Gözenekli metalik malzeme üretiminde gözenek oranı ve küresellik arası ilişkinin incelenmesi

Nuray Beköz Üllen[1]* *(ORCID:https://orcid.org/0000-0003-2705-2559)*
Gizem Karabulut[1] *(ORCID:https://orcid.org/0000-0003-0930-5380)*

[1]İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, İstanbul, Türkiye

*Sorumlu yazar e-mail: nbekoz@istanbul.edu.tr

Özet

Metalik köpükler; düşük yoğunluğa, bükülmeye karşı direnç, yüksek enerji sönümleme kabiliyetine, sesi emme özelliğine, düşük ısı ve elektrik iletkenliğine sahiptirler. Bu özelliklerinden dolayı köpüksü metaller; özellikle hafifliğin ve mukavemetin birlikte olmasının istendiği başta otomotiv sanayi olmak üzere, demir yolu taşımacılığı, gemi yapımı, havacılık, darbe ve ses absorblama, ısı değiştiriciler, filtreler, katalizör taşıyıcılar ve medikal sektörde kullanım alanına sahiptir. Enerji tüketiminin azalmasına olanak veren hafif yapılar aynı zamanda çevre duyarlılığı açısından da önemlidir. Köpüksü metallerin gösterdiği özellikler; gözenek oranına, şekline, dağılımına ve gözeneklerin birbirleriyle olan bağlantısına göre değişmekte ve çok farklı potansiyel kullanım alanları göstermektedir. Bu açıdan gözenek özelliklerinin çalışılması, bu malzemelerin kullanım potansiyeli açısından önemlidir. Bu çalışmada; ticari ismi Distaloy AB olan ön alaşımlı demir tozundan boşluk yapıcı kullanılarak toz metalurjisi yöntemiyle yüksek oranda gözenek içeren numuneler üretilerek gözenek oranı ve gözeneklerin küreselliği arasındaki ilişki incelenmiştir. Gözenek oluşturucu olarak; 710-1000 µm boyut dağılımına sahip düzensiz şekilli karbamit kullanılmıştır. Üretim karbamitin demir tozuyla karıştırılması, karışımın preslenmesi, karbamitin oda sıcaklığında suda çözündürülerek giderilmesi ve 1200 °C'de 1 saat sinterleme kademelerinden oluşmaktadır. Sinterlenmiş numunelerin toplam, açık ve kapalı gözenek oranları, Arşimet Yöntemi'ne göre hesaplanmıştır. Gözeneklerin küresellik (gözenek şekli) dağılımları Clemex Vision PE-4.0 görüntü analiz programı kullanılarak SEM görüntüleri üzerinde belirlenmiştir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları 2,41-4,07 g/cm^3, toplam gözenek oranları %69,2-47,8 ve küresellik değerleri 0,59-0,52 aralığındadır. Gözenek miktarının artmasıyla küresel çap miktarı artarken küresellik değerinin azaldığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: gözenekli metal, boşluk yapıcı, gözeneklilik, küresellik, toz metalurjisi

Investigation of the relationship between pore ratio and sphericity in porous metallic material production

Abstract

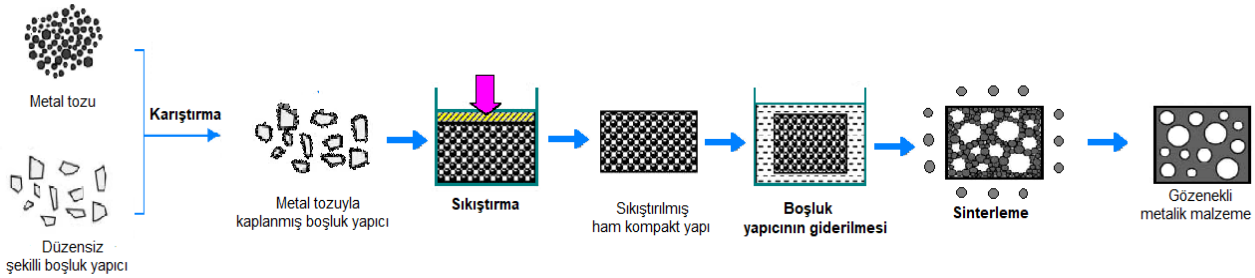
Metallic foams have specific properties such as low density, resistance to bending, high energy and sound absorption, low thermal and electrical conductivity. Due to these properties, metallic foams are used especially in the automotive industry where lightness and strength are required together as well as in railway and aviation industry, shipbuilding, impact and sound absorption, heat exchangers, filters, catalyst carriers and the medical sector. Lightweight structures that provide reduction of energy consumption are also important for environmentally friendly applications. The properties of metallic foams vary according to the pore ratio, shape, distribution and the connection types of the pores with each other and create much different potential for usage areas. In this respect, studying of the pore properties is important in terms of the potential use of these materials. In this study; Samples which has high porosity, was produce from pre-alloyed iron powder (trade name is Distaloy AB) and using space holder with using powder metallurgy method. Then, the relationship between the pore ratio and the sphericity of the pores were investigated. As a space holder; irregularly shaped carbamide with a size distribution of 710-1000 µm was used. The production consists of mixing the carbamide with iron powder, pressing, removing the carbamide by dissolving in water at room temperature and sintering for 1 hour at 1200°C. Total, open and closed pore ratios of sintered samples were calculated according to Archimedes Method. The sphericity (pore shape) distributions of the pores were determined on the SEM images using the Clemex Vision PE-4.0 image analysis program. The densities of the sintered samples are in the range of 2.41-4.07 g / cm3, total porosity in the range of 69.2-47.8% and sphericity values in the range of 0.59-0.52. It was determined that as the amount of pore increased, the spherical diameter amount increased while the sphericity value decreased.

Keywords: porous metal, space holder, porosity, sphericity, powder metallurgy

GİRİŞ

Gözenekli malzemeler genel olarak yapılarında %20-95 arasında hava, kalan kısımlarında ise üretildiği malzemenin yoğun halini bulunduran yapılardır (Ishizaki ve diğ., 1998). Yoğun hallerine oranla yapılarında bulunan boşluklar sayesinde daha hafif ancak sahip olduğu spesifik özellikler sayesinde daha dayanıklıdırlar. Gözenekli malzemeler polimer, seramik, camsı, kompozit ve metalik gözenekli malzemeler olarak sınıflandırılabilir. Polimer köpüksüler günlük hayatımızda tek kullanımlık bardaklardan arabalarda bulunan hava yastıklarına kadar birçok alanda karşımıza çıkarlar. Seramik gözenekli malzemelerle filtre uygulamalarında ve katalizör olarak karşılaşırız. Seramik yapılar kırılgan oldukları, polimerler ise yüksek sıcaklıklara dayanıklı olmadıkları ve rijit davranamadıkları için yük taşıma uygulamalarına uygun değillerdir. Bu tür uygulamalarda gereken mukavemeti, rijitliği ve hafifliği bir arada sağlayabildiği için gözenekli metaller tercih edilirler (Tunçer, 2006; Beköz, 2011).

Gözenekli yapıların gösterdiği özellikler göreceli yoğunluğuna, gözenekliliğine, şekline ve yapısına bağlıdır. Gözenek karakterizasyonunu belirlemek amacıyla gözenek oranı, dağılımı, oluşumu üzerine birçok çalışma yapılmıştır (Bakan, 2006; Banhart, 2000; Bor ve diğ., 2007; Hakamada ve diğ., 2007; Kotan, 2006; Özer, 2005) Bazı çalışmalarda gözeneği karakterize eden küresellik kavramı üzerine durulmuştur ve küreselliğin yapının mekanik özellikleri açısından önemi belirtilmiştir (Banhart ve Baumeister, 1998; Borovinšek ve diğ., 2016). Eş eksenli gözenek şekline sahip gözenekli malzeme mekanik özellikleri bakımından izotropi gösterir, uzamış veya düzleşmiş gözenek şekline sahip malzeme ise anizotropi göstermektedir. Gözenek yapılarına göre ise üç gruba ayrılırlar: açık, kapalı ve karışık. Açık gözenek şekli gözenekler yüzeye açık şekilde,birbirleriyle bağlantılı ve ortamla temas halindedirler; kapalı gözenekler ise malzeme içerisinde yer alır, birbirleri ve ortam ile izole haldedirler. Karışık gözenekli yapı ise iki gözenek yapısının bir arada bulunduğu halidir. Kapalı gözenekli malzemelerin yapılarındaki hücre duvarları sayesinde mekanik özellikleri daha yüksektir. Gözenek yapısı gözenekli malzemelerin kullanım alanını etkileyen en önemli parametredir. Çoğu endüstriyel uygulama için açık gözenek yapısı tercih edilir. Gözeneklerin birbiri ile bağlantılı olması filtreler ve gaz dağıtımı gibi endüstriyel uygulamalar için önemlidir bu nedenle filtreler,katalizörler ve biyoreaktörler için açık gözenekli yapılar tercih edilir. Kapalı gözenekler ise sönümleyici özelliklerinden dolayı genellikle sonik ve termal izolatörler veya düşük özgül ağırlıklı yapısal bileşenler için kullanılır (Banhart, 2001; Beköz, 2011; Tunçer, 2006; Mutlu, 2011). Gözenekli yapıların üretim yöntemleri içerisinde boşluk yapıcı kullanarak toz metalurjisi yöntemi sağladığı avantajlarla öne çıkmaktadır. Toz metalurjisi yöntemi ile gözenekli metal üretimi Şekil 1'de şematik olarak verilmektedir.Toz metalurjisi tekniğinde gözenekli olarak üretilmek istenilen metal tozu boşluk yapıcı olarak seçilen malzeme etrafına kaplanır. Boşluk yapıcı olarak seramik tozları, polimer tanecikleri, tuzlar hatta bazı metaller kullanılabilir, daha sonra termal ayrıştırma ya da uygun çözücüde çözündürülerek uzaklaştırılabilir. Elde edilen karışım kullanılan boşluk yapıcının özelliğine göre oda sıcaklığında ya da yüksek sıcaklıklarda preslenir ardından ham yapının mukavemetini arttırmak amacıyla sinterlenir (Mutlu, 2011; Beköz, 2011).



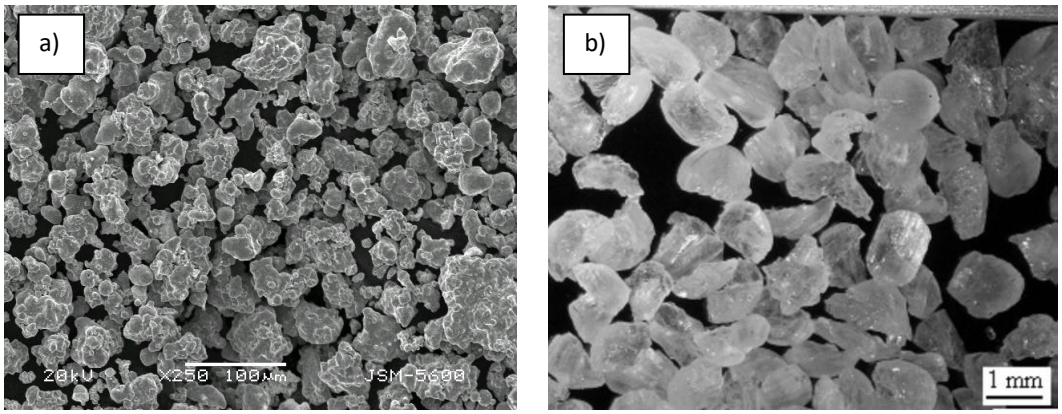
Şekil 1. Boşluk yapıcı eklenerek sinterleme tekniği ile gözenekli malzeme üretimi (Beköz, 2011)

Toz metalurjisi yönteminde boşluk yapıcının şekil, boyut ve miktarının değiştirilebilmesi nedeniyle gözenekli yapının gözenek özellikleri ve dolayısıyla istenilen mekanik özelliklerin kontrolü sağlanmaktadır. Bu nedenle diğer yöntemlere göre avantajlıdır. Bu yöntem kullanılarak birçok metal köpük malzeme üretimi yapılmıştır (Banhart, 2001; Beköz, 2011; Mutlu, 2011; Tunçer, 2006; Güden ve Yıldırım, 2015). Gözenekli yapıların kullanım alanlarının artması ve gelişimi gözenek karakterizasyonunun net olarak anlaşılmasıyla mümkündür. Bu çalışmanın amacı da bu doğrultudadır. Bu amaçla; farklı oranlarda gözenek içeren demir esaslı numuneler

boşluk yapıcı kullanılarak toz metalurjisi yöntemiyle üretilerek, gözenek oranı ve küresellik değeri arasındaki ilişki incelenmiştir.

MATERYAL VE METOD

Gözenekli metal üretimi için metal tozu olarak Höganas firması tarafından atomizasyon yöntemi ile üretilmiş Distaloy AB isimli ön alaşımlı demir tozu, boşluk yapıcı olarak Merck KGaK firması tarafından üretilmiş teknik safiyette karbamit (üre) kullanılmıştır. Şekil 2'de kullanılan demir tozunun Taramalı Elektron Mikroskobu ve karbamitin Stereo Mikroskop görüntüsü verilmiştir. Distaloy AB tozunun kimyasal bileşimi Tablo 1'de verilmiştir.



Şekil 2. Çalışmada kullanılan ön alaşımlı demir tozu ve boşluk yapıcının görüntüleri; a) Distaloy AB b) karbamit

Tablo 1. Ön alaşımlı Distaloy AB demir tozunun kimyasal bileşimi (Höganas, 1996)

Tozun Adı	Cu,%	Ni,%	Mo%	C,%	Yağlayıcı,%	Fe,%
Distaloy AB	1,50	1,75	0,50	<0,01	0,80	Kalan

Farklı oranlarda boşluk yapıcı ve demir tozu turbula tipi karıştırıcıda 1 saat süre ile karıştırma sonucu, karbamit parçacıkları demir tozları ile kaplanmışlardır. Demir tozlarıyla kaplanmış karbamitin çelik bir kalıp içerisinde 200 MPa basınç altında tek yönlü preslenmesiyle silindirik numuneler elde edilmiştir. Ham numunelerdeki karbamitin büyük bölümü saf su banyosunda giderilmiştir. Numuneler; ortamdan N_2 gazı geçirilerek önce 5 ºC/dak. ısıtma hızıyla 400 °C'ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 30 dakika tutulmuş daha sonra ortamdan yüksek safiyette H_2 gazı geçirilerek 10 ºC/dak. ısıtma hızıyla; 1200 °C de 60 dakika sinterlenmişlerdir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları, açık ve kapalı gözenek oranları Arşimet Yöntemi' ne göre belirlenmiştir. Açık ve kapalı gözenek oranlarını belirlemek için numuneler 150 °C'de kaynayan parafin içerisinde 1,5 saat bekletilerek parafinin gözeneklere emdirilmesi sağlandıktan sonra numunelerin ağırlık ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin görüntü analizleri Jeol JSM–5600 Taramalı Elektron Mikroskobunda yapılmıştır. Sinterlenmiş numunelerdeki gözeneklerin küresel çap ve küresellik dağılımları; Clemex Vision PE-4.0 görüntü analiz programı kullanılarak SEM görüntüleri üzerinde belirlenmiştir.

BULGULAR ve TARTIŞMA

Şekil 3'te verilen numune fotoğrafında belirgin bir şekilde köpüksü yapının oluştuğu görülmektedir. Gözenekler birbirlerinden hücre duvarlarıyla ayrılmışlardır. Yapılarda çatlak oluşumlarına rastlanmamıştır. Gözenek morfolojisinin karmaşık olması kullanılan karbamitin düzensiz şekilli olmasından kaynaklanmaktadır.



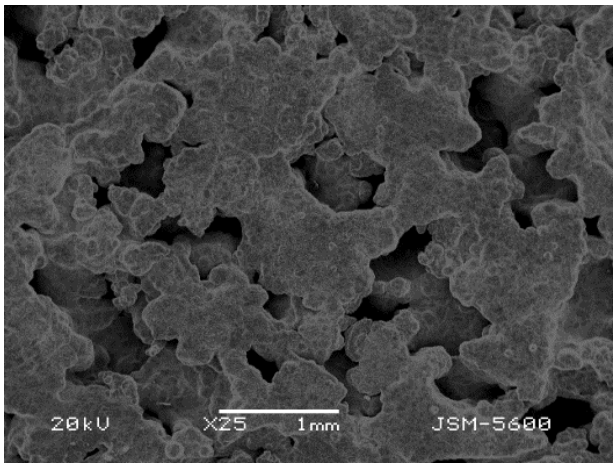
Şekil 3. Farklı oranlarda gözenek içeren numune fotoğrafı

Sinterlenmiş numunelerin Arşimet Yöntemi' ne göre belirlenen yoğunlukları, toplam, açık ve kapalı gözenek oranları Tablo 2'de verilmiştir. Artan gözenek oranıyla açık gözenek oranı artmış, kapalı gözenek oranı azalmıştır. Başlangıçta ilave edilen karbamit miktarına bağlı olarak sinterleme sonrası numunelerin gözenek miktarları değişmektedir. Değişim sonucu azalma gözenek oranının artmasıyla artmıştır.

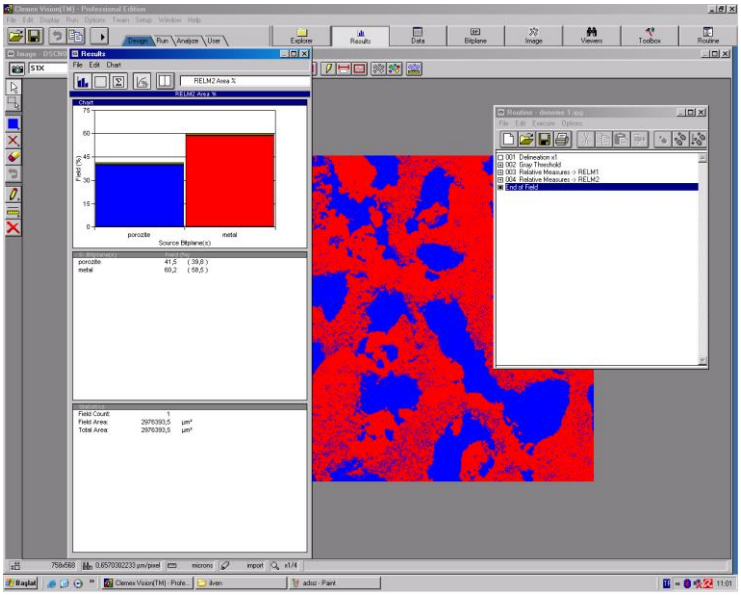
Tablo 2. Arşimet Yöntemi'ne göre belirlenen yoğunluk, toplam, açık ve kapalı gözenek oranları

Karbamit oranı, %	Yoğunluk, g/cm^3	Toplam gözenek, %	Açık gözenek, %	Kapalı gözenek, %
50	4,01 ±0,06	48,6 ±1,5	34,5	14,1
60	3,51 ±0,03	55,0 ±1,6	43,2	11,8
70	3,00 ±0,05	61,6 ±1,9	50,9	10,7
80	2,35 ±0,04	69,9 ±2,3	62,4	7,5

Clemex Vision PE-4.0 görüntü analiz programı kullanılarak, SEM görüntüleri üzerinde küresel çap (gözenek boyutu) ve küresellik (gözenek şekli) dağılımları belirlenmiştir. Sinterlenmiş köpüksü Distaloy AB parçaların SEM görüntüsü Şekil 4'te ve görüntü analiz programından alınan ekran görüntüsü Şekil 5'te verilmiştir.



Şekil 4. SEM görüntüsü



Şekil 5. Clemex Vision PE-4.0 görüntü analiz programı ekran görüntüsü

Numunelerdeki gözeneklerin küresel çap ve küresellik değerleri numunelerin gözenek oranlarına göre Tablo 3'te verilmektedir. Tablo 4'te ise başlangıçta boşluk yapıcı olarak kullanılan karbamitinin küresel çap ve küresellik değerleri verilmektedir. Karbamitin ortalama küresel çapı 812,6 µm ve ortalama küreselliği 0,66'dır. Farklı oranlarda karbamit kullanılarak üretilen sinterlenmiş numunelerin içerdiği gözenek miktarına göre ortalama küresel çapları 504,6-586,5 µm aralığında değişmektedir. Üretilen sinterlenmiş numunelerin içerdiği gözenek miktarına göre küreselliği 0,56-0,61 aralığındadır. Başlangıçta kullanılan karbamite göre tüm numunelerde sinterleme sonrası gözeneklerin ortalama küresel çapları ve küresellikleri azalmıştır. Bu durum, sinterlemeden dolayı gözenek duvarlarında çekmenin baskın olmasından kaynaklanmaktadır (Kang, 2004). Gözenek miktarının artmasıyla küresel çap miktarı artarken küresellik değeri azalmıştır. Bunun sebebi artan gözenek oranına sebep olan karbamit oranın fazla olması küresel çap oranını arttırmış, ancak karmaşık şekilli karbamit kullanımı küreselliği düşürmüştür. Literatür taramasında gözenekli yapıların küreselliğinin incelendiği çalışmalar bulunmaktadır ancak gözenek boyutu ve küresellik arası ilişkinin incelendiği çalışmaya rastlanmamıştır.

Tablo 3. Numunelerdeki gözeneklerin küresel çap ve küresellik değerler

Gözeneklilik, %	**Küresel çap, µm**				**Küresellik**			
	Min.	Maks.	Ort.	Std. Sapma	Min.	Maks.	Ort.	Std. Sapma
48,6	89,4	881,4	504,6	148,6	0,12	0,98	0,61	0,218
55,0	83,3	957,3	512,8	154,3	0,11	0,98	0,59	0,223
61,6	82,4	983,2	542,3	167,3	0,12	0,97	0,58	0,253
69,9	78,6	991,2	586,5	171,9	0,08	0,97	0,56	0,269

Tablo 4. Karbamitin küresel çap ve küresellik değerleri

Küresel çap, µm				**Küresellik**			
Min.	Maks.	Ort.	Std. Sapma	Min.	Maks.	Ort.	Std. Sapma
662,3	996,7	812,6	121,4	0,12	0,97	0,66	0,186

Sonuç olarak; karbamitin oda sıcaklığındaki su banyosunda numunelerden uzaklaştırılması ile oluşturulan gözenekli form sinterleme sonrasında da kendisini korumuştur. Sinterlenmiş numuneler üzerinde yapılan karakterizasyon çalışmaları; gözenek şekli, boyutu ve miktarının kullanılan karbamitin şekli, boyutu ve miktarı ile kontrol edilebileceğine işaret etmektedir. Nispeten yüksek miktarlarda karbamit ilavesiyle üretilen numunelerde gözenekler birbirleriyle bağlantı kurarken, karbamit miktarının azalmasıyla gözenek bağlantıları da azalmıştır. Bu durum sinterlenmiş numunelerde gözenek oranlarının ve gözeneklerin küresel çap-küresellik değerlerinin değişmesine sebep olmuştur.

KAYNAKLAR

Bakan HI 2006. A Novel Water Leaching and Sintering Process for Manufacturing Highly Porous Stainless Steel, Scripta Materialia, 55, 203-206.

Banhart J 2000. Properties and Applications of Cast Aluminium Sponges, Advanced Engineering Materials, 4:188-191.

Banhart J 2001. Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal Foams, Progress in Materials Science, 46, 559-632.

Banhart J, Baumeister J 1998. Deformation characteristics of metal foams, Journal of materials science, 33, 1431-1440.

Beköz N 2011.Toz Metalurjisi Yöntemiyle Elde Edilen Demir Esaslı Köpüksü Metallerin Mikroyapısı ve Mekanik Özellikleri, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

Bor Ş, Tahran E, Esen Z, Kotan G 2007. Toz Metalurjisi Yöntemiyle Köpüksü Saf Titanyum ve Ti-6Al-4V Alaşım Üretimi ve Karakterizasyonu, TÜBİTAK Proje No: 104M121, Ortadoğu Teknik Üniversitesi.

Borovinšek M, Taherishargh M, Vesenjak M, Ren Z, Fiedler T 2016. Geometrical characterization of perlite-metal syntactic foam, Materials Characterization, 119, 209-215.

Güden M, Yıldırım U 2015. Gözenekli titanyum yapıların üretimi, mekanik özellikleri ve biyomedikal uygulamaları, TÜBİTAK Proje No: 112M141, İzmir Teknoloji Enstitüsü.

Hakamada M, Yamada Y, Kuromura T, Asao Y, Chen Y, Kusuda H, Mabuchi M 2007. Porous Metals Produced by Spacer Method as Ecomaterials, In Advanced Materials Research, Vol. 15, 416-421.

Höganäs AB 1996. Höganäs Iron and Steel Powders for Sintered Components, Sweden. http://www.merck-chemicals.de [Ziyaret Tarihi: 10.12.2007]

Ishizaki K, Komarneni S, Nanko M 1998. Introduction. In: Porous Materials. Materials Technology Series, vol 4. Springer US, 978-1-4615-5811-8.

Kang SJL 2004. Sintering: densification, grain growth and microstructure, Elsevier.

Kotan G 2006. Production and characterization of Porous titanium and Ti-6Al-4V, Master's Thesis, Middle East Technical University, The Graduate School of Natural And Applied Sciences.

Mutlu İ 2011. Toz Metalurjisi Yöntemiyle Elde Edilen Gözenekli Martensitik Paslanmaz Çeligin Mikroyapısı ve Mekanik Özellikleri, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

Özer G 2005. Alüminyum esaslı köpük metal üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Tunçer N 2006. Metalik Köpük Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.