sonra Fe tozları kalıba doldurularak 1061MPa basınçta preslendiler. Preslenen numuneler klasik sinterleme fırınında 800 derecede Ar atmosferinde 45 dk., mikrodalga sinterleme fırınında korumasız atmosferde 15 dk. ve indüksiyon fırınında sinterlendiler. Ham ve sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları belirlendi.Sinterlenmiş numunelerin mikroyapıları incelenerek, arayüzeyden itibaren her iki tarafta mikrosertlik değerleri ölçüldü. Ayrıca sinterlenmişnumunlerinarayüzey dayanımları kesme testi ile ölçüldü.Kesme mukavemeti en yüksek klasik Sinterlemede 55 MPa, sonra mikrodalga sinterleme de 27 MPa ve en düşük indüksiyon sinterleme de 12 MPa ölçüldü.

Anahtar Kelimeler: Sintelenebilirlik, toz metalürjisi, mikrodalga ve indüksiyon sinterleme

1. GİRİŞ

Toz Metalurjisi (TM), tozlarının üretildiği ve bu tozların farklı aşamalardan geçirilerek faydalı mühendislik malzemelerine dönüştürüldüğü bir imalat yöntemidir. Geleneksel imalat yöntemlerine göre malzeme ve enerji tasarrufu, teorik yoğunluğa yakın malzeme elde edilebilmesi gibi avantajlara sahiptir. Toz Metalurjisinde ilk aşama tozların üretimidir. Farklı yöntemlerle elde edilen tozlardan istenilen şekillerde parçalar farklı presleme yöntemleri kullanılarak üretilir. Ancak presleme sonrası elde edilen dayanım ve yoğunluk parçanın kullanımına uygun olmadığı için ayrıca presleme sonrası sinterleme işlemi uygulanır. Sinterleme işleminde, presleme aşamasında birbirine temas ettirilen parçacıkların yüksek sıcaklıklara çıkarılarak birbirine bağlanması sağlanır. Sinterleme, ergime sıcaklığının altında katı hal atom hareketleriyle olabileceği gibi, ergime sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda sıvı faz oluşumu şeklinde de gerçekleştirilebilir.

Klasik sinterleme yönteminin yanı sıra mikrodalga sinterleme, lazer sinterleme, indüksiyonla sinterleme ve spark plazma sinterleme gibi hızlı sinterleme yöntemleri de klasik sinterleme yöntemlerine alternatif olarak kullanılmaktadır.

Spark plazma sinterleme (SPS), toz parçacıkları arasındaki boşlukları elektrik enerjisi ile şarj ederek ve yüksek sıcaklıklarda anlık olarak üretilen spark plazmaların etkli bir şekilde uygulanmasıyla düşük sıcaklıklarda ve kısa sürelerde sinterlemeyi ve sinter-bağlanmayı mümkün kılan yeni geliştirilen bir sentez ve proses tekniğidir. Kendiliğinden gerçekleşen yüksek sıcaklık sentezi ve mikrodalga sinterlemeye benzer olarak, tozun içeriden ve kendiliğinden ısınmasını sağlamakta ve hızlı sinterleme yöntemi olarak kabul edilmektedir. SPS sisteminin sıcak pres ve sıcak izostatik pres gibi geleneksel sinterleme yöntemlerine göre proses kolaylığı, enerji ve sinterleme sıcaklığının tam kontrolü, yüksek verimlilik, güvenilirlik ve güvenlik gibi avantajları bulunmaktadır [1].

Bir diğer hızlı sinterleme yöntemi de lazer sinterlemedir. Yüksek güçlü lazerler tozları sinterleyebilir ve hatta ergitebilir. Lazer ışığı bilgisayarla desteklendiği zaman serbest şekilli parça üretimi ve hızlı prototipleme için kullanılmaktadır [2].

İndüksiyonla sinterleme, bileşenlerin hızlı ısınması ve sinterleme süresinin klasik fırınlardaki sinterleme süresinden daha düşük olması nedeniyle büyük zaman ve enerji tasarrufu sağlar. Bu nedenle indüksiyonla sinterleme klasik sinterleme için önemli bir alternatiftir[3].

İndüksiyon sisteminin en önemli özelliği hızlı ısınma gerçekleştirmesidir. Genel olarak malzemelerin yüzeylerini ısıtmada kullanılır. İşlem görecek malzemeyi bir seferde ısıtır. İndüksiyonla sinterleme, değişken akım taşıyan iletken bobin ile sağlanır. Bobinde oluşan akım, toz malzeme içinde girdap akıma neden olan manyetik alanı oluşturur. Bobin genellikle

bakırdan meydana gelir. İçerisinden soğutma suyu geçer. İndüksiyonla sinterleme yönteminde kullanılan frekans 50 Hz ile 50 kHz arasında olabilir [4].

Mikrodalgalar, yaklaşık 1 mm ile 1 m arası alga boylarına ve 300 GHz ile 300 MHz frekanslara sahip elektromanyetik radyasyonlardır[5]. Mikrodalga enerji 50 yılı aşkın bir süredir çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu uygulamalar iletişim, gıda işleme, ahşap kurutma, kauçuk vulkanizasyonu, medikal terapi ve polimerler vb. Mikrodalga enerji son 20 yıldır da seramik malzemeleri ısıtma ve sinterleme de etkili ve verimli bir şekilde uygulanmaktadır[6].

Mikrodalga enerjinin metallerin ısıtılmasında/sinterlenmesinde kullanılmasıyla ilgili çalışmalar yanlış kanı dolayı gecikmiştir. Bu yanlış kanı, tüm metallerin mikrodalgaları yansıtacağı ya da plazma oluşumuna neden olacağı bu nedenle mikrodalgaların sınırlı nüfuziyetinden dolayı yüzey ısıtması dışında ısıtılamayacağının düşünülmesidir. Ancak, toz şeklindeki metallerin mikrodalgaları absorbe edebileceği kanıtlanmıştır[5].

Klasik yöntemlerin aksine, mikrodalga ısıtma durumunda, elektromanyetik enerji, mikrodalga-madde bağlanması ve derin nüfuziyet sebebiyle bütün olarak absorbe edilir (Ayrıca hacimsel ısıtma olarak da bilinir). Ve daha sonra dielelektrik (seramiklerde), manyetik geçirgenlik/girdap akıntıları(metaller) kayıp mekanizmaları sayesinde ısıya dönüştürülür. Mikrodalga işleminde hacimsel ısıtma nedeniyle birçok malzemenin geleneksel yöntemlerde gerekli olandan daha düşük bir sıcaklıkta ve daha kısa sürede sinterlenmesi mümkündür[6].

2. DENEYSEL YÖNTEM

Bu çalışmada ortalama 60 mikron boyutunda Fe ve Cu tozları kullanılmıştır. Fe ve Cu tozları 12 mm çapında yaklaşık 12 mm boyunda silindirik olarak 1061 MPa basınçta preslenmişlerdir. Preslenen numunelerin ham yoğunlukları ölçülerek daha sonra klasik sinter fırınında 800 ^{o}C sıcaklıkta 45 dk.süre ile mikrodalga sinterleme fırınında 800 ^{o}C de 15 dk.ve indüksiyon akımında 800^{o}Cde 1dk sürelerde sinterlenmişlerdir. Sinterlenmiş numunelerin sinterleme sonrası yoğunlukları belirlenerek sinterleme yöntemlerinin yoğunlaşmaya etkileri belirlenmiştir. Sinterlenmiş numunelere makaslama kesme testi uygulanarak sinter yönteminin kesme dayanımına etkisi tespit edilmiştir.

Ayrıca mikroyapları fotoğraflanarak sinterleme yöntemlerinin mikroyapısal değişime etkileri yorumlanmıştır. Numunelere uygulanan sinterleme parametreleri Tablo 1'de verilmiştir.Daha sonra sinterlenmiş numunelere mikroyapı, mikrosertlik ve kesme testi uygulanarak sinterleme yönteminin etkileri incelenmiştir.

Tablo 1.Sinterleme deney parametreleri

Sinterleme Yöntemi	Sıcaklık (^{o}C)	Süre (dk)
Mikrodalga	800	15
Klasik	800	45 (Ar atmosferi)
İndüksiyon	800	1

3.SONUÇLAR VE TARTIŞMA

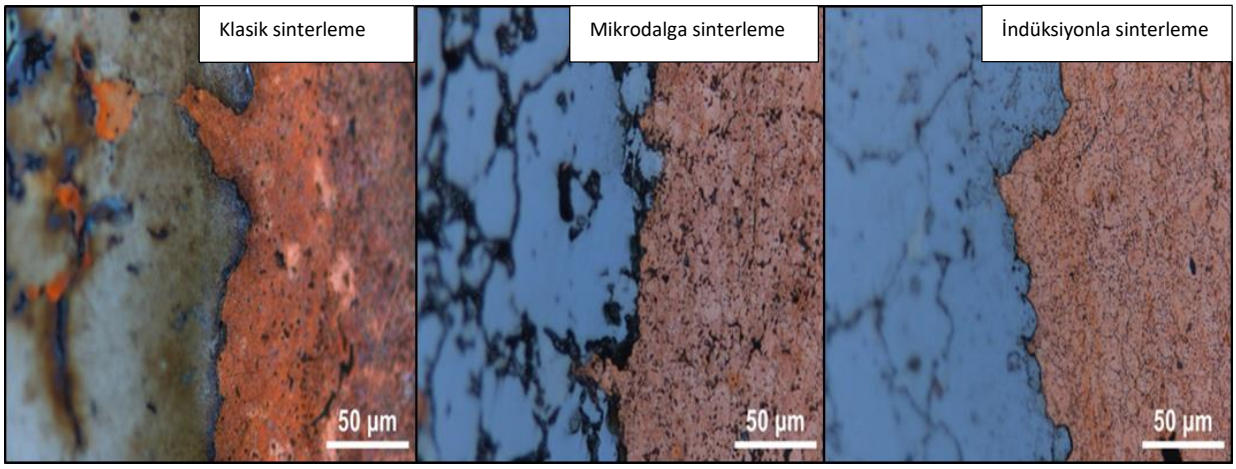
1061 MPa basınçta preslenen demir ve bakır numunelerin ham ve sinterlenmiş yoğunlukları

Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Sinterleme yöntemlerinin sinterlenmiş yoğunluklara etkisi.

Sinterleme Yöntemi	Teorik Yoğunluğu (g/cm³)	Ham yoğunluk (g/cm³)	Sinterlenmiş Yoğunluk (g/cm³)	% Yoğunluk
Klasik	8,41	7,83	7,36	87,51
Mikrodalga	8,41	7,83	7,39	87,87
İndüksiyon	8,41	7,83	7,23	85,96

Teorik yoğunlukları bakır ve demirin teorik yoğunluklarının ortalaması alınarak hesaplanmış ve 8,41 g/cm³ olarak bulunmuştur. Preslenmiş numunelerin ham yoğunlukları 7,83 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. Bu teorik yoğunluğa % 93 yaklaşıldığı anlamına gelmektedir. Diğer bir ifadeyle % 93 ham yoğunluk elde edilmiştir. Her üç sinterleme yönteminde de Tablo 2' de görüldüğü gibi sinterlenmiş yoğunlukların ham yoğunluktan daha düşük olduğu görülmektedir. Klasik ve mikrodalga sinterlemede yaklaşık % 87,51sinterlenmiş yoğunluk elde edilirken, indüksiyon sinterlemede % 85,96sinterlenmiş yoğunluk elde edilmiştir. Sinterleme sırasında yoğunluğun artması beklenir. Genellikle sinterlenmiş yoğunluklar ham yoğunluklardan daha yüksek ölçülür. Buradaki sinterlenmiş yoğunlukların azalmasının nedeninin yüksek presleme basıncı olduğu düşünülmektedir. Çünkü, yüksek presleme basıncında gözenekler, kapalı gözenekler haline gelip gözenek içerisindeki hava kapalı gözeneklerde hapsolmaktadır. Ayrıca, yoğunlaşan toz kütle içerisinde yüksek basınca bağlı iç enerji daha yüksek olmaktadır. Sinterleme sırasında hacimsel büzülme yerine iç enerjinin yüksekliği ve gözeneklerdeki gazların genleşerek numunede hacimsel büyümeye yol açtıkları, hacimsel büyümenin de yoğunluk azalmasına sebep olduğu düşünülmektedir. Sinterlenerek bağ oluşumu ve buna bağlı olarak sinterlenmiş mukavemetin arttığı kesme testlerinden de anlaşılmaktadır. Şekil 1'de klasik, mikrodalga ve indüksiyon yöntemiyle sinterlenmiş numunelerin arayüzeyleri verilmiştir. Her üç yöntemde de demir ve bakır arayüzeyi belirgin bir şekilde görülmektedir. Ancak, mikrodalga sinterlenmiş numunede, tane sınırlarında gözeneklerin boyutlarının daha fazla olduğu, bakır tarafında küçük ve küresel şekilli gözeneklerin varlığı dikkat çekmektedir. İndüksiyon Sinterlemede her iki tarafta (demir ve bakır) daha homojen bir gözenek dağılımı olduğu görülmektedir.

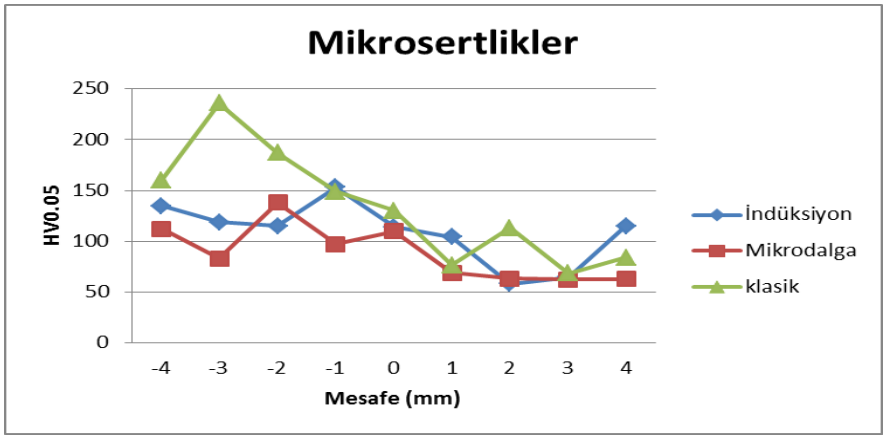


Şekil 1. Sinterlenmiş numunelerin mikroyapı görüntüleri a)Klasik sinterleme, b) Mikrodalga sinterleme, c) İndüksiyonla sinterleme

Sinterlenmiş numunelerin arayüzeylerinden bakır ve demir tarafına doğru mikrosertlik değerleri ölçülerek Tablo 3 ve Şekil 2'de verilmiştir. Demir ve bakır taraflarında sertlik değerleri sinterleme yöntemleriyle çok az değişiklikler göstermiştir. Ancak, arayüzeyden demir tarafına uzaklaştıkça sertliğin arttığı görülmektedir. Demir tarafında arayüzeye yaklaştıkça sertliğin azalması bakır tarafından demir tarafına bakır difüzyonunun sonucu gerçekleştiği düşünülmektedir. Benzer şekilde, bakır tarafından demir arayüzeyine yaklaşıldıkça sertliğin demir difüzyonunun sonucu arttığı anlaşılmaktadır.

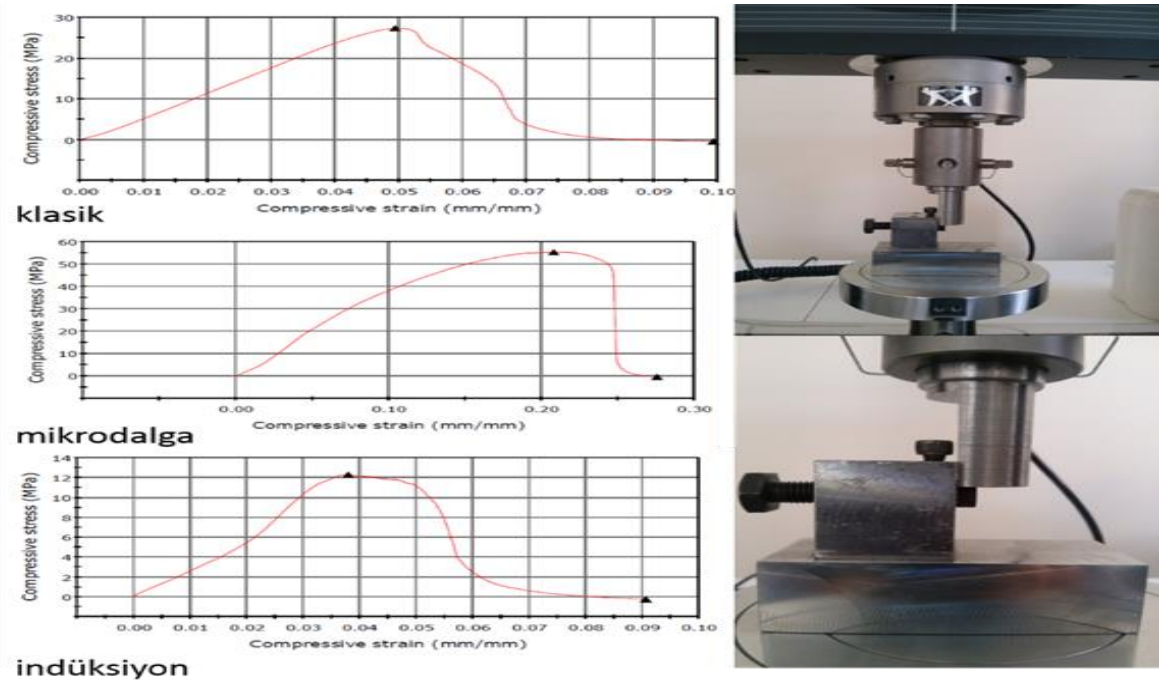
Tablo 3. Sinterleme yöntemlerine göre mikrosertlik değerleri.

	Klasik		Mikrodalga		İndüksiyon	
Analiz Noktaları	Fe	Cu	Fe	Cu	Fe	Cu
1	149	76.4	97	68.9	153	104
2	187	113	138	63.2	115	58.4
3	236	68.3	83.2	62.6	119	64.9
4	160	83.8	112	62.8	135	115
Arayüzey	130		110		114	



Şekil 2. Sinterleme yöntemlerinin mikrosertliğe etkisi.

Sinterlenmiş numunelere Şekil 3'teki tasarlanarak imal edilen çapraz kesme test cihazında demir bakır arayüzeyi çapraz kesme testine tabi tutularak sinterleme yönteminin arayüzeysinter bağlanmasına etkisi belirlenmiştir. En düşük arayüzey mukavemeti 12 MPa ile indüksiyonla sinterleme de, ikinci olarak 27 MPa ile mikrodalga sinterleme de ve en yüksek klasik sinterleme de 55 MPa olarak ölçülmüştür. Sinterleme yöntemlerinin, sinterleme hızları indüksiyonla sinterlemeden mikrodalga sinterlemeye doğru azalmaktadır. En uzun sinterleme süresine sahip klasik sinterleme de en yüksek kesme dayanımı elde edilirken, en düşük sinterleme süresine sahip indüksiyonla sinterleme de en düşük kesme dayanımları elde edilmiştir. Artan sinterleme süresinin kesme dayanımına olumlu etki ettiği anlaşılmaktadır. Yüksek mukavemetin gerekli olmadığı durumlarda mikrodalga ve indüksiyonla sinterleme gibi hızlı sinterleme yöntemlerinin kullanılabileceği anlaşılmaktadır.



Şekil 3. Sinterleme yöntemlerinin çapraz kesme dayanımına etkisi ve kesme test cihazının görüntüsü.

4.SONUÇLAR

Demir ve bakır tozlarının birlikte preslenereksinter bağlanmalarına, sinterleme yöntemlerinin etkisinin belirlenmesi amacıyla yapılan bu çalışmada aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Demir ve bakır tozları, aynı kalıp içerisinde birlikte preslenebilmişlerdir.

2. Sinterleme yöntemlerinin, sinterlenmiş yoğunlukları etkilediği görülmüştür. En yüksek yoğunluk% 87,7 ile mikrodalga sinterleme de, sırasıyla %87,5 ile klasik sinterleme de ve %85,96 ile indüksiyonla sinterleme de elde edilmiştir.

3. Birleşme arayüzeyinden demir tarafına bakır difüzyonu, bakır tarafına demir difüzyonu sonucu sertlik profilinin değiştiği görülmüştür. Demir tarafında arayüzeye yaklaşıldıkça bakır difüzyonu sonucu sertliğin azaldığı görülmüştür.

4. Sinter bağlanma arayüzeyi mukavemeti, sinterleme yöntemlerine göre farklılık gösterdiği görülmüş olup en düşük indüksiyonla sinterleme de 12 MPa, sonra mikrodalga sinterleme de 27 MPa ve klasik sinterleme de 55 MPa olarak ölçülmüştür. Sinterleme hızının bağ mukavemetini olumsuz etkilediği görülmüştür.

Kaynaklar

1) Tokita M.,Mechanism of SparkPlasmaSintering, SumitomoCoalMiningFactory, Kanagawa, Japan
2) Randall M. G., Editörler; Sarıtaş , S. , Türker, M. , Durlu, N. (2007).“Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri”, Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, Ankara,syf. 527.
3) Akpınar G., Çivi C. , Atik E.(2014).Investigation of inductionandclassical-sinteringeffects on powder-metal partswiththefinite-element method,MaterialsandTechnology 48(2), 305-312.
4) German Randal M. (1996). “Sinteringtheoryandpractice” The Pennsylvania StateUniversty Park, Pennsylvania, A willey – intersciencepublication, JonWiley&Sons, INC., USA,pp. 313-362, 373-400, 403-420,
5) Agrawal D.(2006).Microwavesintering of metal powders, Advenced in PowderMetallurgy,Woodhead Publishing Limited.
6) AgrawalD.(2006).Microwavesintering, brazingandmelting of metallicmaterials, International Symposium Advanced processing of metalsandmaterials, volume 4, syf. 183-192.