

**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİLMİŞ VOLFRAM RODLARDAN  
FİLMAŞIN ÜRETİMİNDE ÇALIŞMA KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU  
VE YAPISAL - MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Met. Müh. Ali ULUS**

**Anabilim Dalı : İLERİ TEKNOLOJİLER**

**Programı : MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ**

**MAYIS 2006**

**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİLMİŞ VOLFRAM RODLARDAN  
FİLMAŞIN ÜRETİMİNDE ÇALIŞMA KOŞULLARININ OPTİMİZASYONU  
VE YAPISAL - MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Met. Müh. Ali ULUS**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 8 Mayıs 2006  
Tezin Savunulduğu Tarih : 13 Haziran 2006**

**Tez Danışmanı : Prof.Dr. İsmail Duman (İ.T.Ü)**

**Diğer Jüri Üyeleri Prof.Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU (İ.T.Ü)**

**Prof.Dr. Müzeyyen MARŞOĞLU (Y.T.Ü)**

**MAYIS 2006**

## ÖNSÖZ

Öncelikle bana her daim destek olan ömrü sebebim, hayat kaynağım aileme sevgi ve saygılarımı sunarım.

İlk karşılaştığımız andan itibaren sevgisini ve bilgisini esirgemeyen, mesleğe ve hayata daha olumlu bakmamı sağlayan ve kendisiyle çalışma onurunu bana veren hocam sayın Prof. Dr. İsmail Duman'a sonsuz şükranlarımı sunmaktan mutluluk duyarım.

Tez çalışmamın karakterizasyonu aşamasında benden bilgi ve zamanını esirgemeyen Prof. Dr. Hüseyin Çimenoglu, Prof. Dr. M. Lütfi Öveçoglu, Prof. Dr. Mustafa Ürgen, Doç Dr. Gültekin Göller, Araş. Gör. Met Müh. Hasan Güleriyüz, Araş. Gör. Met Müh. Özgür Çelik, Araş. Gör. Met Müh. Hasan Gökçe, Teknisyen Hüseyin Sezer'e teşekkürü bir borç bilirim.

Yüksek Lisans çalışmalarım boyunca desteğini esirgemeyen, fikir ve görüşleri ile destek olan ağabeyim sayın Doç. Dr. Sebahattin Gürmen'e en içten minnet duygularımı sunmak isterim.

Hem yakın çalışma imkanı bulduğum hem de bana samimi dostluk imkanını veren ağabeyim ve kardeşlerim kabul ettiğim Araş. Gör. Met. Müh. Aybars Güven, Araş. Gör. Met. Müh. Selim Ertürk, Met. Müh. Ahmet Işık Kunt, Met. Müh. Kenan Eke, Yük. Met. Müh. Semih Öncel ve Met. Müh. Duygu Bozkurt'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

**ÖNEMLİ NOT:** Bu tez çalışmasında tüm deneylerin tarafımdan yapıldığını, verilen referanslar dışında herhangi bir kaynatan direkt veya indirekt alıntı yapılmadığı teyit ederim.

Mayıs, 2006

Met. Müh. Ali ULUS

## İÇİNDEKİLER

|                                                                           |            |
|---------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>KISALTMALAR</b>                                                        | <b>V</b>   |
| <b>TABLO LİSTESİ</b>                                                      | <b>vi</b>  |
| <b>ŞEKİL LİSTESİ</b>                                                      | <b>vii</b> |
| <b>ÖZET</b>                                                               | <b>ix</b>  |
| <b>SUMMARY</b>                                                            | <b>x</b>   |
| <br>                                                                      |            |
| <b>1. GİRİŞ VE AMAÇ</b>                                                   | <b>1</b>   |
| <br>                                                                      |            |
| <b>2. TEORİK İNCELEMELER</b>                                              | <b>2</b>   |
| 2.1. Volfram metalinin ve volfram telin tarihçesi                         | 2          |
| 2.2. İstatistiksel değerler                                               | 4          |
| 2.3. Volframın kullanım alanları                                          | 6          |
| 2.4. Volframın fiziksel ve kimyasal özellikleri                           | 8          |
| 2.5. Volfram tel üretim teknolojisi                                       | 10         |
| 2.5.1. Metalik volfram toz üretimi                                        | 11         |
| 2.5.1.1. Cevher hazırlama işlemleri                                       | 11         |
| 2.5.1.2. Volfram oksit üretimi                                            | 11         |
| 2.5.1.3. Volfram oksidin doplanması ve redüklenmesi                       | 11         |
| 2.5.2. Volfram rod üretimi                                                | 12         |
| 2.5.2.1. Karıştırma                                                       | 12         |
| 2.5.2.2. Presleme                                                         | 12         |
| 2.5.2.3. Ön sinterleme                                                    | 13         |
| 2.5.2.4. Sinterleme                                                       | 13         |
| 2.5.3. Volfram filmaşın ve tel üretimi                                    | 16         |
| 2.5.3.1. Döner dövme işlemi (DDC: Döner dövme cihazı)<br>(Rotary swaging) | 16         |
| 2.5.3.2. Ara tavlama                                                      | 18         |
| 2.5.3.3. Tel çekme                                                        | 19         |
| 2.5.3.4. Elektro dağlama                                                  | 20         |
| 2.5.3.5. Tel hata testi (Crack detector)                                  | 20         |
| 2.6. Volfram filmaşın üretim teknikleri                                   | 21         |
| 2.6.1. Döner dövme cihazı (Rotary swager) ile filmaşın üretimi            | 22         |
| 2.6.2. Haddeleme ile filmaşın üretimi                                     | 23         |
| 2.7. İndüktif tavlama esnasında gerçekleşen yeniden kristalleşme olayı    | 24         |
| 2.7.1. Yeniden kristalleşme kavramı                                       | 25         |
| 2.7.1.1. Soğuk deformasyon esnasında depolanan enerji                     | 25         |
| 2.7.1.2. Serbest enerji – depolanan enerji ilişkisi                       | 26         |
| 2.7.1.3. Depolanan enerjinin salınması                                    | 27         |
| 2.7.1.4. Toparlanma                                                       | 27         |
| 2.7.1.5. Poligonizasyon                                                   | 28         |
| 2.7.1.6. Düşük ve yüksek sıcaklıklardaki toparlanma                       | 28         |
| 2.7.1.7. Dinamik toparlanma                                               | 29         |
| 2.7.1.8. Yeniden kristalleşme                                             | 29         |

|                  |                                                                                     |           |
|------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.7.2.           | Volfram rodların tavlama esnasında gerçekleşen yeniden kristalleşme olayı           | 35        |
| 2.7.2.1.         | Tavlama öncesi telin mikro yapısı                                                   | 36        |
| 2.7.2.2.         | Volfram teldeki genel yeniden kristalleşme karakteri                                | 37        |
| 2.8.             | Volframın soğuk deformasyon ve tavlama sonrasında fiziksel özelliklerindeki değişim | 38        |
| 2.8.1.           | Mikro yapı                                                                          | 38        |
| 2.8.2.           | Yeniden kristalleşme sıcaklığı                                                      | 39        |
| 2.8.3.           | Yoğunluk                                                                            | 39        |
| 2.8.4.           | Mekanik özellikler                                                                  | 41        |
| 2.8.4.1.         | Çekme mukavemeti                                                                    | 41        |
| 2.8.4.2.         | Elastisite modülü                                                                   | 42        |
| 2.8.4.3.         | Sertlik                                                                             | 42        |
| <b>3.</b>        | <b>KONUyla İLGİLİ OLARAK DAHA ÖNCE YAPILAN ÇALIŞMALAR</b>                           | <b>43</b> |
| <b>4.</b>        | <b>DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b>                                                          | <b>45</b> |
| 4.1.             | Üretime yönelik deneysel çalışmalar                                                 | 45        |
| 4.1.1.           | Başlangıç malzemesi                                                                 | 46        |
| 4.1.2.           | Amonyak parçalayıcı ( Hidrojen-Azot jeneratörü)                                     | 46        |
| 4.1.3.           | Birinci DDC ve Döner dövme işlemi                                                   | 47        |
| 4.1.4.           | İndüktif tavlama hattı ve yeniden kristallenme tavlama                              | 48        |
| 4.1.5.           | İkinci DDC ve döner dövme işlemi                                                    | 50        |
| 4.1.6.           | Üçüncü DDC ve döner dövme işlemi                                                    | 51        |
| 4.2.             | Karakterizasyona yönelik deneysel çalışmalar                                        | 52        |
| 4.2.1.           | Yoğunluk ölçümleri                                                                  | 53        |
| 4.2.2.           | Porozite ölçümleri                                                                  | 53        |
| 4.2.3.           | Sertlik ölçümleri                                                                   | 53        |
| 4.2.4.           | Basma deneyleri                                                                     | 54        |
| 4.2.5.           | İndentasyon deneyi                                                                  | 54        |
| 4.2.6.           | Metalografi ve SEM ( Taramalı elektron mikroskobu) incelemeleri                     | 54        |
| <b>5.</b>        | <b>DENEY SONUÇLARI VE İRDELEMELER</b>                                               | <b>55</b> |
| 5.1.             | Yoğunluk deneyi sonuçları                                                           | 56        |
| 5.2.             | Porozite deneyi sonuçları                                                           | 57        |
| 5.3.             | Sertlik deneyi sonuçları                                                            | 59        |
| 5.4.             | Basma deneyi sonuçları                                                              | 60        |
| 5.5.             | İndentasyon deneyi sonuçları                                                        | 60        |
| 5.6.             | Metalografi ve SEM incelemeleri sonuçları                                           | 62        |
| <b>6.</b>        | <b>GENEL SONUÇLAR</b>                                                               | <b>71</b> |
| <b>7.</b>        | <b>ÖNERİLER</b>                                                                     | <b>73</b> |
| <b>KAYNAKLAR</b> |                                                                                     | <b>74</b> |
| <b>EK A</b>      |                                                                                     | <b>76</b> |
| <b>ÖZGEÇMİŞ</b>  |                                                                                     | <b>77</b> |

## **KISALTMALAR**

|               |                                         |
|---------------|-----------------------------------------|
| <b>RS</b>     | :Rotary Swager                          |
| <b>RFM</b>    | :Rotary Forging Machine                 |
| <b>MMFC</b>   | :Metal Matrix Fiber Composite           |
| <b>İTÜ</b>    | :İstanbul Teknik Üniversitesi           |
| <b>APT</b>    | :Amonyum Para Tungstat                  |
| <b>NS</b>     | :Non-Sag                                |
| <b>V.P.N.</b> | :Eski Vickers Sertlik Birimi            |
| <b>CIP</b>    | :Cold Isostatic Pres                    |
| <b>DBTT</b>   | :Ductile Brittle Transition Temperature |
| <b>HMK</b>    | :Hacim Merkezli Kübik                   |
| <b>TM</b>     | :Toz Metalurjisi                        |
| <b>AKS</b>    | :Al, K ve Si                            |

## TABLO LİSTESİ

|                   | <u>Sayfa No</u>                                                    |
|-------------------|--------------------------------------------------------------------|
| <b>Tablo 2.1</b>  | Dünya Volfram Rezervleri (Volfram içeriği olarak) .....4           |
| <b>Tablo 2.2</b>  | Türkiye Volfram Rezervleri [Ton] .....5                            |
| <b>Tablo 2.3</b>  | Volframın Atomik ve Nükleer Özellikleri .....8                     |
| <b>Tablo 2.4</b>  | Volframın Fiziksel Özellikleri.....8                               |
| <b>Tablo 2.5</b>  | Volframın Isıl Özellikleri .....8                                  |
| <b>Tablo 2.6</b>  | Volframın Elektriksel Özellikleri .....9                           |
| <b>Tablo 2.7</b>  | Volframın Radyasyon Özellikleri.....9                              |
| <b>Tablo 2.8</b>  | Volframının Çeşitli Atmosferlerdeki Davranışı .....9               |
| <b>Tablo 2.9</b>  | Volfram Tozunun Preslenmesinde Kullanılan Kalıpların Alaşımı ...12 |
| <b>Tablo 2.10</b> | Volfram Rodun DDC’nda Çalışma Şartları .....17                     |
| <b>Tablo 2.11</b> | Volframın Yeniden Kristalleşme Sıcaklığındaki Değişim.....39       |
| <b>Tablo 2.12</b> | Volframın İzotopları .....40                                       |
| <b>Tablo 2.13</b> | Volframın Kafes Parametresi .....40                                |
| <b>Tablo 2.14</b> | Volframın Yoğunluğundaki Değişim .....40                           |
| <b>Tablo 2.15</b> | Volframın Çekme Mukavemetindeki Değişim .....41                    |
| <b>Tablo 2.16</b> | Volframın Sertlik Değişimi.....42                                  |
| <b>Tablo 4.1</b>  | Amonyak Parçalayıcının Çalışma Parametreleri.....47                |
| <b>Tablo 4.2</b>  | 1.DDC Çalışma Parametreleri.....48                                 |
| <b>Tablo 4.3</b>  | İndüktif Tavlama Cihazının Çalışma Parametreleri .....49           |
| <b>Tablo 4.4</b>  | 2.DDC Çalışma Parametreleri.....51                                 |
| <b>Tablo 4.5</b>  | 3. DDC Çalışma Parametreleri .....52                               |
| <b>Tablo 5.1</b>  | Numunelerin Tanımlanması.....55                                    |
| <b>Tablo 5.2</b>  | Yoğunluk Deneyi Sonuçları .....56                                  |
| <b>Tablo 5.3</b>  | Por Boyutu ve Yüzdesi Değişimi .....57                             |
| <b>Tablo 5.4</b>  | 10 Mikron Boyutundaki Porların Yüzde Değişimi.....58               |
| <b>Tablo 5.5</b>  | Sertlik Değişimi.....59                                            |
| <b>Tablo 5.6</b>  | Basma Deneyi Sonuçları.....60                                      |
| <b>Tablo 5.7</b>  | İndentasyon Deneyi Sonuçları.....61                                |
| <b>Tablo 5.8</b>  | Metalografik İncelemeler Işığında Yapılan Hesaplamalar .....64     |

## ŞEKİL LİSTESİ

|            | <u>Sayfa No</u>                                                                                                                                                                 |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Şekil 2.1  | :Volframın Kullanım Alanlarının Ülkelere Göre Değişimi .....6                                                                                                                   |
| Şekil 2.2  | :Uygulama Alanına Örnekler.....7                                                                                                                                                |
| Şekil 2.3  | :Volfram Tel Üretim Prosesi .....10                                                                                                                                             |
| Şekil 2.4  | :Sinterleme Ünitesi.....14                                                                                                                                                      |
| Şekil 2.5  | :(a) Ön Sinterleme Yapılmış Rod, (b) Sinterlenmiş Rod .....14                                                                                                                   |
| Şekil 2.6  | :DDC ve Şematik gösterimi .....16                                                                                                                                               |
| Şekil 2.7  | :Döner Dövme İşleminde Kullanılan Lokmalar .....17                                                                                                                              |
| Şekil 2.8  | :Tavlama – Mikro Yapı İlişkisi 200X Büyütmede<br>A: Sinterlenmiş Rod, B: 9,9mm Çaplı Ara Tav Öncesi Rod,<br>C: 9,9mm Çaplı Ara Tav<br>Sonrası Rod ve D: 4,2mm Çaplı Rod .....18 |
| Şekil 2.9  | :Kock Hadde Çalışma Prensibi.....24                                                                                                                                             |
| Şekil 2.10 | :Yüksek Safılıkta Bakırın Soğuk Deformasyon Esnasında<br>Depoladığı Enerjinin Yüzde Uzama İle Değerlendirilmesi .....26                                                         |
| Şekil 2.11 | :Yüksek Safılıktaki Bakırın Eş Zaman ve Eş Sıcaklık Eğrileri .....27                                                                                                            |
| Şekil 2.12 | :Yüksek Safılıktaki Nikelin Anizotermal Tavlama Eğrisi ile<br>Özelliklerin Değişiminin İncelenmesi .....28                                                                      |
| Şekil 2.13 | :Yüksek Safılıktaki Bakırın İzotermal Tavlama Eğrisi ile Yeniden<br>Kristalleşme Miktarının İncelenmesi.....29                                                                  |
| Şekil 2.14 | :Yüksek Safılıktaki Bakırın Yarı Yeniden Kristalleşme Zaman-<br>Sıcaklık İlişkisi .....30                                                                                       |
| Şekil 2.15 | :Zirkonyum İçin Değişik Soğuk Deformasyon Oranlarında<br>Gerçekleşen Yeniden Kristalleşme Zaman-Sıcaklık İlişkisi.....31                                                        |
| Şekil 2.16 | : Zirkonyumda Değişik Soğuk Deformasyon Oranları İçin<br>Gerekli Aktivasyon Enerjisi .....31                                                                                    |
| Şekil 2.17 | :Pirinç Alaşımının İlk Soğuk Deformasyon Oranına Göre Oluşan<br>Tane Boyutu Dağılımı.....32                                                                                     |
| Şekil 2.18 | :% 80 Soğuk Haddelenmiş Alüminyum İçerisindeki Empürite<br>Miktarının Yeniden Kristalleşme Sıcaklığı Üzerine Etkisi.....33                                                      |
| Şekil 2.19 | :Tane Büyümesi Esnasında Tane Kenar Sayısındaki Değişimi<br>Açıklamak Üzere Önerilen Mekanizma.....34                                                                           |
| Şekil 2.20 | :İdeal Tane Büyümesi Grafikselsel Gösterimi $D=kt^{1/2}$ .....34                                                                                                                |
| Şekil 2.21 | :Tane Büyümesinin İzotermal Eğrilerin Eğimi Olarak Gösterimi .....35                                                                                                            |
| Şekil 2.22 | :Hidrojen Peroksit ile Dağlanmış Mikro Yapı Görüntüleri.....38                                                                                                                  |
| Şekil 2.23 | :0,13mm Çapındaki Telin A:Normal ve<br>B:Tavllanmış Haldeki Çekme Mukavemeti .....41                                                                                            |
| Şekil 4.1  | :Üretime Yönelik Deneysel Çalışmalar ve Parametreleri .....45                                                                                                                   |
| Şekil 4.2  | :Amonyak Parçalayıcı .....46                                                                                                                                                    |
| Şekil 4.3  | :1. DDC ve Ekipmanları .....47                                                                                                                                                  |
| Şekil 4.4  | :İndüktif Tavlama Cihazı.....49                                                                                                                                                 |
| Şekil 4.5  | :2. DDC ve Ekipmanları .....50                                                                                                                                                  |

|                   |                                                                                                                                       |    |
|-------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Şekil 4.6</b>  | :3. DDC ve Ekipmanları.....                                                                                                           | 51 |
| <b>Şekil 4.7</b>  | :Karakterizasyona Yönelik DeneySEL Çalışmalar .....                                                                                   | 52 |
| <b>Şekil 5.1</b>  | :Yoğunluk Değişimi .....                                                                                                              | 56 |
| <b>Şekil 5.2</b>  | :Por Boyutu ve Yüzdesi Değişimi.....                                                                                                  | 58 |
| <b>Şekil 5.3</b>  | :10 Mikron Boyutundaki Porların Yüzde Değişimi.....                                                                                   | 59 |
| <b>Şekil 5.4</b>  | :İndentasyon Deneyi İşleyişi .....                                                                                                    | 61 |
| <b>Şekil 5.5</b>  | :Sinterlenmiş 1A Nolu Numunenin Mikro Yapısı .....                                                                                    | 62 |
| <b>Şekil 5.6</b>  | :1. Döner Dövmeden Çıkan 2A Nolu Numunenin Mikro Yapısı .....                                                                         | 62 |
| <b>Şekil 5.7</b>  | :Ara Tavlama Kademesinden Çıkan 3A Nolu Numunenin Mikro Yapısı .....                                                                  | 63 |
| <b>Şekil 5.8</b>  | :2. Döner Dövmeden Çıkan 4A Nolu Numunenin Mikro Yapısı .....                                                                         | 63 |
| <b>Şekil 5.9</b>  | :3. Döner Dövmeden Çıkan 5A Nolu Numunenin Mikro Yapısı .....                                                                         | 64 |
| <b>Şekil 5.10</b> | :Sinterlenmiş Başlangıç Rodunun Kırık Yan Kesitten Alınan SEM Görüntüsü .....                                                         | 65 |
| <b>Şekil 5.11</b> | :Birinci DDC’nda İşlem Gören Rodun Kırık Yan Kesitten Alınan SEM Görüntüsü.....                                                       | 66 |
| <b>Şekil 5.12</b> | :İndüktif Olarak Tavlanan Rodunun Kırık Yan Kesitten Alınan SEM Görüntüsü.....                                                        | 67 |
| <b>Şekil 5.13</b> | :İkinci Dövme İşleminden Çıkan Rodun Kırık Boyuna Kesitten SEM Mikro Yapısı.....                                                      | 68 |
| <b>Şekil 5.14</b> | :İkinci Dövme İşleminden Çıkan Rodun Dağlanmış Metalografik Resmi .....                                                               | 69 |
| <b>Şekil 5.15</b> | Son Dövme İşleminden Çıkan Filmaşinin Kırık Boyuna Kesitten SEM Mikro Yapısı.....                                                     | 70 |
| <b>Şekil 5.16</b> | :Son Dövme İşleminden Çıkan Filmaşinin Dağlanmış Metalografik Resmi .....                                                             | 70 |
| <b>Şekil A1</b>   | : 8 mm çaplı tavllanmış filmaşinde iç kısımlara nüfuz etmiş oksit enklüzyonu (Boylamasına kırık yüzey kesitinden SEM çalışması) ..... | 76 |

## ÖZET

Volframın uzun mamül olarak üretiminde, şelit veya volframit cevherlerinden hareketle çok kademeli üretim yöntemleri ile elde edilen doplanmış volfram tozu kullanılmaktadır. Doplanmış volfram tozu “Toz Metalurjisi” tekniklerinden sırasıyla presleme ve sinterleme işlemleri sonucunda değişik geometrilere sahip rodla dönüşürüldükten sonra, bu rodlar “Rotary Swager” (RS) adı verilen “Döner-Dövme-Cihazları” (DDC) ile dövülerek, sinter yapıdan kompakt metalik yapıya dönüştürülür ve aynı zamanda daha düşük çaplarda filmaşın üretimi sağlanır. Rodların dövülebilirliğini arttırmak ve nihai ürün özelliklerini iyileştirmek için ara kademede “İndüktif Tavlama” adı verilen yeniden kristalleşme tavlama uygulanır.

Bu tez, toz metalurjisi ile üretilmiş volfram rodlerden filmaşın üretim koşullarının optimizasyonu için yapısal-mekanik özelliklerin incelenmesini kapsamaktadır.

Bu bağlamda en uygun yapısal-mekanik özellikler seçilerek, bunlarla ilgili deney sonuçları karşılaştırmalı olarak ele alınmış ve üretim koşullarının bu özellikler üzerindeki etkisi incelenerek, tel üretimi için gerekli olan tel taslağından istenen özelliklere göre bu koşullar en uygun hale getirilmiştir.

# **OPTIMIZATION OF THE PRODUCTION CONDITIONS OF TUNGSTEN WIRE DRAFT FROM TUNGSTEN RODS PRODUCED BY POWDER METALLURGY AND INSPECTION OF THE STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES**

## **SUMMARY**

Tungsten is the most important member of the refractory metals, it has a high melting point and moreover unlikely the other metals it has a smaller vapor pressure. The importance of the tungsten had been developed with the discovery of usability of tungsten as an electric filament at the beginning of the 20<sup>th</sup> Century.

In the production of tungsten as long products, doped tungsten powder is produced from scheelite and wolframite concentrate with a production process that is including so many steps. The doped tungsten powder converted into different geometries rods with the techniques of the powder metallurgy in the sequence of pressing and sintering. These tungsten rods are forged by a “Rotary-Forging-Machine” (RFM) named as “Rotary Swager” (RS) and the tungsten wire drafts are produced by this way. Intermediately, “Inductive Annealing” stage, named as recrystallization treatment, applied to rod to increasing the workability of the rod and improving the properties of the finished products.

Optimization of the production parameters directly effect the accomplishment of the next stage, wire drawing process. Optimization of the production conditions of the forging stage and controlling the structural-mechanical properties of the wire draft must be done instantly because the usage of tungsten wire in different sectors as a high technology materials.

This thesis, include the inspection of structural-mechanical properties for the optimization of the production conditions of tungsten wire drafts. In this scope for the appropriate structural-mechanical properties, the experimental results are compared and the effect of production conditions on these properties investigated.

## 1.GİRİŞ VE AMAÇ

Günümüzde “Volfram”, teknolojik gelişmeler ile beraber önemi artan ve ileri teknoloji uygulamalarında kullanım alanı bulan bir metaldir. Bu alanların en önemlileri arasında volframın çok ince tel halinde kullanıldığı filaman, elektrot, optik grit ve metal matriksli fiber kompozitler (MMFC’s) sayılabilir.

Bu yüksek lisans tez çalışmasında; toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş 16,0 mm çaplı volfram rodlardan üretilen filmanın (tel taslağı), üretim koşullarının optimizasyonu ve yapısal - mekanik özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır.

İlk olarak volfram hakkında genel bilgiler verilip tanımlamalar yapıldıktan sonra, volfram filmanın üretimi incelenmiştir. Tel çekme işlemine uygun yapıda filmanın üretmek için uygulanması gereken işlemler açıklanmıştır.

Sonraki aşamada ise bilinen proses koşullarında üretilegelen değişik çaplardaki filmanın ve rodlardan alınan numuneler ile yapısal ve mekanik analizler gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar ışığında prosesin optimal çalışma koşulları başlangıç malzemesinin fiziksel ve kimyasal durumuna göre optimize edilmeye çalışılmıştır.

Ülkemizde herhangi bir üretimi olmayan volframın, İstanbul Teknik Üniversitesi’nde (İTÜ) halen devam etmekte olan “Volfram Çekirdekli Bor Fiber Üretimi” projesinin bir parçası olan volfram filamanı üretimi tamamlanarak, 9.9 mikron çapında volfram tel üretimi gerçekleştirilmiştir.

Volfram ülkemiz ekonomisinde değişik alanlarda kullanılmak üzere son ürün olarak ithal edilmektedir. Volfram filmanın üretiminin teknolojik uygulamalar açısından çok önemli olmasının yanında, ülkemizde bulunan volfram kaynaklarının değerlendirilmesi ve katma değeri yüksek son ürün eldesi ile ülkemiz ekonomisine önemli bir katkı sağlanması hedeflenmektedir.

## 2. TEORİK İNCELEMELER

### 2.1 Volfram Metalinin ve Volfram Telin Tarihçesi

Volfram kelimesi ilk olarak, A. F. Cronstedt tarafından 1755 yılında kullanılmıştır. Ancak bu volfram kelimesi şelit adıyla bilinen volfram mineralini tanımlamak amacıyla kullanılmıştır. K. W. Scheele'nin 1781 yılında kireç ile önceden bilinmeyen bir asidin bileşimine "Volframik asit" ismini vermiştir. C. C. Leonhard ise 1821 yılında ilk olarak şelit mineralini kelime olarak tanımlamıştır. Scheele'nin bu buluşundan önce şelit mineraline genellikle kalay içeriği olarak bakılıyordu. Volfram (kurt salyası) kelimesinin diğer adı olarak kullanılan "Tungsten" kelimesi, yüksek yoğunluklu malzeme anlamına gelmekte olup İsveç lisanından türetilmiştir. "Tung" ağır, "sten" ise taş anlamındadır [1].

1783 yılında İspanyol kardeşler J. J. ve F. d'Elhujar volframit mineralinin üzerine yapmış oldukları araştırma sonuçlarına göre bu mineralin daha önce keşfedilmiş olan şelit mineralinin içerdiği volframik asidin aynısını içerdiğini göstermişlerdir. Fakat bu mineralde kalsiyum yerine demir ve mangan bulunduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca volfram oksidi odun kömürü ile indirgeyerek elementer volframı ilk olarak kayıtlara geçirmişler ve "Wolfram" ismini vermişlerdir [1].

Volfram yıllarca nadir metaller içerisinde yer almıştır. 1847 yılında Oxland'ın üretim amaçlı olarak Kassiteritten (Cassiterite: Kalay oksit içerikli cevher) volframik asit, sodyum volframat ve volfram üretimi için patent alması ile bu durum değişmiştir. Bu da Kassiteriti önemli bir hammadde haline getirmiştir. 1857 yılında alınan Oxland'ın ikinci patentini volfram-demir alaşımlarının üretimini tanımlıyordu ki bu alaşımlar modern yüksek hız takım çeliklerinin temel formunu oluşturuyordu. Fakat volframın kendisi saf halde 50 yıl sonrasına kadar uygulama alanı bulamamıştır. Bu amaçla volfram ilk olarak ampul filamanı üretiminde kullanılmıştır [2].

Siemens-Halske Şirketi 1904 yılında tantalum filaman üretimi için geliştirdikleri tel çekme prosesini volfram, toryum gibi diğer refrakter metaller için de uygulamaya çalışmışlardır. Fakat volframın gevrekliği sebebiyle metot başarıya ulaşamamıştır.

Daha sonra, 1913–1914 yıllarında Just ve Hannaman değişik bir volfram filaman üretimi prosesinin patentini almışlardır. Bu proseste serbest metal tozları karıştırılarak uygun organik bağlayıcıyla birlikte bir kalıp içinden ekstrüde edilip, daha sonra ısıtılarak (uygun bir gaz ortamında organik bağlayıcı uçurulup) geriye saf volfram filamanı bırakılır [3].

Bir diğer proses ise, 0,02 mm çapında ve akkor sıcaklığına getirilmiş bir karbon filamanın hidrojen ve volfram klorür atmosferinde volframla kaplanmasıdır. Bu yöntemde toplam gaz basıncı 20 mm-Hg olarak seçilmişti. Karbon çekirdeği volfram içinde ergiyor, volfram karbür oluşuyordu. Değişim tamamlanınca boru kesitli filaman akım altında parlak beyaz bir yapı oluşturuyordu. Ancak bu yapı oldukça kırılgandı. Hidrojen ortamında filamanın aşırı ısıtılması esasına dayanan son işlemle boru yapısının çökmesi sonucu saf volframdan kompakt bir filaman kalması amaçlanıyordu [3].

İlerleyen yıllarda, başka volfram filaman üretim yöntemleri de ortaya çıkmıştır. Ancak, sonuç hep oda sıcaklığında sünek olmayan volfram filamanları olmuştur. İlk kez 1909'da Coolidge uygun ısı ve mekanik işlemler uygulayarak metal tozundan sünek volfram yapmayı başarmıştır [1].

Aynı tarihlerde krom ve molibden de sünek olacak şekilde üretilmemekteydi ve birçok çalışma grubunun ürettiği binlerce filaman süneklik özelliğine sahip değildi. Çok ince bir filamanın taşınabilir olmasını (sarsıntıyla kopmamasını) sağlayan Coolidge, bazı zorluklar içerisinde büyük bir başarı sağlamıştı. Bundan önceki proseslerde kuvvetli ve elastik filamanlar ancak yüksek sıcaklıklarda sünek olabilmekteydiler. Coolidge'in başarısı temel olarak kullandığı malzemelerin **yüksek safiyetine** ve çalışma sonrası volframın **uygun bir kristal yapıya** sahip olmasına dayanıyordu [2]. Bu etkenler günümüzde de kalitenin iki temel faktörünü oluşturmaktadır. Aynı zamanda uygulanan prosesler çok ince ayrıntılarda farklılık göstermekle birlikte temelde aynı işleyişe sahiptir. Yine günümüzde Krom ve molibdenden yapılan sünek filamanların üretimi de volfram prosesinden örneklenmiştir.

## 2.2 İstatistiksel Değerler

Volfram yer kabuğunda ortalama 1–1,3 ppm oranında bulunmakta olup, nadir elementler grubunda düşünülebilir [4]. Volframın dünya üzerindeki rezervleri Tablo 2.1’de verilmiştir.

**Tablo 2.1:** Dünya Volfram Rezervleri (Volfram içeriği olarak) [5]

| Ülkeler                                    | Rezerv [Bin ton] | Toplamda Oranı [%] |
|--------------------------------------------|------------------|--------------------|
| <i>Afrika</i>                              |                  |                    |
| Zimbabve                                   | 5                | 0,2                |
| Diğer                                      | 10               | 0,5                |
| <i>Asya</i>                                |                  |                    |
| Çin                                        | 920              | 45,1               |
| Malezya                                    | 17               | 0,8                |
| Burma                                      | 15               | 0,7                |
| Güney Kore                                 | 58               | 2,8                |
| Tayland                                    | 30               | 1,5                |
| Diğer                                      | 150              | 7,3                |
| <i>Avrupa</i>                              |                  |                    |
| Avusturya                                  | 10               | 0,5                |
| Fransa                                     | 20               | 1                  |
| Portekiz                                   | 25               | 1,2                |
| Rusya                                      | 250              | 12,2               |
| Diğer                                      | 50               | 2,4                |
| <i>Kuzey Amerika</i>                       |                  |                    |
| Kanada                                     | 260              | 12,7               |
| ABD                                        | 140              | 6,9                |
| <i>Orta ve Güney Amerika</i>               |                  |                    |
| Bolivya                                    | 53               | 2,6                |
| Brezilya                                   | 20               | 1                  |
| Meksika                                    | 8                | 0,4                |
| <i>Okyanusya</i>                           |                  |                    |
| Avustralya                                 | 1                | 0                  |
| <i>Dünya Toplam</i>                        | 2042             | 100                |
| <i>Gelişmiş Ülkeler</i>                    | 561              | 27,5               |
| <i>Gelişmekte Olan Ülkeler</i>             | 311              | 15,2               |
| <i>Çin ve Bağımsız Devletler Topluluğu</i> | 1170             | 57,3               |

Türkiye dünya volfram rezervlerinin (volfram içeriği olarak) yaklaşık %2’sine sahiptir. Geçmiş yıllarda Dünya piyasalarındaki gelişmeler ve teknolojik problemlerinin aşılabilmesi gibi nedenlerle Etibank Uludağ Volfram Madeni 28.03.1989’da kapatılmıştır. Halen ülkemizde cevher üretimi yapılmadığından volfram ihracatı da söz konusu değildir. Buna karşın, Türkiye’nin volfram ürünlerine

talebi bulunmaktadır. Bu talep 50 ton/yıl civarında ferro-volfram ve 25 ton/yıl civarında volfram karbürdür. Türkiye'nin volfram konsantresi talebi bulunmamaktadır [5]; çünkü uç ürüne yönelik herhangi bir çalışma yapılmamış ve tesis kurulmamıştır. D.P.T.'nin VII. Plan döneminde öngörülen bu miktarların da gerçekleşme durumunu doğrulayan sağlıklı veri elde edilememiştir. Yine aynı kurumun VIII. Plan dönemi için de aynı belirsizlikler devam etmektedir. Türkiye'de volfram 7 ana bölgede bulunmaktadır. Bu bölgeler ve görünür – tahmini rezerv miktarları Tablo 2.2'de verilmiştir.

**Tablo 2.2: Türkiye Volfram Rezervleri [Ton] [4]**

| Yeri                      | Tenör (% WO <sub>3</sub> ) | Görünür    | Muhtemel  | Mümkün    | Toplam  | WO <sub>3</sub> |
|---------------------------|----------------------------|------------|-----------|-----------|---------|-----------------|
| Bursa-Uludağ              | 0.437                      | 55 629 136 | 4 967 170 | 3 788 030 | 114 384 | 62 859          |
| Bursa-Kozbudaklar         | 0.3                        | -          | -         | 210 000   | 210 000 | 650             |
| Elazığ-Keban-Soğanlıköy   | 0.02–1.12 (Ort. 0.2)       | -          | -         | -         | 255 000 | 510             |
| Elazığ-Keban              | 0.2                        | -          | 230 000   | -         | 5 000   | 10              |
| Niğde-Gümüşler            | 0.1                        | -          | -         | -         | 100 000 | 100             |
| Çanakkale-Yenice-Hamdibey | 0.5                        | -          | 5 000     | 100 000   | 3 000   | 15              |
| Bilecik-Söğüt-Dudaş       | 0.04                       | 3 000      | -         | 10 000    | 10 000  | 4               |

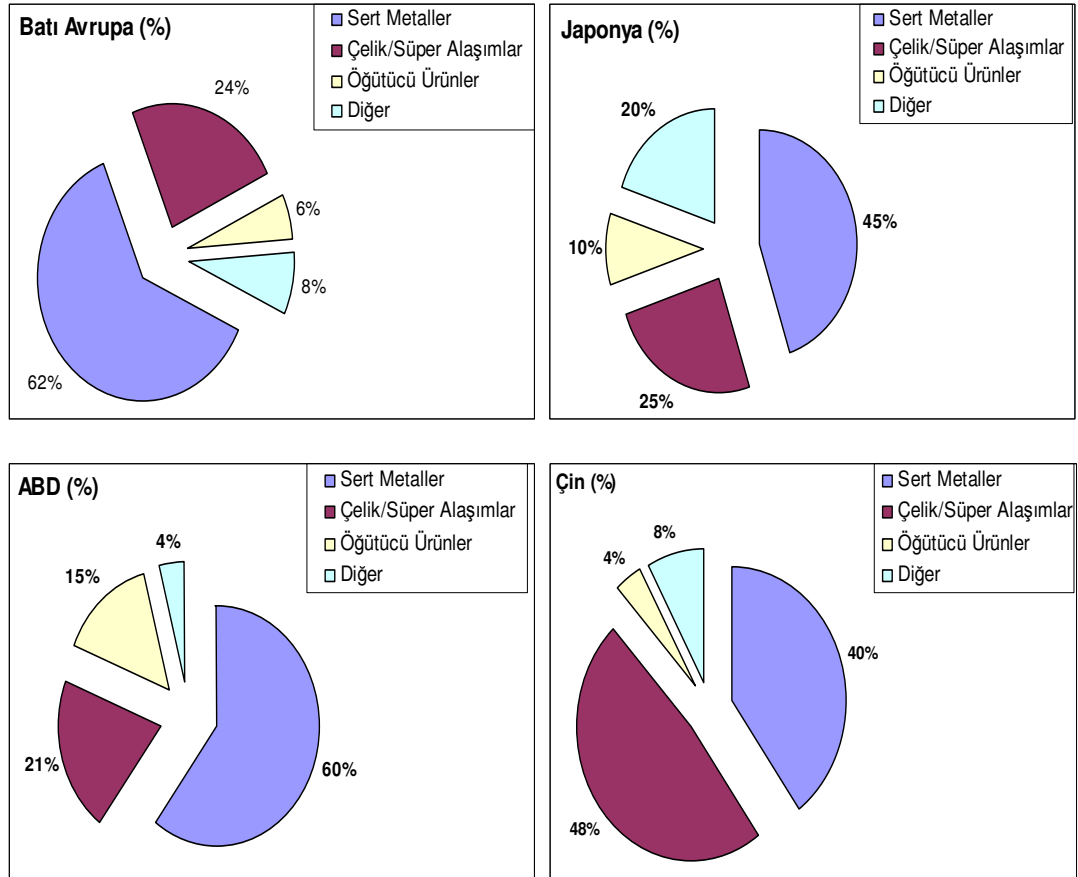
Ülkemizde Bursa-Uludağ yöresinde bulunan şelit cevherleri, ortalama % 0,5 WO<sub>3</sub> tenörüne sahiptir. 1977 yılında Etibank tarafından açılan bir konsantrasyon tesisi ile bu cevherden gravimetrik metotlarla % 60–65 WO<sub>3</sub> içerikli şelit konsantresi üretimi ve ihracı amaçlanmıştır. Tesis yılda 3000 ton % 65'lik WO<sub>3</sub> konsantresi üretimine sahip olmasına rağmen, 1978 yılında 10, 1979 yılında 82, 1981 yılında 124, 1982 yılında ise 183 ton %60–65 WO<sub>3</sub> tenörlü satılabilir konsantre üretebilmiştir. Cevherleşmenin pirit inklüzyonlu yapıda olması ve ancak % 30–40 WO<sub>3</sub> tenörlü konsantre üretiminin ekonomik olarak gerçekleştirilebilmesi yüzünden tesis 1989 yılında kapatılmıştır. Tesiste halen bekletilen % 30–40 WO<sub>3</sub> tenörlü konsantrenin dışarıya satımındaki ana problemler, düşük tenörünün yanında konsantrelerdeki yüksek kükürt içeriğidir (% 4-7 S) [6].

D.P.T.'nin yukarıdaki istatistiksel değerler üzerine yaptığı yorum, anlaşıldığı kadarıyla, konsantre ihracatını kısıtlamaktadır. Oysa gerek volfram filaman üretiminde, gerek volfram karbür esaslı kesici takım uçlarının ya da en azından çeşitli granülasyonda metalik volfram tozuna benzer uç ürünler üretilerek satılması gerekmektedir. Böylece, katma değeri yüksek **metalik uç ürünlere yönelik** sınırlı

cevher üretimi ile bu ulusal doğal kaynağın gelecek kuşaklar için korunması çok daha akılcı olacaktır.

### 2.3 Volframın Kullanım Alanları

Volfram genel olarak sert metal üretiminde kullanılırken bunun yanında, süper alaşımlı çeliklerde ve öğütücü özellikte ürünlerde kullanılmaktadır. Bu ana kalemlere ait bilgiler Şekil 2.1’de ülkelere göre kullanım alanları ile verilmektedir.



Şekil 2.1: Volframın Kullanım Alanlarının Ükelere Göre Değişimi [5]

Volframın teknolojik uygulamalarını gruplandırarak örnekleme gerekirse [1–5]:

**Volfram Karbürler:**

- Kesici takımlar: Madencilik ve Delici Ekipmanlarda
- Aşınmaya dayanıklı yüzeyler: Vites yataklarında
- Şekillendirme aletleri: Kalıplarda
- Yüksek basınçlı ekipmanlarda: Pompa salmastra diskleri

**Diğer Metallerle Alaşımları: Ni- Co Yapılı Süper Alaşımlı Çeliklerde**

**Metalik Volfram :**

- Toryum alaşımlı kaynak elektrotları
- Lamba filamanı
- Çekirdek filamanı olarak (metal matriksli kompozitler için fiber üretimi)
- Elektron Vericilerde (Emitter)
- Fırın Elemanlarında
- Isı Kalkanlarında
- Özel amaçlı ark fırını elektrotları
- Ark lambalarının elektrotlarında
- Kontaktörlerde
- Elektronikte (optik gritler)
- Roket nozullarında
- Yüksek hızlı rotorlarda ve hızlı yazıcılarda
- Yarı iletkenlerde (Silisyum için taban olarak)
- Penetratör: Zırh Delicilerde
- Nükleer reaktörlerde reaksiyon durdurma kafeslerinde



**Şekil 2.2:** Uygulama Alanına Örnekler [1]

## 2.4 Volframın Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Refrakter metaller grubunda yer alan ve ayırt edici özelliklere sahip volfram metalinin özellikleri sırasıyla Tablo 2.3–2.8’de verilmektedir.

**Tablo 2.3:** Volframın Atomik ve Nükleer Özellikleri [7]

|                    |                                                                                               |       |      |       |       |
|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-------|------|-------|-------|
| Kafes tipi         | Hacim Merkezli Kübik (HMK)                                                                    |       |      |       |       |
| Kafes parametresi  | 3,158 Å                                                                                       |       |      |       |       |
| Atom numarası      | 74                                                                                            |       |      |       |       |
| Atom izotopları    | 180                                                                                           | 182   | 183  | 184   | 186   |
| İzotop % oranları  | 0,135                                                                                         | 26,41 | 14,4 | 30,54 | 28,41 |
| Atom ağırlığı:     | 183,85 g/mol                                                                                  |       |      |       |       |
| Elektron dizilimi: | $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^{10}, 4s^2, 4p^6, 4d^{10}, 4f^{14}, 5s^2, 5p^6, 5d^4, 6s^2$ |       |      |       |       |

**Tablo 2.4:** Volframın Fiziksel Özellikleri [7]

|                  | Koşul                          | Birim             |           |
|------------------|--------------------------------|-------------------|-----------|
| Yoğunluk         | Teorik                         | g/cm <sup>3</sup> | 19,3      |
|                  | 1500 °C'de Ön Sinterlenmiş     | g/cm <sup>3</sup> | 10,0-13,0 |
|                  | 2800-3000 °C'de Sinterlenmiş   | g/cm <sup>3</sup> | 16,5-17,0 |
|                  | Döner Dövülmüş 15 mm'den 4mm'e | g/cm <sup>3</sup> | 17,6-19,2 |
|                  | Çekilmiş 0,15 mm'den 0,01mm'e  | g/cm <sup>3</sup> | 19,2-19,3 |
| Çekme Mukavemeti | Sinterlenmiş İngot             | MPa               | 110,3     |
|                  | Döner Dövülmüş 5 mm İngot      | MPa               | 393       |
|                  | Döner Dövülmüş 5 mm İngot      | MPa               | 737,7     |
|                  | Çekilmiş 1 mm Tel              | MPa               | 1378,9    |
|                  | Çekilmiş 0,5 mm Tel            | MPa               | 1813,3    |

**Tablo 2.5:** Volframın Isıl Özellikleri [7]

|                  | Birim         |                      |
|------------------|---------------|----------------------|
| Ergime noktası:  | °C            | 3410                 |
|                  | K             | 3683                 |
| Isıl iletkenlik  | cal/cm/sec/°C | 0,38                 |
| Özgül ısı        | cal/g/°C      | $3,4 \cdot 10^{-2}$  |
|                  | cal/g/°C      | $3,65 \cdot 10^{-2}$ |
| Ergime ısısı     | cal/g/°C      | ~60                  |
| Buharlaşma ısısı | cal/g/°C      | ~1150                |

**Tablo 2.6:** Volframın Elektriksel Özellikleri [7]

|                        | Koşul   | Birim       |       |
|------------------------|---------|-------------|-------|
| Elektriksel Direnç     | 20 °C   | mikroohm.cm | 5,5   |
|                        | 227 °C  | mikroohm.cm | 10,5  |
|                        | 727 °C  | mikroohm.cm | 24,3  |
|                        | 1727 °C | mikroohm.cm | 55,7  |
|                        | 2727 °C | mikroohm.cm | 108,5 |
|                        | 3227 °C | mikroohm.cm | 90,4  |
| Elektriksel iletkenlik | 20 °C   | mmho.cm     | ~0,18 |

**Tablo 2.7:** Volframın Radyasyon Özellikleri [7]

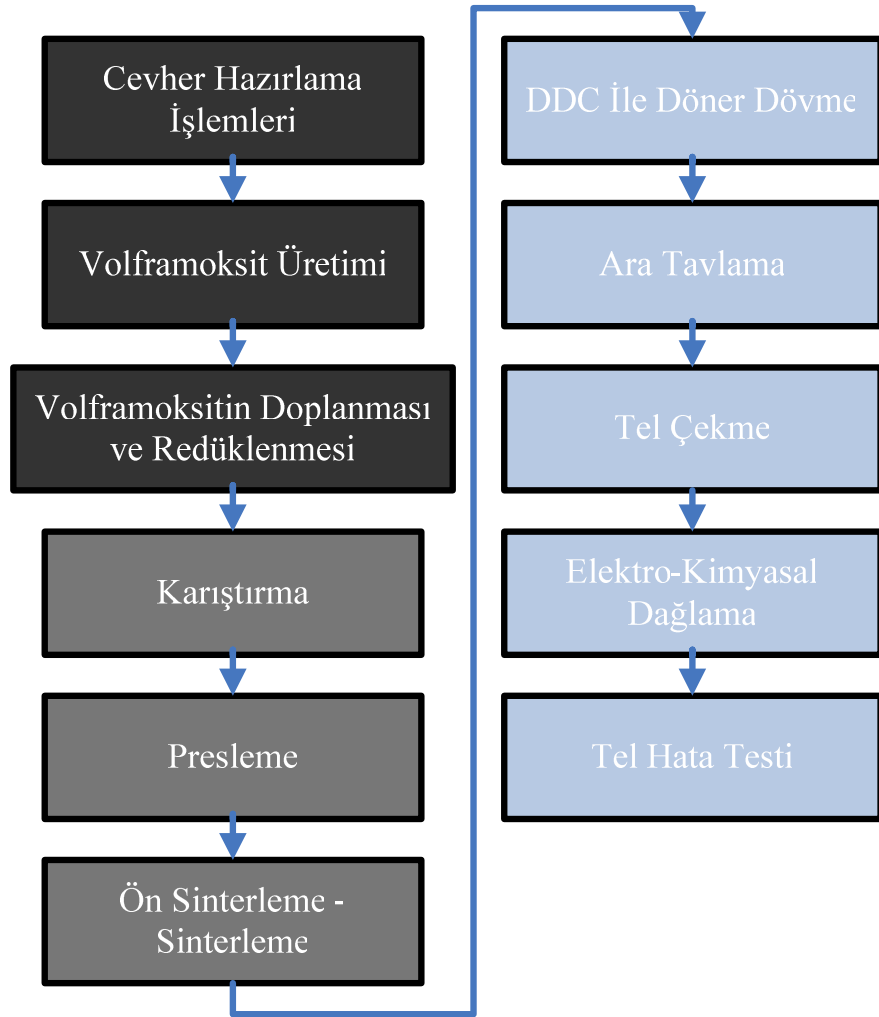
|                             |          |   |      |
|-----------------------------|----------|---|------|
| Karakteristik X-ray ışıması | K serisi | Å | 0,21 |
|                             | L serisi | Å | 1,48 |

**Tablo 2.8:** Volframının Çeşitli Atmosferlerdeki Davranışı [7]

| Atmosfer                                                          | Davranış                                                                                                                                                                   |
|-------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Solunan Hava Ortamı veya Oksijen                                  | 20 °C'de pratik olarak oksitlenme gerçekleşmez, 427°C'de oksitlenmeye başlar ve kuvvetli oksitleri 900 °C ve üzerinde oluşur                                               |
| Kuru Hidrojen Ortamı (nem<0,5 g H <sub>2</sub> O/m <sup>3</sup> ) | Ergime noktasına kadar stabil                                                                                                                                              |
| Hidrojen Ortamı (nem>20 g H <sub>2</sub> O/m <sup>3</sup> )       | 1377 °C'ye kadar stabil<br>Bu sıcaklığın üzerinde oksitlerin uçmasıyla mlz. zarar görür                                                                                    |
| Parçalanmış Kuru Amonyak                                          | Ergime noktasına kadar stabil                                                                                                                                              |
| Azot                                                              | 2027 °C'ye kadar stabil<br>2327 °C'nin üstünde nitrasyon başlar                                                                                                            |
| Su                                                                | Stabil                                                                                                                                                                     |
| HF+HNO <sub>3</sub>                                               | Hızlı çözünme reaksiyonu gerçekleşir                                                                                                                                       |
| NaOH ya da KOH (çözelti)                                          | Stabil                                                                                                                                                                     |
| NaOH ya da KOH (ergimiş)                                          | Havada yavaş bir şekilde oksitlenirken oksitleyici ajanlar (KNO <sub>3</sub> , KNO <sub>2</sub> , KClO <sub>3</sub> , PbO <sub>2</sub> ) var ise hızlı çözünme gerçekleşir |
| Metalografi İçin Dağlama Solüsyonları                             | K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> temel solüsyonu<br>H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + Amonyak<br>HNO <sub>3</sub> + HF                                                     |

## 2.5 Volfram Tel Üretim Teknolojisi

Temel olarak 1900'lerin başından itibaren kullanılmaya başlanılan volfram filaman üretim yöntemi günümüzde de tel üretim yöntemi olarak kullanılmaya devam etmektedir. Gelişen teknolojiye paralel olarak üretim maliyetlerini azaltmak, daha teknoloji-yoğun çalışma koşullarını oluşturmak için, proses kademelerinin temel mantığı değiştirilmeden, kullanılan cihazların modernizasyonu amaçlanmıştır. Temel işlem kademeleri Şekil 2.3'teki akış şemasında açıklanmaktadır.



Şekil 2.3: Volfram Tel Üretim Prosesi

## 2.5.1 Metalik Volfram Toz Üretimi

### 2.5.1.1 Cevher Hazırlama İşlemleri

Literatürde yirmiden fazla volfram ihtiva eden mineral mevcutsa da, ancak şelit ve volframit ekonomik olarak işletilen volfram mineralleridir.

#### —Şelit ( $\text{CaWO}_4$ )

Kalsiyum volframit olarak ta adlandırılan şelit, saf halde iken % 80,6  $\text{WO}_3$ , % 64 W içerir. Beyaz, kirli beyaz, sarımsı, pembemsi renklerde bulunmaktadır. Sertliği 4.5 mohs, yoğunluğu  $6 \text{ g/cm}^3$  tür. Yumuşak ve kırılmandır [1].

#### —Volframit ( $\text{Fe, Mn}\text{WO}_4$ )

Değişik oranlarda  $\text{Fe}^{2+}$  ve  $\text{Mn}^{2+}$  karışımı gösteren volfram mineraline genelde volframit denir. %20'den fazla FeO içeren mineral Ferberit ( $\text{FeWO}_4$ ), %20'den fazla MnO içeren mineral Hübnerit ( $\text{MnWO}_4$ ), aradakiler ise volframit olarak adlandırılır. volframit %60 W ihtiva eder. Rengi siyah olup, sertliği 5,5 mohs, özgül ağırlığı  $7,5 \text{ g/cm}^3$  tür [1].

Cevher hazırlama işlemleri kırma, öğütme gibi tane serbestleştirme prosesleri ile başlayıp, boyut tasnifi yapılan cevher sallantılı tezgâhta ayırmaya tabi tutulduktan sonra manyetik ayırım gerçekleştirilir. Bu ayırmadan sonra flotasyon işlemlerine tabi tutulan cevherden konsantre üretilmiş ve cevher hazırlama işlemleri tamamlanmış olur.

### 2.5.1.2 Volfram Oksit Üretimi

Değişik konsantre türlerine göre volfram oksidin pirometalurjik ve hidrometalurjik olmak üzere iki ana üretim yöntemi vardır. İki yöntemde de volframik asidin suda çözünürlüğünün olmayışından faydalananarak APT (Amonyum Para Tungstat) üretilir, elde edilen bu APT bileşiğinin termal olarak parçalanması esastır. Volfram oksit bu parçalanmanın ürünü olarak elde edilir.

### 2.5.1.3 Volfram Oksidin Doplanması ve Redüklenmesi

Termal parçalanmanın ürünü olarak elde edilen volfram oksidin piroliz sıcaklığına göre değişik oranlarda oksit içerdiği bilinmektedir. Koruyucu hidrojen atmosferi altında elde edilecek ürünün kullanım amacına uygun olarak yapılan mikro alaşımlama işlemine “doplama” denir. Bu işlem redüksiyonun mavi oksit

kademesinde redüksiyonla birlikte ilerlemektedir. Başlangıç oksit kademesi ve işlem paametreleri son ürünün tane morfolojisini belirlediği gibi, kullanım esnasında tane büyümesine sınır koyup yapıya NS özelliği kazandırmaktadır.

## 2.5.2 Volfram Rod Üretimi

### 2.5.2.1 Karıştırma

Rod üretiminde kullanılacak olan volfram tozunun safiyeti ve özellikleri çok iyi kontrol edilmelidir. İstenilen özellikler nihai ürüne göre değişmekle birlikte, yüksek tonajlı partiler söz konusu olduğunda üretimden önce örnekler alınıp mutlaka test edilmelidir. Tane boyutu dağılımı çok önemli olup, tane boyutu tespiti için birçok metot uygulanır. Bu işlem için pratik olan kademeli eleme gibi yöntemler tercih edilir. 5000–10000 kg’lık partiler halinde bakır ya da paslanmaz çelik haznelerde karıştırılırlar. Daha küçük kapasiteler için genellikle 1000 kg’lık karıştırıcılar söz konusu olup, ısınma esnasındaki oksidasyonu engellemek için azot gazı kullanılır. Toz karıştırıldıktan sonra gaz geçirmez ve darbe engellemek üzere yaylar üzerine oturtulmuş haznelerde saklanarak bloklaşmalar engellenir [2].

### 2.5.2.2 Presleme

Rodların üretiminde ilk kademe, tozun değişik şekillerdeki çelik kalıplarda hidrolik ya da pnömatik olarak basınçla sıkıştırılması işlemidir. Kalıplarda kullanılan çelik malzeme sert ve aşınma dayanımına sahip alaşımlardan seçilmelidir [2]. Tablo 2.92’da volfram tozunun preslenmesinde kullanılan kalıpların alaşım aralığı verilmektedir.

**Tablo 2.9:** Volfram Tozunun Preslenmesinde Kullanılan Kalıpların Alaşımı [2]

| %C        | %Mn       | %W      | %Cr       | Sertlik       |
|-----------|-----------|---------|-----------|---------------|
| 2,15–2,25 | 0,30–0,35 | 0,5–0,6 | 12,5–12,8 | 750-850 V.P.N |

Presleme sırasında 200–250 MPa bir basınç uygulanır. Genel olarak yüksek basınç kırılabilirliğin engellenmesi ve yaş mukavemetin iyileştirilmesi açısından önemlidir [3]. Günümüzde volfram rod presleme işlemleri hemen hemen tüm işletmelerde CIP (soğuk izostatik pres) ile yapılmaktadır. Presleme basıncı son derece kritik bir büyüklüktür. Basınç yetersizliği durumunda preslenen parçanın kalıptan çıkarılıp

sinter fırınına aktarılması veya manupülasyonu, dağılma nedeniyle zorlaşır. Optimum olan basınçtan daha yüksek bir basınçta presleme yapıldığı zaman ise iki türlü sorunla karşılaşılır:

- Yüzeyde sinterleme çabuk olacağından buhar basınçları nispeten düşük olan empüriteler dışarı çıkmaya fırsat bulamayacaktır. Empüriteler volframdan hafif olduğu için, elde edilen ingotların yoğunlukları düşük olacaktır.
- Abartılı tane büyümesi görülecektir.

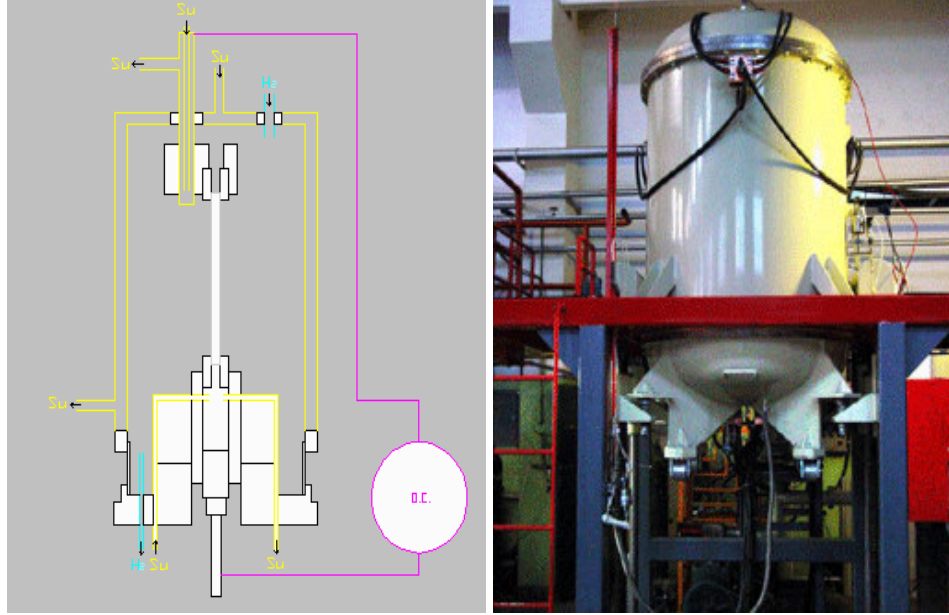
### 2.5.2.3 Ön Sinterleme

Preslenmiş bir çubuğun yoğunluğunun  $10,7-11 \text{ g/cm}^3$  olması beklenmektedir. Preslemeden sonra elde edilen çubuklar çok kırılgan olduklarından molibden kızaklarla taşınırlar. Molibden dirençli tüp fırınlarda, hidrojen atmosferinde, 30 dakika kadar pişirme işlemi yapılır.  $1100-1350 \text{ }^\circ\text{C}$  arasında pişirilen bu çubuklarda taneler arası bağlanma gerçekleşmesine rağmen malzemede belirgin bir yoğunlaşma gerçekleşmez. Bu işleme ön sinterleme denmektedir [3]. Belirgin bir tane büyümesi olmamasına rağmen, bu işlemin ardından rodun mukavemetinin artması sebebiyle rod elle rahatlıkla taşınabilecek hale gelmiş olur. Bunun nedeni, yüzeydeki oksitlenmiş küçük tanelerin redüklenerek daha iri taneler arasında çimento gibi bağlayıcı işlevi görmesidir. Rod bu durumda poröz bir yapıya sahip olup kırılganlığı yüzünden işlenebilecek durumda değildir. Bu sebeple sinterleme işlemi uygulanmalıdır [2].

### 2.5.2.4 Sinterleme

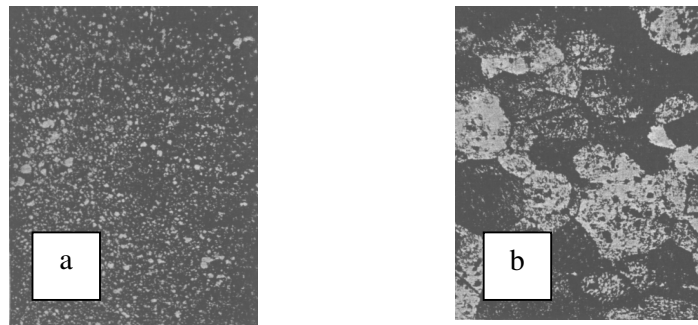
Sinterleme işlemi koruyucu gaz atmosfere sahip haznelerde yapılır. İşlem temel olarak su soğutmalı civa kontaklar vasıtasıyla rod üzerinden doğru akım uygulanması esasına dayanmaktadır. Geçirilen akımın rodun üzerinde oluşturduğu dirençle ergime noktasına yakın bir sıcaklığa ulaşabilmektedir. Yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi gereken sinterleme işlemi bu sayede başarılabilmektedir [2]. Üst ve alt kontaklardaki civa toksik etkisi nedeniyle sızdırmaz plastik contalar arasında kullanılmaktadır. Daha büyük boyuttaki rodların sinterlenmesinde “Butt-Sintering” adı verilen kombine sistemler kullanılmaktadır. Bu tip sinterlemede kontaklar su soğutmalı volfram olup uç kayıpları daha az olmaktadır. Bu tip modern sinterleme ünitelerinde birçok hazne birbiri ile seri bağlanarak paralel su ve hidrojen beslemesi ile aynı anda birçok rod sinterlenirken, yedekte bırakılan hazneler sayesinde bakım

ve onarım kesintisiz olarak yapılabilir. Bu metot üretim alanını daralttığı gibi hidrojen ve suyu daha ekonomik olarak kullanır. Sinterleme dikey olduğu gibi yatay da yapılabilir. Rodun sıcaklığı optik filamanlı pirometre ile haznelerde açılan bir gözcük yardımı ile ölçülebilir. Böylelikle birkaç ölçüm sonrası hangi voltaj-ampere aralığında hangi sıcaklığa çıktığı tahmin edilerek daha sonra bu bir reçete olarak kullanılabilir [2]. Şekil 2.4'te endüstriyel uygulamalarda kullanılan sinterleme hazneleri görülmektedir.



Şekil 2.4: Sinterleme Ünitesi [2]

Saflaştırma işlemi yüksek sıcaklıkta **uçurma (volatilization)** ile gerçekleşir. Doplanmış volframın sinter işlemi sonrası beklenen yoğunluğu yaklaşık olarak 17–17,8 gr/cm<sup>3</sup> değerleri arasında (teorik yoğunluğunun %88–92) bir büyüklüktedir [3]. Şekil 2.5'te ön sinterleme ve sinterleme sonrası malzemenin yapısal resimleri görülmektedir.



Şekil 2.5: (a) Ön Sinterleme Yapılmış Rod, (b) Sinterlenmiş Rod [2]

Sinterlemede dikkat edilmesi gereken unsurlardan biri uçurma yoluyla yoğunlaştırma hızıdır. Empüriteler poröz bir yapıdan daha kolay çıkacaklardır. Bu duruma özellikle volfram içinde çözünemeyen ve difüze olamayan potasyumun yapıyı terk etmesi açısından dikkat edilmelidir [8]. Saflaştırma işlemi, tam yoğunlaşmadan önce tamamlanır. Bu safhada büyük boyutlu gözenek oluşumu ve buna bağlı yoğunluk düşüşü engellenmelidir.

Sinterleme ile abartılı tane büyümesi ilişkisi (Exaggerated Grain Growth) düşük sinter yoğunluklarında ortaya çıkar ve işlenebilirliği kötü yönde etkiler. Bu durum, aşırı doplanmış tozlarda, düşük kalite belirtisidir; özellikle yüksek presleme basınçlarında ve sinterleme sırasında hidrojen atmosferinde bulunabilecek sudan kaynaklanır [8].

Sinterleme sonrasında ingotta segregasyonlar ve yoğunluk farkları görülecektir. Bunun sebebi ingotun sıcaklığının merkezde yüksek, radyasyon ve konveksiyon yoluyla ısı kaybetmiş olan yüzeyde düşük olmasıdır. Merkezde yoğunluk fazla iken, daha soğuk olan yüzeyde ve köşelerde yoğunluk daha azdır. Başka bir farklılık ise potasyum içeriğidir. Potasyum, daha önce söylendiği gibi volfram içinde çözünemez. Bu nedenle potasyum konsantrasyonu sıcaklığa ve buhar basıncına bağlıdır. Merkezin sıcaklığı daha yüksek olduğundan potasyum içeriğinin bu bölgede yüzeye göre daha az olması beklenir. Bu durum toz volframın tane boyutuna da bağlıdır. Tane boyutu küçüldükçe, gözenek çökmesi nedeniyle, iç kısımdaki potasyum içeriği daha da azalacaktır. Diğer empüritelerde (difüze olabilenler) ise potasyumdaki durumun tam tersi geçerlidir. Bu empüriteler merkezde daha yoğun bulunurlar [3].

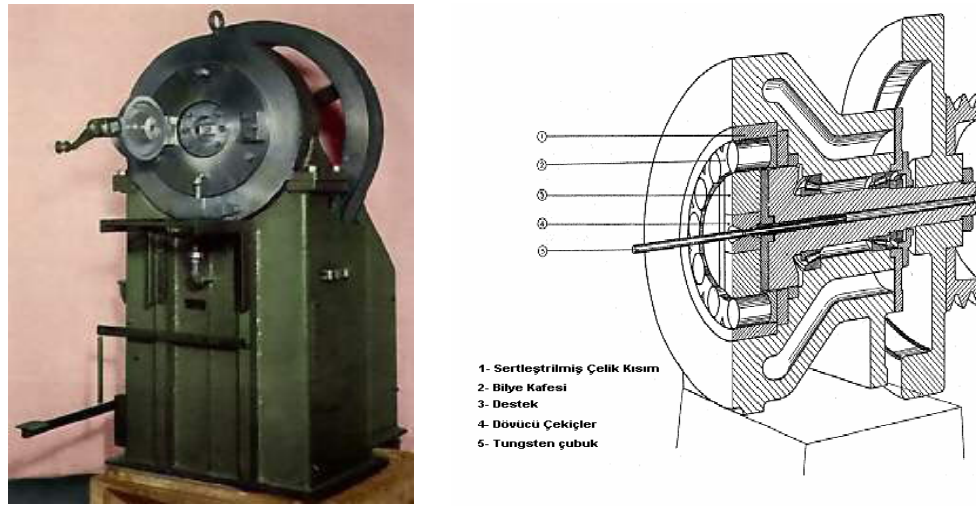
Yukarıda bahsedilen özelliklere ulaşabilmek için sistem parametreleri çok iyi kontrol edilmelidir. Kullanılan sıcaklığa ulaşılacak zaman çok önemlidir ve iyi kontrol edilmelidir. Bu takvimi, kullanılan metal tozu, uygulanan pres basıncı, kesit alanı kompozisyonu ve son üründen istenilen özellikler belirler. Sinterleme kademesi empüritelerin uzaklaştırıldığı son kademedir. Bu yüzden empüriteler yeterli buhar basıncına ulaştığında halen bir miktar poröz olan rod, empüritelerin uzaklaşabileceği sıcaklıklarda bir müddet bekletilmelidir. Eğer ısıtma hızı çok fazla olursa yapı poröz olur ve sonraki kademelerde deforme olup kullanılamaz hale gelir. Ayrıca, ısıtma hızından bağımsız olarak CaO ve Mo gibi empüriteler sinterleme ile giderilemez.

Sinterleme esnasında tane büyümesi sonucu rodlar bir miktar gevrekleşir. Kalın taneli ya da karışık taneli rodlar ince taneli rodlara göre daha zor işlenir ve daha yüksek sıcaklıklar gerektirir. Sinterleme sonrasında işlemler için bu sıcaklık 100 °C civarında bir farka sebep olurken, en uygun tane yoğunluğu 1500–2000 tane/mm<sup>2</sup>'dir. Düşük tane yoğunluğu daha sonraki kademelerde kopmalara sebep olduğundan tane yoğunluğuna da dikkat edilmelidir [2].

### 2.5.3 Volfram Filmaşın ve Tel Üretimi

#### 2.5.3.1 Döner Dövme İşlemi (DDC: Döner Dövme Cihazı) (Rotary Swaging)

Döner dövme işlemleri öncesinde oda sıcaklığındaki rod, mukavim fakat gevrek bir haldedir. Sinterlenmiş rod ancak yüksek sıcaklıklarda dövülebilir hale gelir ve haddelenebilir. Filmaşın ve tel üretimi için toz metalurjisi yöntemleri ile hazırlanan rod kademeli çap düşürme işleminin yapıldığı DDC'de dövme işlemine tabi tutulur. Şekil 2.6 da Döner Dövme Cihazını ve parçalarını görülmektedir.

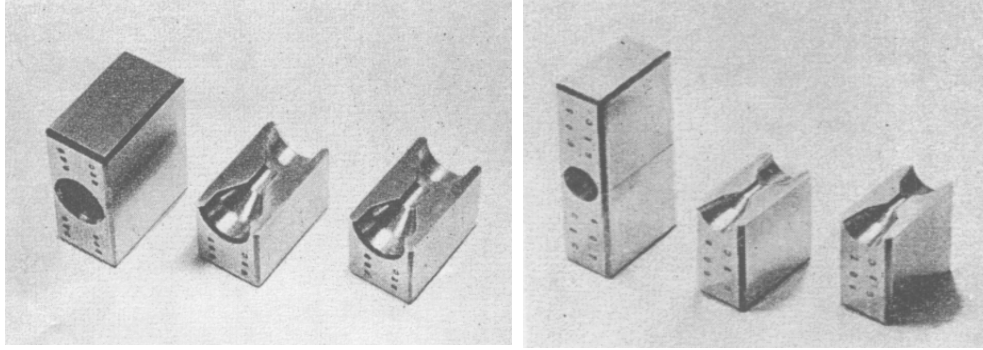


Şekil 2.6: DDC ve Şematik gösterimi [17]

DDC 5 ana parçadan oluşmaktadır. Bunlar;

- Ana gövde
- Sertleştirilmiş Çelik İç Kaplama
- Bilye kafesi
- Destek
- Dövücü çekiçler

DDC'nın dönüş hızı 300 rpm ile 1500 rpm arasında değişmektedir. DDC lokmaları volfram karbür ya da kobalt bazlı süper alaşımlardan imal edilmiştir. Yaklaşma (giriş) açısı  $30^\circ$  civarındadır. Volfram çubuğun ekseninde hızlı bir şekilde dönmekte olan lokmalar, santrifüj kuvvetiyle uzaklaşıp, bilyelerin verdiği tepki ile sürekli çarpma hareketi yaparlar. Böylece, çubuk dakikada 10000'e yakın darbe almış olur [3]. Şekil 2.7'de döner dövme cihazına ait lokmalar görülmektedir.



**Şekil 2.7:** Döner Dövme İşleminde Kullanılan Lokmalar [3]

İlk döner dövme işlemleri 1500–1600 °C civarında başlar ve çaptaki küçülmeye birlikte bu sıcaklık düşer. Sıcaklıktaki bu düşüş rod çapı, besleme hızı ve besleme şekli ile beraber Tablo 2.10 da verilmektedir.

**Tablo 2.10:** Volfram Rodun DDC'nda Çalışma Şartları [3]

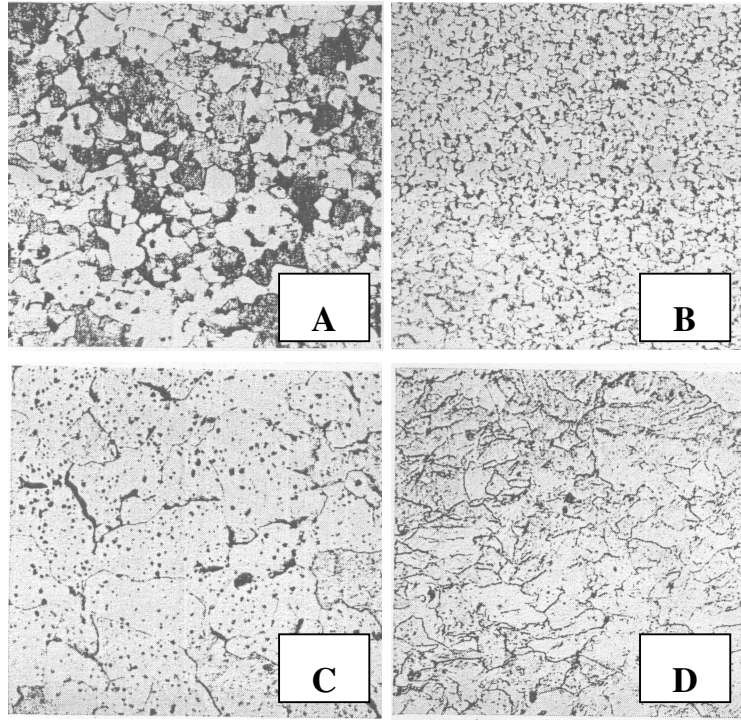
| Rod Çapı  | Sıcaklık | Besleme Hızı | Besleme Şekli |
|-----------|----------|--------------|---------------|
| 1,4 cm    | 1550 °C  | 183cm/dk     | Elle Besleme  |
| 0,76 cm   | 1400 °C  | 107cm/dk     | Sürekli       |
| 0,47 cm   | 1300 °C  | 167 cm/dk    | Sürekli       |
| 0,3048 cm | 1200 °C  | 213cm/dk     | Sürekli       |

Rod çapının düşmesi ve boyca uzama sonrasında döner dövme işlemi sürekli biçimde besleyici bilyeler vasıtasıyla gerçekleştirilir. Tek bir geçişte hem çubuğun ısıtılması hem de döner dövme işleminin gerçekleşmesi için tüp tipi bir fırın kullanılır. 1200–1500 °C derece civarında yapılan bu işlemde çubuk çapı 2 ila 4 mm aralığındadır. Ayrıca, döner dövme işleminin hızı çap boyutuna bağlı olarak 1–4 m/dk arasında değişmektedir. Boyut küçüldükçe hız artmaktadır. Bu şekilde sürekli çalışma

sayesinde volframın lifli yapısında artış sağlanır ve bu lifli yapı sünekliği ve tokluğu iyileştirir [3].

### 2.5.3.2 Ara Tavlama

Döner dövme işlemi kademesinden tel çekme kademesine geçişte en kritik işlem ara tavlama. İndüksiyonla ısıtma ya da dirençli tüp fırınlar kullanılmaktadır. Bu geçişte kopma, yırtılma, kırılma gibi hatalar oluşabilmektedir. Bu kademedeki ısıtma için kullanılan tüp fırının dövmedeki ısıtma ekipmanından tek farkı arzulanan kısmi yeniden kristalleşme sıcaklığına daha hızlı ulaşabilmesidir [3]. Şekil 2.8’de tavlama öncesi-sonrası mikro yapıları görülmektedir.



**Şekil 2.8:** Tavlama – Mikro Yapı İlişkisi 200X Büyütmede A: Sinterlenmiş Rod, B: 9,9mm Çaplı Ara Tav Öncesi Rod, C: 9,9mm Çaplı Ara Tav Sonrası Rod ve D: 4,2mm Çaplı Rod [3]

Ara tavlama öncesi tane yoğunluğu  $10,000 \text{ tane/mm}^2$  iken sonrasında bu rakam  $680 \text{ tane/mm}^2$  düşmektedir. Tavlama sıcaklıkları genelde  $2000$  ile  $2300 \text{ }^\circ\text{C}$  arasında seçilmelidir. Tavlamadan önce oksit tabakası mutlaka temizlenmelidir. Bunun nedeni, tavlama sırasında oluşabilecek noktasal gevrekleşmeleri önlemektir [3].

### 2.5.3.3 Tel Çekme

Tel çekme işleminde gerçekleştirilen çap daralması lokmalar ile sağlanır. Döner dövme işlemi kademesinden tel çekme kademesine geçişteki tek etken malzeme değildir. Aynı zamanda başlangıç ingotunun boyutu da önemlidir. 25\*25 mm kare kesitli rod 3-5mm çapa düşürülürken, 10\*10 mm kesitli rod 0,7–1,5 mm çapa düşürülür. Buradaki etkenlerden biri de üretilecek telin son çapıdır ve döner dövme işlemi bu doğrultuda bitirilir. Kalın çaplı filamanlar düzgün çap dağılımı ve sarılabilirlik için en az 10 defa normal tel çekme işleminden geçirilmelidir. Döner dövme işleminden çıkan tel 450–750 V.P.N. bir sertliğe sahiptir. Bu yüzden tel sıcak çekilmelidir. Ancak buna uygun kalıp malzemesi sınırlıdır. Gerçekte lokma malzemesi elmas olup, 0,25–0,3 mm’den düşük çaplarda kullanılmaktadır. Daha geniş çaplarda ise sement karbür lokmalar kullanılıp son pasoda elmas lokmalar kullanılarak yüzey-çap dağılım özellikleri pekiştirilir. Karbür lokmalar, elmas lokmaların özelliklerini sağlamasa da ekonomikliği yüzünden tercih edilir. Örneğin, 0,25 mm çapta karbür lokma, elmas lokmanın %15 maliyetindedir. 0,25 mm’nin altındaki çaplarda karbür lokma kullanmak tel çekme esnasında ortaya çıkan yüksek aşınma nedeniyle pratik değildir. Aynı aşınma problemi elmas lokmalarda 0,01mm’de başlar. Lokmalar çelik hazne içerisine pirinç alaşımı ile lehimlenerek sıcaklıktan korunur [2]. Tel yüzeyi döner dövme işleminden sonra temizlenirse, grafitle kaplamak gerekir. Grafiti temiz tel yüzeyine kaplamak zor olduğundan 700 °C civarında oksitleme yapılır ve ardından grafit kaplanır. Kalın çaplar için grafitin kıvamı agar-agar, amonyum alginat gibi orta viskozlukta olmalıdır. İnce çaplar için ise “aqua-dag” adı verilen bir hazne kullanılır ve tel bu haznedan geçirilir. Bu hazne sayesinde ana haznedeki süspansiyonu devir daim ile kullanmak daha pratiktir. Döner dövme işlemi, tel kademesine geçişte çatlak ve saçılmaların başladığı, kontrolün çok önemli olduğu bir kademedir. Düşük sıcaklıklarda uygulanan döner dövme işlemi daha sünek ürün verirken, tel çekme kademesinde bu aşırı süneklik uygun olmayabilir. Saçılmaya (Split) olan eğilim yüzünden tel lokmaya girmeden önce 1000–1100 °C’ye ısıtılmalıdır. Çaptaki azalma ile birlikte bu sıcaklık azalır ve 0,1 mm’nin altında 600–700 °C’ye düşer. Kalın çaplarda lokmanın soğutulması gerekirken, çapın azalması ile birlikte lokmalar 400 °C’de çalıştırılmalıdır. Isıtma metodu telin çapına ve çekilme hızına bağlıdır. Kalın çaplarda alev direkt telin üzerine verilirken çapın azalması ile birlikte ısı, direnci yüksek malzemeler ile

verilir. İlk pasolar 1–1,5 m çaplı geniş çemberlerle sarılırken, çaptaki azalma ile beraber süneklik arttığından daha küçük çemberlere sarılabilir. Redüksiyon miktarı %10’u geçmemeli ancak ilk kademelerde bu oran artırılabilir. 1 mm’den 0,01mm’e inerken 80–90 tane lokma kullanılır. Tele uygulanan çekme kuvveti kesit ile ilişkili olup, kesit alanı daraldıkça kuvvet artacak ve elastik limite yaklaşıldığı için daha düşük sıcaklıklarda çalışılacaktır [2].

#### **2.5.3.4 Elektro Dağlama**

Volfram kral suyundan ya da mineral asitlerinden etkilenmediği için uç açma (Tapering) işlemi  $\text{NaNO}_3$  ile yapılır. Bu reaksiyon çok fazla şiddetli olup telin lamba çalışma sıcaklığındaki lüminesansa ulaşmasına neden olur. Elektrolitik dağlama ise daha stabil olarak gerçekleşir ve ince teller için kostik solüsyonu kullanılır. Lokma deliğini 0,01mm’nin altına indirmek zor olduğundan sonraki redüksiyon dağlama ile yapılır. Ancak çapın düzgün dağılıma sahip olabilmesi için bu işlem olabildiğince hızlı yapılmalıdır. Genelde kullanılan dağlama reaktifleri örneğin “alkali potasyum ferrisiyanür” ya da “amonyum persülfat” daha yavaş çalışarak düzgün bir kristal yüzeyi oluşturur ve eğer çap %30’dan fazla düşürülürse bu yanlış olur. Doğru akımın kullanıldığı dağlama sistemlerinde tel anodu oluştururken, volfram rod katodu oluşturur. Doymuş kostik çözeltisi (elektrolit) porselen bir haznede depolanır. Tel solüsyondan sert plastik makaralar aracılığıyla 20–40 rpm hızda geçirilir. Eğer daha fazla redüksiyon gerekliyse tel bir defadan fazla aynı sistemden geçirilebilir. Burada üretilen telin yüzeyi çok parlak iken çap dağılımı lokmadan geçen tel kadar düzgün değildir.

Bir diğer alternatif çap daraltma işlemi ise katodik disintegrasyon argon deşarjıdır. 0,01mm çaptaki tel bu yolla 0,002mm’e indirilebilmektedir. Deşarjın akım başlangıcı 1mA iken çapla birlikte azalacaktır. Bu metot yalnız kısa teller için kullanılabilir. Tel çapı 0,5 mm’e kadar mikronmetre ile ölçülebilirken, daha ince çaplarda “mg/200mm” çevrimi ile çap tespit edilebilmektedir [2].

#### **2.5.3.5 Tel Hata Testi (Crack Detector)**

Teldeki en genel hatalar fiberler arası çatlak ya da ayrılma hatalarıdır. Eğer ergime sıcaklığı üzerinde çalışılırsa boylamasına ya da çaprazlamasına çatlaklar oluşabilir. Eğer çatlak yoksa burkulmadan dolayı hatalar oluşabilir. Eğer tel toryum oksit gibi empüriteler içeriyorsa saçılmalar daha fazla gözlemlenebilir. En basit yol dağlanmış

bir tel ucunun mikroskop altında incelenmesidir. Ultrasonik bazı özellikler hata noktalarında farklı davrandıkları için ultrasonik problemler ile hata tespiti yapılabilmektedir [2].

## 2.6 Volfram Filmanın Üretim Teknikleri

Metal işleme operasyonu iki özelliğe hizmet eder. Bu fonksiyonlardan ilki ingotların çok ince teller haline getirilip sarılabilir olarak hazırlanması, ikincisi ise metalurjik olarak yüksek sıcaklıktaki çalışma koşullarında kendi ağırlığı ile sarkmayan (Non-Sag) yapının korunacağı koşulların hazırlanmasıdır. Bu iki özellik birbiri ile çatışma halinde değildir ve ikisinin birden sağlanması gerekmektedir [7].

Volframın metal işleme aşamasında, izlenecek birkaç temel prensip vardır. Sinterlenmiş ya da yeniden kristalleşmiş volfram çok kırılgan bir malzemedir ve 400 °C üzerinde bir sünek-gevrek geçiş sıcaklığına (DBTT: Ductile-Brittle Transition Temperature) sahiptir. Uygun süneklik için çalışma sıcaklığının 1500 °C'yi aşması gerekmektedir. Volfram metalinin oda sıcaklığındaki sünekliği diğer metallerle zıt olarak işlem gördükçe artmaktadır. O nedenle uygun sünekliği sağlamak, sünek-gevrek geçiş sıcaklığını düşürmek için volfram metalurjik olarak soğuk işlenmelidir. Birçok metal gibi volframın yeniden kristalleşme sıcaklığı, yapılan iş miktarı arttıkça, azalır. Bu yüzden işlem ilerledikçe çalışma sıcaklığı kademeli olarak düşürülmelidir. Tel üretmek için kullanılan volfram rodlar, diğer metalik rodlarla kıyasla daha küçüktür. Bu durum, volframın küçük bir öz ısıya ve yüksek ısı iletkenliğe sahip olması gerçeği ile alakalıdır. Bu yüzden çok kısa bir zaman periyodunda çalışılabilir. Daha uzun periyotlarda ise rod dövülmek için yeterli sünekliğe sahip olmayacaktır. Aynı zamanda uzun periyotlar esnasında çalışma ekipmanlarının ısıyı alması sebebiyle daha hızlı soğuma gerçekleşecektir [7].

Volfram 700 °C ve üzerindeki sıcaklıklarda oksitlenmekte ve bu oksitler uçucu olup, oksitlenme katastrofik olarak gerçekleşmektedir. Bu yüzden fırın atmosferinin doğal oksitlenme ortamından arındırılması istenir. Ama işlem ekipmanlarından kaynaklanan, volframda kırılganlık oluşturan nikel, demir ve krom gibi empüriteler işlem esnasında yapıya girebilir. Bunu engellemek için yüzeyde koruyucu ince bir oksit tabakasının oluşturulması sağlanmalıdır. Bu sayede okside yapışacak olan empüriteler oksidin temizlenmesi ile yapıdan uzaklaştırılmış olacaktır. Bu avantajdan faydalanmak amacıyla bir miktar malzeme kaybına göz yumulabilir [7]. Volfram

filmaşın üretiminde esas olarak iki temel yöntem vardır. Bunlar sadece döner dövme işlemi yahut haddeleme ve döner dövme işlemlerinin birlikte kullanıldığı yöntemlerdir.

### **2.6.1 Döner Dövme Cihazı (Rotary Swager) ile Filmaşın Üretimi**

Döner dövme işlemi volfram için ilk defa Coolidge tarafından kullanılmıştır. DDC yarım daire şeklinde boşluğa sahip iki zıt lokma ve çelik destekler içerir. Lokmalar ve arkalıkları döner mil içine oturtulmuştur. Bu milde 10–12 tane küçük silindir ve boşlukları vardır. Milin dönme hareketi ile arkalıkların silindirlerden aldığı hareket ile lokmalar birbirine itilir ve bu sayede rod dövülmüş olur. Dönme hareketinde arkalıkların silindirler ile temasının kesildiği bölgelerde lokmalar açılarak rodun ilerlemesi sağlanır. Milin dönme hızı DDC boyutlarına bağlı olarak değişse de 300–1500 rpm aralığındadır. Lokmalar volfram karbürlerden yapılabildiği gibi kobalt bazlı süper alaşımlarda kullanılabilmektedir. Lokma profilinde giriş yatağının çapı rod çapının yaklaşık iki katı olmakla birlikte, yaklaşma açısı olarak ta genelde 30° kullanılır. Bununla birlikte küçük bir çıkış açısı da vardır. Lokmaların yatakları hafif bir ovalliğe sahiptir, bu sayede lokmaların aşırı yüklenmesi engellenmiş olur. Sinterlenmiş rod mutlaka el ile dövülmelidir. Bu kademede rod elektrikli bir tüp fırında hidrojen atmosferinde yaklaşık 1500 °C'ye ısıtılır. DDC operatörü rodu fırından hızlıca alarak yarısı dövülene kadar DDC'ye sürülmeli ardından ters çevirerek tüp fırına geri almalıdır. Rod tekrar yeterli ısıya ulaştınca bu sefer diğer yarısı DDC'ye sürülmelidir. Bu işlem rodlar sürekli dövme için yeterli uzunluğa ulaşıncaya dek devam eder. Ardından rodlar gaz ısıtmalı bir hattan geçirilerek DDC'ye yüklenir. Ardından bir set yükleme silindiri ile yeterli uzunluğa ulaşıncaya kadar diğer bir DDC ve ısıtma haznesine aktarılır. Yeterli uzunluğa sahip rodlar iki ya da üç DDC arada ısıtma hatları olmak şartıyla sürekli olarak sürülebilir. Ayrıca her DDC'nin hızı bu sürekli akışa uygun olmalıdır. Döner dövme işlemi devam ederken çap azaldıkça yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerine çıkılmaması için tavlama sıcaklığı aşağıya çekilir. Döner dövme işleminin bittiği 2–4 mm çaplarda sıcaklık 1200 °C ve altına iner [7].

Döner dövme işlemi hızı aynı zamanda çapın bir fonksiyonudur ve kalın çaplar için 1m/dakika iken daha ince çaplar için 4m/dakikaya çıkmaktadır. DDC'ye rodların sürülmesi ise lokmalar tarafından birim zamanda gerçekleşen vurma işlemine

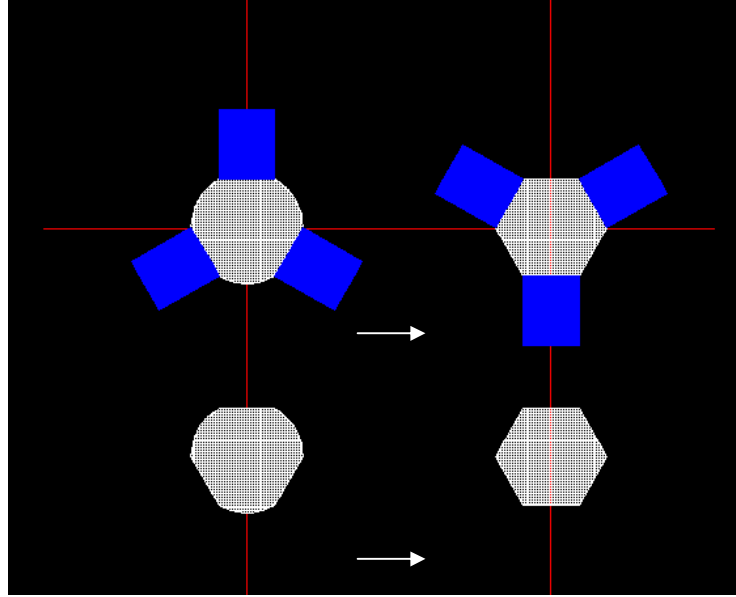
bağlıdır. Gereken vuruş miktarı bir nokta için bir defadır. Eğer bu vuruş sayısı çok fazla olursa o noktada oluşacak aşırı ısınma sonucu çatlak oluşma ihtimali artacaktır. Ancak vuruş sayısı yetersiz olursa yüzeyde pürüzlenme oluşacaktır. Döner dövme işleminin başlangıç çaplarındaki redüksiyonu %10 civarında tutulurken, ilerleyen aşamalarda daha düşük çaplarla birlikte %35'lere çıkabilmektedir. Döner dövme kademesinin bitip tel çekme işleminin başlaması için tel taslağının belirli bir uzunluğa ve sünekliğe sahip olması gerekmektedir. Ancak hâlihazırda bu tel taslakları kırılgan bir yapıya sahip olduklarından tel çekme aşaması başlamadan bükülebilirlik özelliğine sahip değildirler. Bütün şartlar altında bu tel taslakları 2–4 mm çaplara sahiptirler [7].

## **2.6.2 Haddeleme ile Filmaşın Üretimi**

Diğer bir metot ise haddelemedir. Haddelemede iki metot mevcuttur. Bunlar “İki Silindirli” ve “Kock” haddeleme teknikleridir. İki silindirli sistemde iki hadde ve bir takım olukla haddeleme işlemi gerçekleştirilmektedir. Bu oluklar kare ya da oval şekillerde olup her iki durumda da son haddelemede dairesel şekle sahiptirler. Bu kalıntı iş miktarlarını arttırmak ve iş miktarının daha üniform bir hal alması için yapılır. Haddelerin çalışma hızı 30 m/dakika mertebesindedir. İngotlar yine tüp fırınlarda 1600 °C ve üstüne ısıtılır. Her ara kademedede yeniden ısıtma gerekirken rod uzunluğu belli bir boyuta çıkınca tüp fırında ısıtma imkânı olmadığından tel çekme için yeterli uzunluktaki boyutlara döner dövme aşaması ile getirilir. Burada çaptaki redüksiyon % 40 mertebelerindedir [7].

Kock haddeleme ise en yeni geliştirilmiş volfram işleme metodudur. Kock haddesi 6 ya da 12 hadde içeren tandemdir. Bu sistemin şematik olarak gösterimi Şekil 2.9'da görülmektedir. Her stant 3 adet hadde içerir. Bu haddeler birbirleri ile 120 derece yapacak eş kenar üçgen oluşturacak bir şekle sahiptir. Her stant 180 derece dönme yapabildiği için çıkan ürün altıgen bir yapıya sahip olacaktır. Redüksiyon miktarı kademeli olarak değişmekle ilk çaplarda %17–22 iken son çaplarda daha küçük miktarlarda redüksiyon gerçekleştirilir. Bu hadde çok hızlı çalışan, çıkış hızı 10 m/saniye olan bir haddedir. Bu hızda gerçekleştirilen hadde işleminde rodların sıcaklığı adyabatik olarak oluşan ısı ile korunur ve hız değişimleri ile birlikte rod sıcaklığı kontrol edilebilir. Bu sayede bir seri haddeyi kesintisiz olarak kullanabilme imkânı doğar. Bir diğer avantaj ise üç noktadan gerçekleştirilen haddeleme ile

boyuna oluşabilecek çatlak oranları azalır. Aynı zamanda diğer çalışma sistemlerinde 1400 °C civarında ara ısıtmalar gerekebilmektedir. Burada ise ara ısıtmalara gerek kalmadan istenilen sayıda stanttan geçirebilme imkânı vardır [7].



**Şekil 2.9:** Kock Hadde Çalışma Prensibi

## **2.7 İndüktif Tavlama Esnasında Gerçekleşen Yeniden Kristalleşme Olayı**

Uygulanan metal işleme prosesini desteklemek amacıyla bir ya da birkaç defa yeniden kristalleşme tavlama uygulanmaktadır. Normal çalışma pratiğinde rodlar çalışılmayacak kadar deformasyonla yüklendiği vakit tavlama gerçekleştirilmektedir. Ama volfram metali söz konusu olunca birçok başka parametre göz önüne alınmak zorundadır. Kullanılan rodlar genelde dikdörtgen şeklinde olduğundan ilk dövmelelerde gerçekleşecek yuvarlamalar esnasında kenarlarda fazladan iş yüklemesi olacaktır. İşte bu kademedeki yapılacak olan tavlama ile sonraki aşamalar için daha uniform bir iş dağılımı sağlanabilir. Rod tel taslağı haline gelip çekme işlemine verilmeden önce yapılan tavlama oluşturulacak kaba taneler sayesinde işlem sertleşmesi en az düzeye indirilebilir. Ancak bu tavlama sonrası mutlaka dövme işlemi yapılarak tel çekme işlemi esnasında oluşabilecek kopmalar engellenmelidir. Büyük tane yapısı kopmalara sebep olabilmektedir. Burada tane boyutunun kontrolü yeniden kristalleşmenin hangi kademedeki gerçekleştirileceğinin tespiti ile yapılır. Örneğin 0,25 mm çapta ve altında üretilen tel için son tavlama 5mm civarında yapılmalıdır ve tane sayısı 100 tane/mm<sup>2</sup> olmalıdır. 0,5–1 mm arasında üretilen tel

için yapılacak son tavlama ise 9mm civarında yapılmalı ve tane sayısı yaklaşık 500 tane/ mm<sup>2</sup> olmalıdır [3].

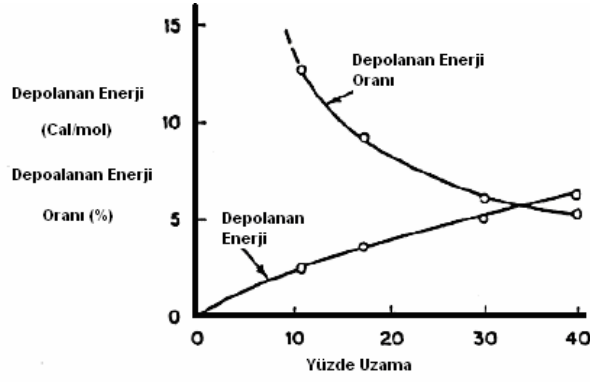
Tavlama sıcaklığının 2000–2300 °C civarında olması kullanılacak ekipmanları kısıtlar. İndüksiyon ve kendiliğinden dirençli tüp fırınlar kullanıldığı tavlama kademesinden önce yüzeyde oluşan oksit temizlenerek oluşabilecek noktasal gevreklikler engellenir. Kısa rodlar için sıcak kostik çözeltisi yeterli olurken, uzun rodlar için sürekli bir elektrolitik temizleme tercih edilmelidir. Tavlama esnasında rod hidrojen atmosferinde korunmalıdır. Sıcaklık optik olarak kontrol edilerek yeniden kristalleşmenin düzgün olduğundan emin olunmalıdır [3].

### **2.7.1 Yeniden Kristalleşme Kavramı**

Bu bölümde soğuk deformasyon sonrası yapılması gereken ara tavlama esnasında gerçekleşen olaylar incelenerek volfram metali için geçerli olan durumlar genel olarak ele alınacaktır.

#### **2.7.1.1 Soğuk Deformasyon Esnasında Depolanan Enerji**

Bir metal plastik olarak, ergime sıcaklığından düşük sıcaklıklarda deforme ediliyorsa soğuk işlem görüyor denir. Bu sıcaklık değerinin kesin bir limiti yoktur, çünkü bu sıcaklık değeri malzemenin kompozisyonuna bağlı olduğu kadar uygulanan deformasyonun oranı ve miktarı ile de iligidir. Ancak genel bir yaklaşım yapılması gerekirse mutlak ergime sıcaklığının yarısından daha düşük sıcaklıklarda yapılan işlem soğuk işlem olarak adlandırılabilir ( $0,5 \cdot T_c(W) = 1841,5 \text{ K} = 1568 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Soğuk işlem esnasında harcanan enerjinin büyük bir miktarı ısı olarak açığa çıkarken, çok küçük bir kısmı metalin içinde deformasyon sonucu oluşan değişik kafes hataları ile gerilme enerjisi olarak depolanır. İçeride hapsedilecek enerji miktarı metalin kompozisyonu ve deformasyon hızı ve sıcaklığı gibi proses parametreleri ile bağlantılıdır.



**Şekil 2.10:** Yüksek Saflıkta Bakırın Soğuk Deformasyon Esnasında Depoladığı Enerjinin Yüzde Uzama İle Değerlendirilmesi [9]

Şekil 2.10’da yüksek saflıktaki bakırın deformasyon esnasında gerçekleşen yüzde uzama ile depolanan enerji miktarının nasıl değiştiği verilmektedir. Depolanabilecek enerji miktarı, deformasyonun şiddetini artırarak, saflığı azaltarak ve deformasyon sıcaklığını düşürerek artırılabilir. Plastik deformasyon esnasında depolanan enerjiye dislokasyon sayısındaki artış ve nokta hataları açısından da bakmak mümkündür. Örneğin yumuşak tavllanmış haldeki bir metalde dislokasyon yoğunluğu  $10^6-10^8 \text{ cm}^2$  gibi değerlerde iken soğuk deformasyon sonrasında  $10^{12} \text{ cm}^2$  mertebelerine ulaşmaktadır. Bu da depolanan enerji miktarındaki artışa kanıt olarak gösterilebilir. Deformasyon miktarı artarken deformasyonların çakışmaları sonucu oluşan noktasal hatalarda artmaktadır [10].

### 2.7.1.2 Serbest Enerji – Depolanan Enerji İlişkisi

Deformasyon görmüş malzemenin serbest enerjisi tavllanmış malzemeye oranla daha yüksektir. Aradaki fark ise yaklaşık olarak depolanan enerji miktarı ile ilgilidir. Bu arada, oluşan entropi değişimi depolanan enerji miktarına göre çok küçük olduğu için ihmal edilebilmektedir. Bu değişimler,  $\Delta G$  serbest enerji ve  $\Delta E$  depolanan enerji olmak üzere denklem 2.1 ve 2.2’de gösterilmektedir.

$$\Delta G = \Delta E - \Delta PV - \Delta VP - \Delta TS - \Delta ST \quad (P, T, V \text{ SABİT}) \quad (2.1)$$

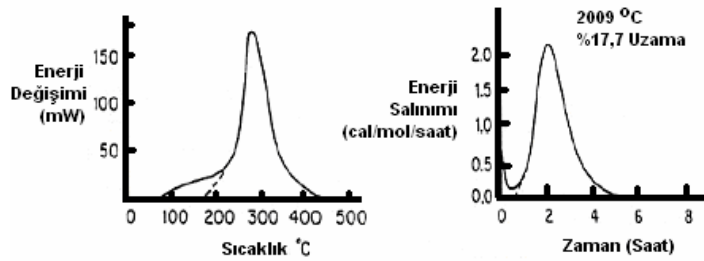
$$\Delta G \approx \Delta E \quad (2.2)$$

Deforme olmuş yapının serbest enerjisi tavllanmış halden daha yüksek olduğu için zamanla kendiliğinden bir yumuşama gözlenebilir. Ancak metal tavllanmış duruma, karmaşık deforme halinden dolayı, tek bir basit reaksiyon ile gelemmez. Atom veya

boşlukların hareketi gibi sıcaklığa çok duyarlı birçok etken bir araya gelerek metalin az bir ısıtma ile tavllanmış hale tekrar geri dönmesini sağlayabilir [10].

### 2.7.1.3 Depolanan Enerjinin Salınması

Deforme olmuş bir malzemenin tavllanmış haline geri dönerken depolanan enerjisini saldıgını bilmekteyiz. Bu özellik incelenirken temel olarak iki yöntem uygulanır. Bunlardan birincisi, sıcaklığın artırılarak sabit sürelerde enerjideki değişimin ölçüldüğü anizotermal tavlama; diğeri ise sabit sıcaklıkta süreler değiştirilerek ölçümlerin yapıldığı izotermal tavlama.



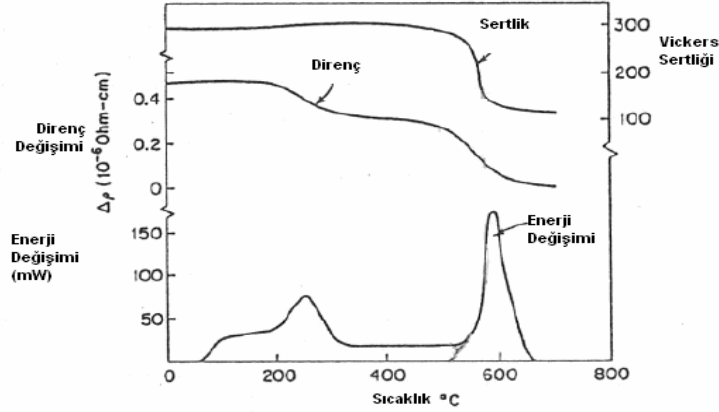
Şekil 2.11: Yüksek Saflıktaki Bakırın Eş Zaman ve Eş Sıcaklık Eğrileri [9]

Şekil 2.11’de verilen her iki eğride de salınan enerjinin maksimuma ulaştığı ve bittiği bir nokta vardır. İşte bu noktaya ulaşmak, yeniden kristalleşme adı verilen olay ile gerçekleşir. Kesikli çizginin solundaki eğrinin altında kalan alan ise toparlanma adı verilen proses kademesi esnasındaki enerji salınmasını karakterize eder. Çizginin sağındaki kısmın altında kalan alan ise yeniden kristalleşmenin gerçekleştiği andaki enerji salınmasını belirtir. Tavlama prosesi toparlanma, yeniden kristalleşme ve tane büyümesi kademelerinden oluşmaktadır [9].

### 2.7.1.4 Toparlanma

Metaller soğuk deformasyona uğradıkları vakit fiziksel ve mekanik özellikleri değişir. Mukavemeti, sertliği ve elektriksel direnci artan malzemenin sünekliği ise azalır. Bununla birlikte, X-ışınları tekniğiyle yapılan gözlemlerde soğuk deformasyon yapısı kendisine has bir karakter göstermektedir. Laue paterninde görülen deforme tek kristalli yapı, kafes etrafında dizilim gösterirken; Debye-Scherrer fotoğrafında ise çok kristalli yapının keskin olmayan genişlemiş difraksiyon pikleri oluşturdukları görülür.

Toparlanma evresinde fiziksel ve mekanik özellikler ilk hallerine dönmeye başlarlar. Ancak bu geri dönüş yeniden kristalleşme evresindeki kadar büyük olmaz. Bu değişimler Şekil 2.12’de verilmektedir.



**Şekil 2.12:** Yüksek Saflıktaki Nikelin Anizotermal Tavlama Eğrisi ile Özelliklerin Değişiminin İncelenmesi [9]

Farklı sıcaklıklarda yapılan tavlamalarda ise süre sabitlendiği vakit toparlanma oranının artan sıcaklıkla birlikte arttığı gözlemlenir [10]. Bu değişimler matematiksel olarak Denklem 2.3 ve 2.4’te görülür.

$$1/t = Ae^{-Q/RT} \quad (2.3)$$

$$t_1/t_2 = (e^{-Q/RT_2})/(e^{-Q/RT_1}) \quad (2.4)$$

#### 2.7.1.5 Poligonizasyon

Bir önceki bölümde toparlanma plastik deformasyonun basit bir şekliyle ilgili olarak anlatılmıştı. Toparlanma bu durumda artan dislokasyonların yok edilmesi olarak tanımlanabilir. Bu durum ters yönlü dislokasyonların, pozitif-negatif kenar dislokasyonlarının ve sağ el-sol el vida dislokasyonlarının kayma ve tırmanma mekanizmaları ile ilişkilendirilir. Bir başka toparlanma mekanizması ise poligonizasyondur ve genellikle bükülerek deforme edilmiş malzemelerde gözlemlenir. Bükülerek oluşturulan deformasyon X-ışınları gözlem metotları ile tespit edilebilmektedir [9].

#### 2.7.1.6 Düşük ve Yüksek Sıcaklıklardaki Toparlanma

Poligonizasyon çok karışık bir mekanizmadır. Basit reaksiyonların dışında yüksek enerji gerektiren tırmanma gibi kademelerle yürümektedir. Basitçe anlaşılacağı gibi

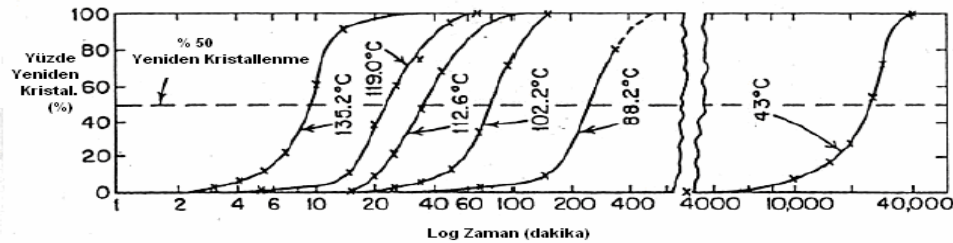
hızlı poligonizasyon için yüksek sıcaklıklar gereklidir. Ancak yüksek sıcaklıkların olmadığı tavlama koşullarında noktasal hataların engelleyici etkilerini azaltmaya yönelik bir toparlanma gerçekleşir. En büyük noktasal hatalar boşluk yapılarıdır [9].

#### 2.7.1.7 Dinamik Toparlanma

Daha önceki bölümde de bahsedildiği gibi yüksek sıcaklıkta gerçekleşen toparlanma sürecinde plastik deformasyon esnasında oluşan dislokasyonlar alt tanelere ya da tane sınırlarına hareket etmektedir. Birçok durumda bu hareket henüz plastik deformasyon esnasında oluşmaktadır. İşte bu olaya dinamik toparlanma denmektedir. Dislokasyonların tane yapısı oluşturmaya olan eğilimleri saf metallerde ancak düşük sıcaklıklarda gözlemlenebilir. Bununla birlikte daha yüksek sıcaklıklarda dinamik toparlanmanın etkisi daha kuvvetli olmaya başlar. Çünkü dislokasyon hareketliliğinin artması ve bunun sonucu olarak tanelerin daha düşük enerjiye yönelmesi, tane duvarlarının daha ince fakat daha keskin oluşması sonucunu doğurur; böylece daha büyük tanelerin oluşması ile sıcak çalışma koşullarında dinamik toparlanma daha baskın hale gelmektedir [10].

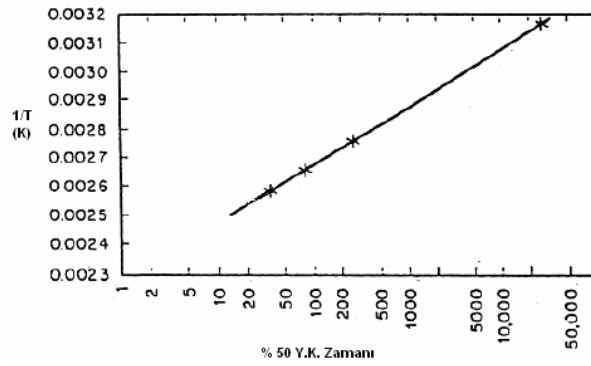
#### 2.7.1.8 Yeniden Kristalleşme

Toparlanma ve yeniden kristalleşme iki ayrı kavramdır. İzotermal tavlama eğrilerinin ilk kademesinde görülen toparlanmanın hızla başlaması ancak zamanla yavaşlaması tipik bir özelliktir. Bununla birlikte yeniden kristalleşmenin kinetiği tamamen farklıdır. Başlangıçta oldukça yavaş ilerleyen yeniden kristalleşme prosesi, hızlanarak bir maksimum noktasına ulaşır ve tekrar yavaşlayarak ısı salma işlemini bitirir. Toparlanma, depolanan ısının salınması prosesinde ilk kademe iken, enerji miktarı küçüktür. Buna karşılık yeniden kristalleşme, ikinci safha olmasına rağmen, salınan ısının büyük kısmı buradadır [9]. Şekil 2.13'te izotermal bir tavlama eğrisi görülmektedir



**Şekil 2.13:** Yüksek Saflıktaki Bakırın İzotermal Tavlama Eğrisi ile Yeniden Kristalleşme Miktarının İncelenmesi [9]

Yeniden kristalleşme üzerine çalışma yapmak için izotermal eğriler çizmek bir metottur. Bu diyagramda her eğri verilen bir sıcaklıkta zamanın fonksiyonu olarak oluşmaktadır. Buradan da anlaşılacağı gibi soğuk deformasyona uğramış her numune sabit bir sıcaklıkta değişik sürelerde tutularak elde edilen bu eş sıcaklıklı değerler bize yeniden kristalleşme davranışının zamana göre değişimini verir. Fırından alınan numuneler metalografik olarak incelenerek yeniden kristalleşme içerikleri ile ilgili bilgilere ulaşılır. Sıcaklığın etkisi yukarıdaki şekilden rahatlıkla anlaşılabilir. “S” şeklindeki eğriler tipik çekirdeklenme ve büyüme kademelerini temsil etmektedir. Aynı eğriler benzer şekilde aşırı doymuş katı eriyiklerin ikincil faz çökmesinde görülür [9]. Şekil 2.14’te yüksek saflıktaki bakır için yarı yeniden kristalleşme zaman-sıcaklık eğrisi verilmiştir.



**Şekil 2.14:** Yüksek Saflıktaki Bakırın Yarı Yeniden Kristalleşme Zaman-Sıcaklık İlişkisi [9]

Bu durum matematiksel olarak Denklem 2.5’te verilmiştir:

$$(1/T) = K \log_{10} (1/t) + C \quad (2.5)$$

$$T: \text{Mutlak sıcaklık} \quad (2.5a)$$

$$t: \text{Yeniden Kristalleşme Zamanı} \quad (2.5b)$$

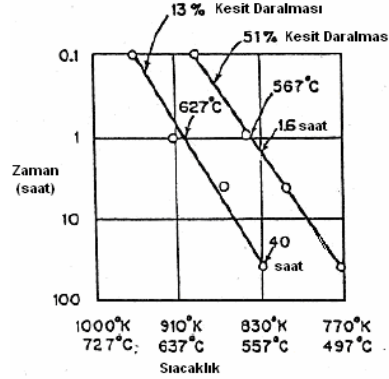
Bu diyagramdan aynı zamanda enerji ilişkisine de geçilebilmektedir:

$$1/t = A e^{-Q_r/RT} \quad (2.6)$$

Buradan elde edilen  $Q_r$  yeniden kristalleşmeye dair aktivasyon enerjisi olup boşlukların hareketi ile ilişkili olan aktivasyon enerjisi ile karıştırılmamalıdır.

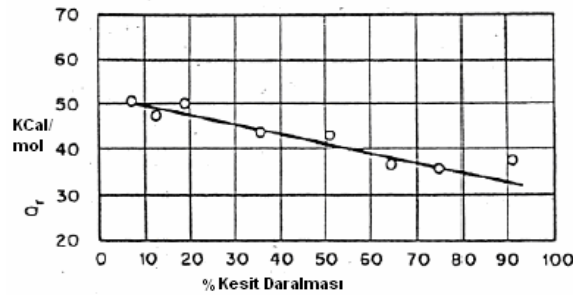
Sıklıkla bahsedilen yeniden kristalleşme sıcaklığı soğuk deformasyon görmüş malzemelerin 1 saatlik bir süreçte tamamen yeniden kristalleşmeye uğramaları için

gerekli olan sıcaklık olarak tarif edilebilir. Belirli bir zaman tanımlaması olmaksızın yeniden kristalleşme sıcaklığı verilemez. Sıcaklıktaki az bir değişme bile yeniden kristalleşme süresini etkilemektedir. Örneğin  $Q_r = 50$  kcal olan bir metal 1saat süre içinde  $323^{\circ}\text{C}$ 'de tam olarak yeniden kristalleşirken, sıcaklıktaki 10 derecelik bir artış zamanı yarım saate, 20 derecelik bir artış süreyi 15 dakikaya düşürebilmektedir [10].



**Şekil 2.15:** Zirkonyum İçin Değişik Soğuk Deformasyon Oranlarında Gerçekleşen Yeniden Kristalleşme Zaman-Sıcaklık İlişkisi [9]

Şekil 2.15'teki diyagramda DDC ile soğuk deformasyona uğramış zirkonyumun iki farklı oranda deformasyona uğradığı koşullarda elde edilen iki ayrı numunenin yeniden kristalleşme özelliklerine ait bilgilerden, çaptaki azalma ile birlikte, sabit sıcaklıkta, yeniden kristalleşme süresinin azaldığı anlaşılmaktadır. Bu diyagram dikkatlice incelenirse deformasyon oranları değişince yeniden kristalleşmenin sıcaklığa olan bağımlılığının değiştiği görülür. Bir başka deyişle yeniden kristalleşme aktivasyon enerjisi plastik deformasyon oranının bir fonksiyonudur.



**Şekil 2.16:** Zirkonyumda Değişik Soğuk Deformasyon Oranları İçin Gerekli Aktivasyon Enerjisi [9]

Şekil 2.16'da zirkonyum metali için aktivasyon enerjisinin deformasyon oranı ile nasıl değiştiği açıkça görülmektedir. Deformasyon oranı arttıkça aktivasyon enerjisi azalmaktadır. Yani,

$$1/t = A e^{-Q_r/RT} \quad (2.6)$$

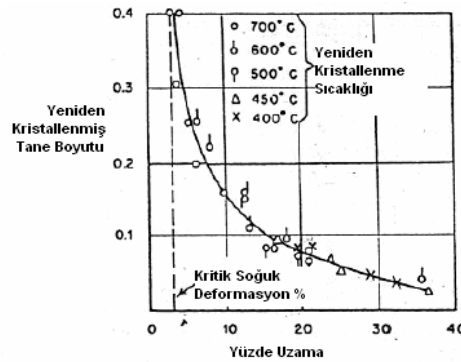
$$t = 1/(A e^{-Q_r/R(T_{son}-T_{ilk})}) \quad (2.7)$$

Daha fazla deformasyona uğramış malzemenin yeniden kristalleşme süresi giderek kısalmaktadır [9].

$$HIZ = A e^{-Q_r/RT} \quad (2.8)$$

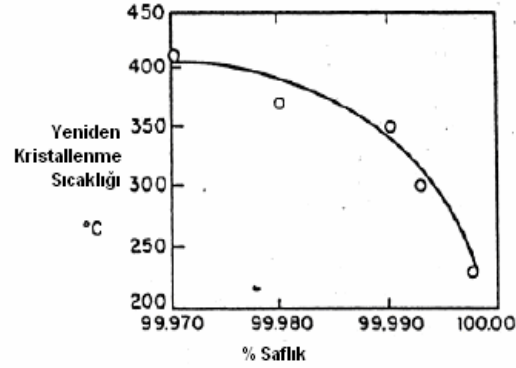
Daha öncede incelenen Denklem 2.8 reaksiyon hızlarını tanımlar. Ancak bu deneysel denklem atomar düzeyde yeniden kristalleşme mekanizması ile ilgili yeterli bilgi verememektedir. Yeniden kristalleşmenin bu özelliği çekirdeklenme hızının ve çekirdeklerin büyüme hızının iki farklı karakter göstermesinden kaynaklanır. N çekirdeklenme hızını ve G çekirdeklerin büyüme hızını temsil ederse  $N > G$  koşulu için nihai tane boyutu küçük kalmaktadır.  $G > N$  olduğunda ise tane boyutu büyür. Yeniden kristalleşme, itici gücünü soğuk deformasyon esnasında depolanan enerjiden sağlar. Bu durumda yeniden kristalleşme başlamadan poligonizasyonun başlamış olması gerekmektedir. Yeniden kristalleşmede alt tane sınırlarının yok olması ana işlem kademelerinden biridir.

Yeniden kristalleşme sonrası oluşan tanelerin boyutunu her ne kadar tavlama parametreleri belirlese de, malzemenin tavlama öncesi gördüğü işlem miktarı da tane boyutunu etkilemektedir. Pirinç alaşımı için bu değişim Şekil 2.17'de verilmektedir.



**Şekil 2.17:** Pirinç Alaşımının İlk Soğuk Deformasyon Oranına Göre Oluşan Tane Boyutu Dağılımı [9]

Ayrıca daha önce de bahsedilen N/G oranı tavlama sonrası oluşacak tane boyutunu birebir etkilemektedir. Yeniden kristalleşmeyi etkileyen diğer etkenleri sırasıyla saymak gerekirse: bunlar, metalin tavlama öncesi saflığı ya da bileşimi ve metalin tavlama öncesi tane boyutudur.



**Şekil 2.18:** % 80 Soğuk Haddelenmiş Alüminyum İçerisindeki Empürite Miktarının Yeniden Kristalleşme Sıcaklığı Üzerine Etkisi [9]

Bilindiği üzere metallerin saflık dereceleri arttıkça yeniden kristalleşmeleri kolaylaşmaktadır. Eklenen çok az miktardaki safsızlıklar bile yeniden kristalleşme sıcaklığını ve süresini büyük oranlarda arttırmaktadırlar. Bu değişimi alüminyum için Şekil 2.18’de görülmektedir. Başlangıç tane boyutunda küçük tanelerin hakim olduğu bir metalde tane sınırı yüzdesi artacak ve bunun sonucu olarak soğuk deformasyon esnasında yüklenen gerinim daha homojen bir şekilde dağılacak ve tavlama esnasında çekirdeklenme için daha fazla merkez bulunabilecek ve oluşacak tane boyutu daha küçük olacaktır. (Çünkü N/G oranı daha büyüktür)

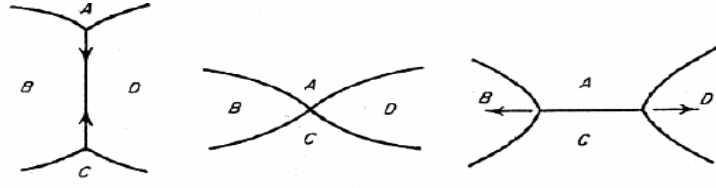
Tane büyümesinin tetikleyici gücü tane sınırlarının yüzey enerjisidir. Taneler boyut olarak büyümeye başlayınca tane sınırlarının alanı daralacak ve doğal olarak enerji miktarı da azalacaktır. Bu durum Denklem 2.9’da görülebilir.

$$\Delta P = 8\alpha / D \quad (2.9)$$

$$\Delta P: \text{fazla iç basınç} \quad (2.9a)$$

$$\alpha: \text{yüzey gerilimi} \quad (2.9b)$$

$$D: \text{çap} \quad (2.9c)$$



**Şekil 2.19:** Tane Büyümesi Esnasında Tane Kenar Sayısındaki Değişimi Açıklamak Üzere Önerilen Mekanizma [9]

Şekil 2.19'daki gösterimde tane büyümesi esnasında tane sınırlarında gerçekleşen durumlar simgesel olarak anlatılmıştır. Denklem 2.10, 2.11, 2.12, 2.13, 2.14, 2.15, 2.16, 2.17, 2.18, 2.19 ve 2.20 ve Şekil 2.20, 2.21'de tane büyümesi yasasının çıkarımı verilmektedir.

$$dD/dt = K'c \quad (2.10)$$

$$D: \text{çap} \quad (2.10a)$$

$$t: \text{zaman} \quad (2.10b)$$

$$K': \text{sabit} \quad (2.10c)$$

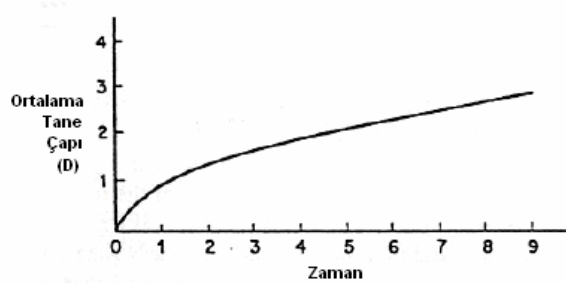
$$c: \text{sınır eğriliği} \quad (2.10d)$$

$$dD/dt = K/D \quad (2.11)$$

$$D^2 = Kt + c \quad (2.12)$$

$$D^2 - D_0^2 = Kt \quad (2.13)$$

$$D = k t^{1/2} \quad (2.14)$$



**Şekil 2.20:** İdeal Tane Büyümesi Grafiks gösterimi  $D = kt^{1/2}$  [9]

$$K = K_0 e^{-Q/RT} \quad (2.15)$$

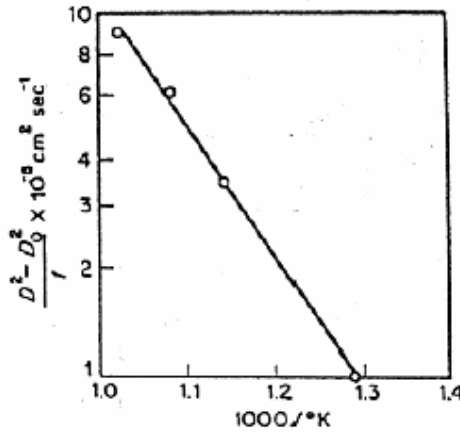
$$D^2 - D_0^2 = K_0 t e^{-Q/RT} \quad (2.16)$$

$$(D^2 - D_0^2)/t = K_0 e^{-Q/RT} \quad (2.17)$$

$$\log (D^2 - D_0^2)/t = - Q/(2,3RT) + \log K_0 \quad (2.18)$$

$$k = K^{1/2} = (K_0 e^{-Q/RT})^{1/2} = k_0 e^{-Q/2RT} \quad (2.19)$$

$$D = kt^n \quad (2.20)$$



**Şekil 2.21:** Tane Büyümesinin İzotermal Eğrilerin Eğimi Olarak Gösterimi [9]

### 2.7.2 Volfram Rodların Tavlanması Esnasında Gerçekleşen Yeniden Kristalleşme Olayı

Yeniden kristalleşme, geniş açılı tane sınırlarının oluşumu ve göçümü olarak tanımlanabilir. Yeniden kristalleşme olayı plastik deformasyona uğramış çok kristalli metal malzemelerin, belirli bir süre içerisinde gerçekleşen tavlanması esnasında faz dönüşümlerinin görülmediği yapısal değişimlerdir. Bu olay genellikle deforme olmuş malzemelerde gerçekleşir. Toparlanma olayı deforme olmuş yapının, geniş açılı tane sınırlarının göçü dışında tüm yapısal değişiklikleri kapsar. Toparlanmadan sonra, deforme olmuş kristallerin tane yapısı kimliğini korurken, yoğunluk ve hataların dağılımı değişir. Normalde yeniden kristalleşme tavlama 2 safhadan oluşur. İlk kademe, birincil yeniden kristalleşme adı verilen gerilimsiz tanelerin ortalama 1 mikronluk üniform bir boyuta ulaştığı safhadır. Bu olay genellikle kuvvetli deforme olmuş alanlarda, örneğin tane sınırlarında ve dislokasyon kesişme noktalarında görülür. Oluşan bu yeni taneler geniş tane sınırı açıları ile birbirlerinden

ayrılmış olup, ardından orijinal yapı tamamen değişene kadar kabaca eşit miktarlarda büyürler. İkinci kademe tane büyümesi olarak adlandırılan bu safhada, iki çeşit tane büyümesi vardır. Bunlar sürekli-normal tane büyümesi ve süreksiz tane büyümesidir. Normal tane büyümesinde taneler üniform bir şekilde büyürken, süreksiz tane büyümesinde ise üniform olmayan tane büyümesi ve bunun sonucunda bazı tanelerin daha fazla büyümesi gözlemlenir. Fazladan büyüyen taneler diğer bütün taneleri tüketerek birincil kristalleşmedekine benzer şekilde tüm matriksi kapladığından bu olay, ikincil yeniden kristalleşme, “abartılı tane büyümesi” ya da “kaba tane büyümesi” olarak adlandırılır. Bu olay fazladan büyüyen tanelerin diğer bütün taneleri tüketip tüm matrikse dağılmasına kadar devam eder [11].

Normal durumdan sapmalar aşırı ya da yetersiz soğuk deformasyon durumlarında gerçekleşir. Aşırı bir deformasyondan sonra yapılan tavlama esnasında dislokasyonlar seyrek olarak çok dar alanlarda toparlanır ve diğer az dislokasyon yoğunluğuna sahip bölgelerde geniş açılı tane sınırları ile birbirinden ayrılırlar. Bu, yeni bir tekstüre sahip, yeni bir yapının oluşması demektir. Bu prosese “anlık rekristalizasyon” denir. Yetersiz deformasyona uğramış metallerde, başlangıçta tavlama esnasında oluşan geniş açılı tane sınırları yer değiştirerek, az hasarlı bölgeyi geride bırakır. Buna da, gerilmeden doğan tane sınırı göçü denir.

Yeniden kristalleşmenin itici gücü, tane sınırlarındaki gerilim enerjisi ve yüzey enerjisi orijinelidir. Gerilim enerjisindeki farklar (dislokasyon yoğunluğu) deforme olmuş yapıdaki çekirdeklenmeye ve sınırların göçüne sebep olurken, tane sınırlarının yüzey enerjisindeki azalma, tane sınırını gevşetererek tanelerin büyümesini sağlar. Diğer yandan ikincil faz partikülleri, çözünmüş atomlar ve yüzey yivleri tane sınırlarının ilerlemesinde sürükleyici rol üstlenir [11].

#### **2.7.2.1 Tavlama Öncesi Telin Mikro Yapısı**

Doplanmış ya da doplanmamış yüksek deformasyona uğrayan volfram telin mikro yapısı burkulmuş fiber yapısına sahip ve çok uzamış taneler içerir. Hem tane sınırlarında hem de tane içlerinde yüksek bir dislokasyon yoğunluğu vardır. Nadir olarak taşınmış sınırlar da bulunur. Deformasyon tekstürü  $\langle 110 \rangle$  tipinde olup, diğer hacim merkezli kübik (HMK) metallere benzer özellikler gösterir. Buna rağmen Non-Sag volfram telde ikincil yoğun Potasyum içerikli faz, yapısal karakterde tel eksenine paralel şekilde ilerler ve bu durum bir karmaşaya sebep olur [11].

### 2.7.2.2 Volfram Teldeki Genel Yeniden Kristalleşme Karakteri

Yoğun olarak deformasyon görmüş volfram telin yeniden kristalleşmesi ile ilgili uzun zamandır yapılan çalışmalara rağmen henüz tam sonuçlar elde edilememiştir [11]. Araştırmalar genel itibariyle 0,5 mm ve altındaki çaplar için yapılmakla birlikte artan sıcaklığa bağlı olarak 2 karmaşık safha ortaya çıkar. İlk kademede, yüksek sıcaklıkla birlikte, hem doplanmış hem de doplanmamış volfram telde başlangıça kıyasla fiber tanelerinde daha üniform bir kabalaşma görülür. Gözlemlerden elde edilen sonuçlara göre, başlangıçtaki tane kabalaşması sadece dislokasyonların yeniden düzenlenmesi ve alt sınırların ( hücre duvarlarının) göçümü ile değil, aynı zamanda geniş açılı tane sınırı göçümü ile de ilgilidir. Bu safhada NS telde, K habbeleri tel doğrultusu boyunca dizilmiş durumda olup, bunlar tane sınırlarının göçümünü geciktirerek rekristalizasyonu engeller. Bu ilişki sayesinde kabalaşma oranı fiberleşmiş tanelerde belirgin olarak düşerken, telin kabalaşmış tane yapısına 2300 °C'ye kadar direndiği tespit edilmiştir [11].

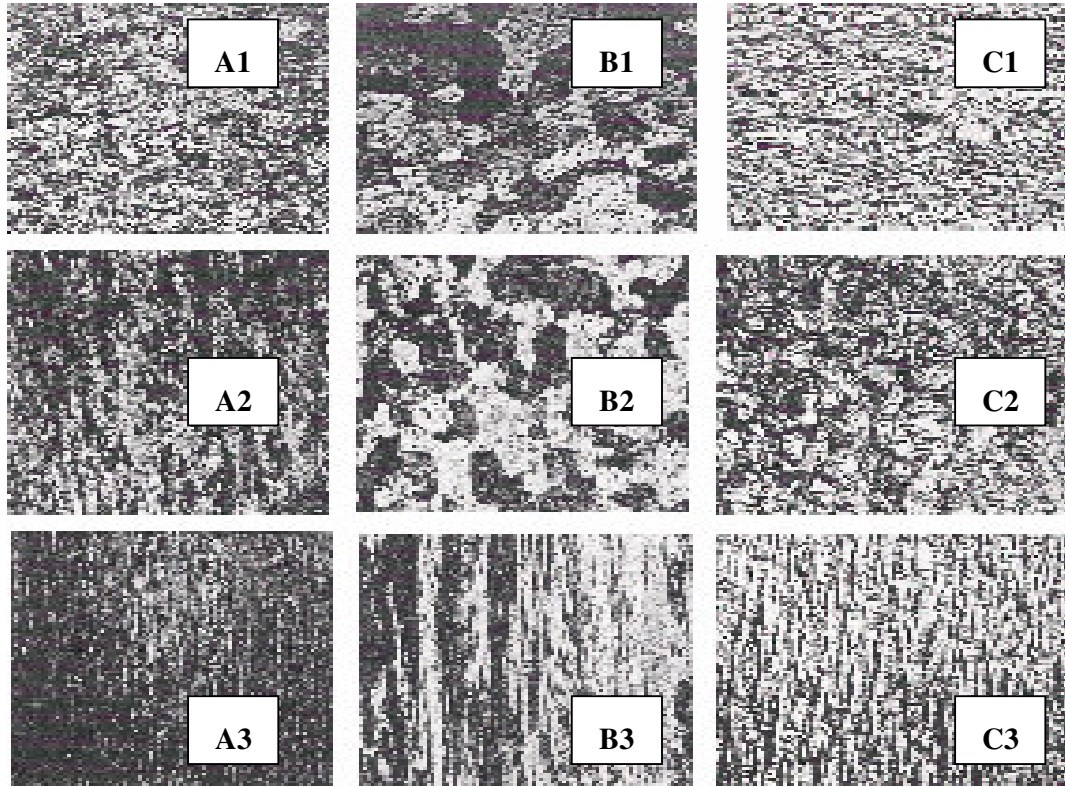
Bu konuda (tane kabalaşması mekanizması) halen süren tartışmalar vardır. Snow'a göre tane kabalaşması tane sınırı göçü ile ilgilidir. Daha önce ise Chen ve çalışma arkadaşları NS volfram telin tavlanması esnasındaki tane kabalaşmasının hem alt tane dizilimi ile hem de tane sınırı göçümü ile alakalı olduğunu gözlemlemişlerdir. Bu ekip tane kabalaşmasında tane sınırı göçünü, yeniden kristalleşmenin sadece ilk kademesinde ana model olarak belirtmiştir. İkinci safhada yüksek sıcaklıkla birlikte kabalaşmış tane yapısı hızla yeniden kristalleşmiş yapıya dönüşür. Bu dönüşüm, yoğun dövülmüş NS tel için 2000 °C gibi bir sıcaklık iken doplanmamış tel için 1000 °C civarındadır. Yeniden kristalleşmiş telde tane sınırı göçümünün habbeler ile engellenmesi sonucu düzensiz tane dizilimine sahip bir yapı oluşur. Bu durum, daha küçük, daha eşeksizli doplanmamış tel yapısında da gözlemlenir. Abartılı tane büyümesinin normal olmayan tane büyümesi sonucu olduğu anlaşılmaktadır. Bu durumda ortalama 4 taneden 2 tanesi diğerlerine nazaran daha fazla büyümüştür. Sonuç olarak potasyum habbe dizilimleri yeniden kristalleşmeden sonra dahi yapılarını korurlar. Snow çok az tanenin diğerlerine göre daha fazla büyümesini abartılı tane büyümesi olarak görmüştür. Alternatif bir açıklama olarak, Jansen, çok az tanenin diğerlerine göre daha fazla büyümesini, “bazı noktalarda dopantların aktivitesini yitirmesi ile noktasal olarak tanelerin büyümesi ve kritik kristal genişliğine ulaşması” olarak tanımlar [11].

## 2.8 Volframın Soğuk Deformasyon ve Tavlama Sonrasında Fiziksel Özelliklerindeki Değişim

Volfram toz metalurjisi ile büyük çapta üretilmiş ilk metallere biridir ve bu uygulamalar ışığında toz metalurjisi gelişerek diğer metaller için de uygulama alanı bulmuştur. Bu bölümde soğuk deforme olmuş ve tavllanmış volframın fiziksel özelliklerinde nasıl değişiklikler olduğu incelenecektir.

### 2.8.1 Mikro Yapı

Bir metal herhangi bir mekanik işlemle (dövme, haddeleme ve tel/folyo çekme) deformasyona uğradığında uygun kristalografik düzlemde kayma olayı gerçekleşir. Sinterlenmiş volfram rodun döner dövme işlemi ve tel çekme esnasında değişen mikro yapısı mikroskopla veya X-ışınları paterni ile gözlemlenebilir [2].



**Şekil 2.22:** Hidrojen Peroksit ile Dağlanmış Mikro Yapı Görüntüleri  
(A1: İnce taneli sinterlenmiş yapı, A2: 4,0mm'ye dövülmüş yapı, A3: 1,05mm'ye dövülmüş yapı (100 büyütme))  
(B1: Kaba taneli sinterlenmiş yapı, B2: 4,0mm'ye dövülmüş yapı, 3: 1,05mm'ye dövülmüş yapı (100 büyütme))  
(C1: Tek kristalli sinterlenmiş yapı, C2: 4,0mm'ye dövülmüş yapı, C3: 1,05mm'ye dövülmüş yapı (1000 büyütme)) [2]

### 2.8.2 Yeniden Kristalleşme Sıcaklığı

Diğer metallerde, uygulanan soğuk deformasyon miktarının artması ile beraber yeniden kristalleşmenin başladığı sıcaklık düşmektedir. Volframın soğuk deformasyon ile oluşan çok ince fibersi yapısı yüzünden yeniden kristalleşmenin başladığı sıcaklığın tespiti mikro yapı analizi ile zor olmaktadır. Volframın yeniden kristalleşmesi diğer metallere benzer olarak tane sınırlarında oluşmaya başlayan çekirdeklenme ve alt taneler ile gerçekleştiği tahmin edilmektedir.

Yeniden kristallenme sıcaklığı: → Çapa (Soğuk Def. Oranına)  
→ Kimyasal Bileşime  
→ Tavlama süresine bağımlıdır.

Görülen en düşük yeniden kristalleşme sıcaklığı 1000 °C civarında olup alümina veya torya ilavesi ile 2000 °C civarına çıkarken, malzemenin çekme mukavemeti ve sünekliği düşer ve gevrek bir hal alır [2]. Tablo 2.11’de bu değişim görülmektedir.

**Tablo 2.11:** Volframın Yeniden Kristalleşme Sıcaklığındaki Değişim [2]

| Malzeme                                                 | K $\alpha$ Işınının Görüldüğü Sıcaklık (°C) | Yeniden Kristalleşme Sıcaklığı (°C) |
|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-------------------------------------|
| Saf Volfram                                             | 600                                         | 800                                 |
| Eser Miktarda SiO <sub>2</sub> ve Na <sub>2</sub> O ile | 700                                         | 1100                                |
| 0,75% ThO <sub>2</sub>                                  | 900                                         | 1400                                |
| 1,5% ThO <sub>2</sub>                                   | 1000                                        | 2000                                |

Malzemedeki safsızlığın artması ile beraber yeniden kristalleşme sıcaklığı artmaktadır. 500-600°C altındaki ısı işlemlerde mikro yapısal bir değişim gözlemlenmez; buna karşılık toparlanmanın etkisi ile mekanik özelliklerde olumlu değişimler ortaya çıkar.

### 2.8.3 Yoğunluk

Volframın teorik yoğunluğu mükemmel bir volfram tanesinin kafes boşlukları ve atomik ağırlığı temel alınarak bulunur. 8 izotopu olan volframın doğada bulunma oranlarına göre ortalama atom ağırlığı ~183 olarak hesaplanır. Bu izotoplar ve nispi bulunma oranları Tablo 2.12’de verilmektedir.

**Tablo 2.12:** Volframın İzotopları [2]

| İzotopların Atom Ağırlığı       | Nispi Olarak % Bulunma Oranları |
|---------------------------------|---------------------------------|
| 180                             | <0,16                           |
| 181                             | <0,003                          |
| 182                             | 26,35                           |
| 183                             | 14,32                           |
| 184                             | 30,68                           |
| 185                             | <0,003                          |
| 186                             | 28,49                           |
| 187                             | <0,003                          |
| Ortalama Atom Ağırlığı (g/mol)→ | 183                             |

Hacim merkezli kübik kafes yapısına sahip olan volframda kafes başına hacimce 2 atom girdiği bilinmektedir. Kafes Parametresi ise farklı kaynaklara göre Tablo 2.13'te verilmiştir.

**Tablo 2.13:** Volframın Kafes Parametresi [2]

| Kaynak                     | Kafes Parametresi a (Å) |
|----------------------------|-------------------------|
| Davey(1925)                | 3,155                   |
| Van Arkel (1928)           | 3,158                   |
| Owen ve Iball              | 3,159                   |
| Ortalama Kafes Parametresi | 3,1573                  |
| Hacim                      | 31,4736                 |

Teorik Yoğunluk  $(2 \times (183 \text{ g/mol}) / ((6,02 \times 10^{23}) \times (31,4736 \times 10^{-24})) = 19,316 \text{ (g/cm}^3\text{)})$  olarak hesaplanabilir. Ayrıca rodun çaptaki daralmayla birlikte, yoğunluğundaki artış Tablo 2.15'de görülmektedir.

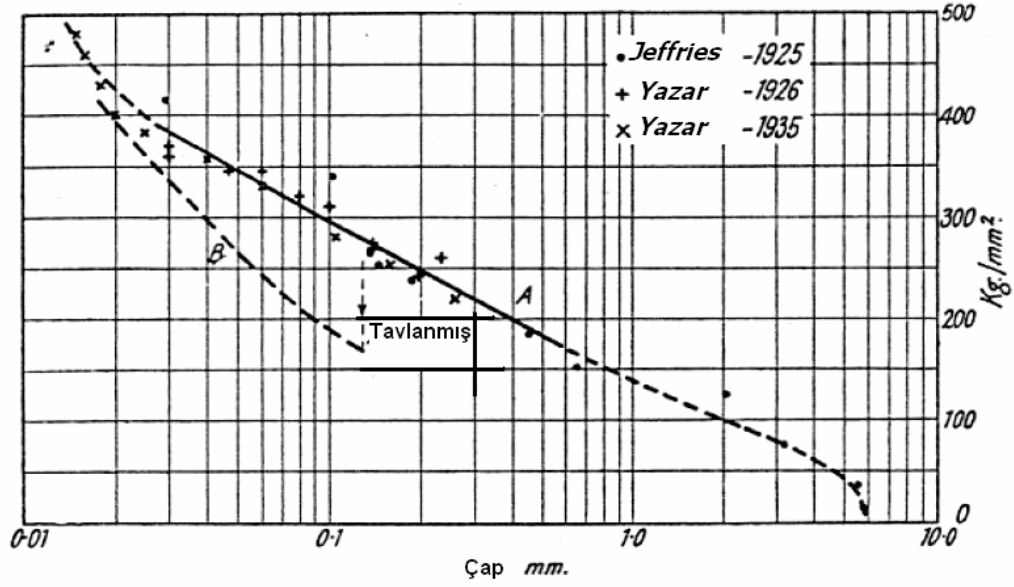
**Tablo 2.14:** Volframın Yoğunluğundaki Değişim [2]

| Çap (mm) | Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) |
|----------|-------------------------------|
| 5,6x5,6  | 17,00                         |
| 5,0      | 18,45                         |
| 4,0      | 19,00                         |
| 3,0      | 19,20                         |
| 2,0      | 19,22                         |
| 1,0      | 19,23                         |

## 2.8.4 Mekanik Özellikler

### 2.8.4.1 Çekme Mukavemeti

Rod halindeki sinterlenmiş malzeme DDC ile dövüldüğü zaman çekme mukavemetinde bir değişim gözlemlenir. Bu değişimin çaptaki azalma ile beraber nasıl değiştiği Şekil 2.24'teki diyagramda görülmektedir.



**Şekil 2.23:** 0,13mm Çapındaki Telin A:Normal ve B:Tavlanmış Haldeki Çekme Mukavemeti [2]

Daha düşük çekme mukavemetini yakalamak ve telin soğuk deforme edilebilirliğini arttırmak için ara tavlama uygulanır. Sinterlenmiş rodun işlem kademesinin ilerleyişine göre mekanik özelliklerindeki değişim Tablo 2.16'da verilmektedir.

**Tablo 2.15:** Volframın Çekme Mukavemetindeki Değişim [2]

| Malzeme(mm)      | Çekme Mukavemeti (kg/mm <sup>2</sup> ) |
|------------------|----------------------------------------|
| Sinterlenmiş Rod | 13                                     |
| 5                | 40                                     |
| 3                | 75                                     |
| 2                | 100                                    |
| 1                | 140                                    |

Aynı zamanda bu işlem kademeleri yerine çaptaki daralma da ele alınarak çekme mukavemetindeki artış gözlemlenebilmektedir

#### **2.8.4.2 Elastisite Modülü**

Sinterlenmiş rod tavlama işlemi görmemiş ve DDC ile dövülmüş hali ile elastisite modülü açısından bir artış göstermektedir. Ancak kalın çaplarda bu artışın tespiti çekme deneyi koşulları ile zorlaşmaktadır ve elde edilen bilgiler sağlıklı olmamaktadır. Esas itibari ile malzemenin elastisite modülünde bir değişim beklenmemesine rağmen malzemenin soğuk deformasyon esnasında anizotropi göstermesi nedeniyle (fibersi oluşum nedeniyle) değişiklik olacağı tahmin edilmektedir.

#### **2.8.4.3 Sertlik**

Volfram rodun dövme ile soğuk deformasyona uğratılması sonucu sertliğinde görülür bir artış olmaktadır. Bu artış Tablo 2.17’de açıkça görülmektedir.

**Tablo 2.16:** Volframın Sertlik Değişimi [2]

| Malzeme                 | Elmas Sertlik Değeri |
|-------------------------|----------------------|
| 9*9 mm sinterlenmiş rod | 255                  |
| 8,0 mm DDC ile dövülmüş | 400                  |
| 5,0 mm DDC ile dövülmüş | 407                  |
| 2700°C’de tavllanmış    | 392                  |
| 3,5 mm DDC ile dövülmüş | 474                  |
| 2,7 mm DDC ile dövülmüş | 483                  |
| 1,8 mm DDC ile dövülmüş | 488                  |

### 3. KONUYLA İLGİLİ OLARAK DAHA ÖNCE YAPILAN ÇALIŞMALAR

L. Uray [12, 13] 2002 yılında yaptığı çalışmada, AKS doplanmış volfram telin elektriksel özelliklerini incelemiştir. Bu elektriksel özelliklerin, efektif ve ham direnç özellikleri arasındaki farktan, kafes hataları ile poroziteden kaynaklanan hataların tespiti için faydalı olacağını bulmuştur. Böylelikle metalik iletkenlik özelliğinin termo-mekanik prosesler esnasında nasıl değiştiğini tespit etmiştir.

O. Horascek ve arkadaşları [14] 1998 yılında yaptıkları çalışma AKS doplanmış volframda termo-mekanik prosesler esnasında porların deformasyondan nasıl etkilendiklerini incelemiştir. Bu araştırmalar sonucu potasyum içerikli bazı porların işlem kademelerinin ilk safhalarında beklendiği kadar deforme olmadığını bulmuşlardır. Teori ile pratik arasındaki bu farkın, porların tane içi veya taneler arası olmasından ya da şekilsel özelliklerinden dolayı olduğunu tespit etmişlerdir.

1999 yılında I. Samajdar ve arkadaşları [15] NS volfram telde tane sınırı karakteristiğinin ikincil yeniden kristallenme üzerine etkisini incelemiştir. Bu çalışma sayesinde tavlama esnasında gerçekleşen abartılı tane büyümesinin önüne geçmek için nasıl bir tane sınırı karakteristiğini tercih edilmesi gerektiğini bulmuşlardır.

I. Gaal ve arkadaşları [16] 1998 yılında NS volframda termo-mekanik proseslerin mikro yapısal özellikler üzerindeki etkisi incelenmiştir. Bu incelemede termal olarak aktive edilen dislokasyonların ayrı olarak durmalarının nedeni olan habbelerin gerilimin yoğun olduğu bölgelerdeki davranışlarını incelemiştir.

2002 yılında P. Harmat ve arkadaşları [17] yaptıkları çalışmada volfram tel çekme işlemi esnasında porların deformasyonunu incelemiştir. Ayrıca anizotropik düşük açılı nötron sıçratma metodu ile mikro boyuttaki porların yapıları incelenerek mekanik işlemlerin yanında tavlama esnasındaki değişim tespit edilmiştir.

J. W. Avery ve arkadaşları [18] 1926 volfram prosesleri esnasında fiziksel özelliklerin nasıl değiştiğini incelemiştir. Çalışmalarında yoğunluğun döner

dövmeye işlemi ile arttığını ancak diğer işlemlerle azaldığını tespit etmişlerdir. Buna karşın elektriksel direncin, yoğunluğun en üst noktaya çıktığı ana kadar azaldığını ancak daha sonrasında hızla artmaya başladığını tespit etmişlerdir.

2002 yılında P. Schade [19] yaptığı çalışmada volfram işleme prosesleri esnasında habbe oluşumları ve prosese etkilerini incelemiştir. Elipsoidal ve ezilmiş habbe oluşumları incelenerek tavlama işlemi üzerinde geciktirici etkisinden bahsedilmiştir.

W. D. Coolidge [20] 1913 yılında gerçekleştirdiği patent çalışmasında oda sıcaklığında sünek halde bulunan volfram üretimini gerçekleştirmiştir. Bu patent çalışmasında Coolidge prosesini ikiye ayırarak öncelikle volfram rodun üretilmesi sonrada bu rodun işlenerek filaman haline getirilmesi üzerinde durmuştur.

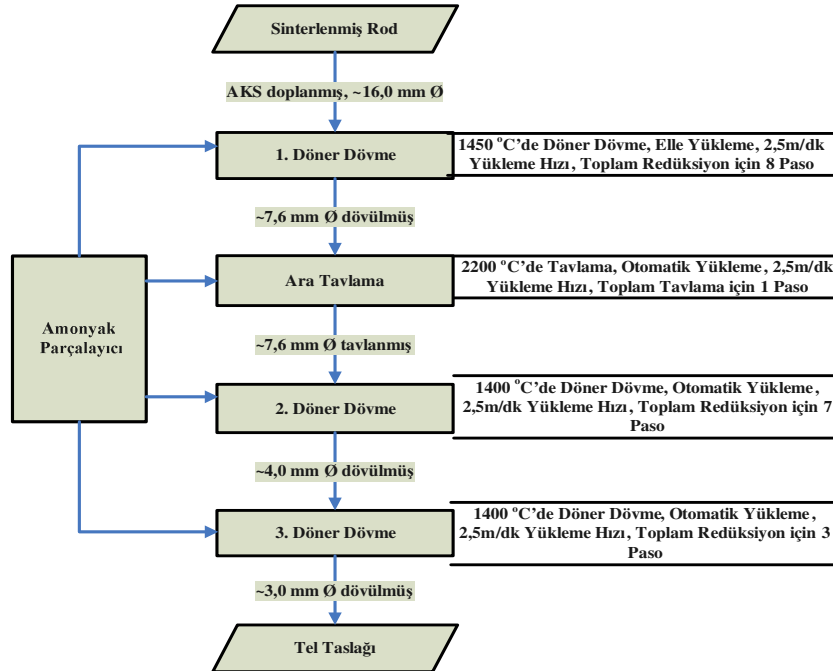
E. Arpat ve arkadaşları [21] 2002 yılında  $Zr(Hf,N)$  kaplamaların karakterizasyonu adlı çalışmada sertlik değerlerinin tespiti için mikro-indentasyon sistemini kullanmışlardır. Çalışmalarında yapılan hassas ölçümler ile hesaplanan enerji değerlerinden sertlik değerlerinin nasıl hesaplanabileceğini anlatmışlardır.

## 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu tez çalışması kapsamında yapılan deneysel çalışmalar iki ana başlık altında toplanmıştır. Bunlar üretime yönelik deneysel çalışmalar ve karakterizasyona yönelik deneysel çalışmalar olarak tanımlanmıştır.

### 4.1 Üretime Yönelik Deneysel Çalışmalar

Bu tez çalışmasının üretime yönelik olan deneysel çalışmaları, İstanbul Teknik Üniversitesi'nde D.P.T destekli olarak devam etmekte olan “Volfram Çekirdekli Bor Fiberi Üretimi Projesi”nin bir parçası olarak volfram altlığın üretimi esnasında pilot üretim olarak 2005 yılının Temmuz ve Ağustos aylarında gerçekleştirilmiştir. Prensip olarak 3 değişik özellikte döner dövme cihazı ile 1 indüktif tavlama hattından oluşan filmaşın üretimi ve kullanılan cihazlar, ilerleyen bölümlerde, işlem sırasıyla incelenmiştir. Bu prosesin genel işleyişi ve çalışma parametreleri Şekil 4.1’de açıklanmıştır.



Şekil 4.1: Üretime Yönelik Deneysel Çalışmalar ve Parametreleri

#### 4.1.1 Başlangıç Malzemesi

Üretime yönelik olarak yapılan çalışmalarda başlangıç malzemesi olarak kullanılan volfram rodlar, Toz Metalurjisi (TM) yöntemleri ile üretilmiş 16,0 mm çaplı 35–40 cm uzunluklarında silindirik şekle sahip çubuklardır. Yüksek safiyette olan bu rodlar Al-K-Si (AKS) tipi doplanmış olup, üretilen ürünün NS özelliğe sahip olması amaçlanmıştır.

#### 4.1.2 Amonyak Parçalayıcı ( Hidrojen-Azot Jeneratörü)

Kullanılmasındaki amaç, üretim esnasında çalışılan sıcaklıklarda oksitlenme riski olan volfram rod ve filmaşinleri korumak için gerekli olan koruyucu ortamın oluşturulmasıdır. Teorik olarak aktivatör etkisinde 750 °C'ye ısıtılan NH<sub>3</sub> “3/1” oranında H<sub>2</sub> ve N<sub>2</sub> olarak aşağıdaki reaksiyona göre parçalanır (Bknz. Denklem 4.1)



Parçalayıcıda NH<sub>3</sub>'ten üretilen gaz iyi bir indirgeyici-koruma gazıdır. Sıvı NH<sub>3</sub> (çelik tüplerle sağlanan) valf girişi ile ısı değiştiriciye girerek ısınır. Ardından NH<sub>3</sub> parçalanma fırınına girer. Burada aktivatör olarak kullanılan Ni'in hızlandırıcı etkisi ile yüksek sıcaklıkta H<sub>2</sub> ve N<sub>2</sub> gaz karışımına dönüşür, ardından parçalan bu gaz karışımı ısı değiştirici ve filtreden geçerek soğutulur. Son olarak çıkış vanasına giderek debi ölçerden (flowmetreden) geçip kullanıma hazır hale gelir. Bu gaz yarı iletken endüstrisinde, ısıl işlemlerde ve diğer bilimsel araştırmalarda geniş olarak ihtiyaç duyulan ve kullanılan bir gazdır. Koruyucu gaz atmosferinin oluşturulması için kullanılan amonyak parçalama cihazı Şekil 4.2'de görülmektedir.



**Şekil 4.2:** Amonyak Parçalayıcı

Bu cihazın çalışma parametreleri ise Tablo 4.1'de özetlenmiştir.

**Tablo 4.1:** Amonyak Parçalayıcının Çalışma Parametreleri

|                         |                                                                |
|-------------------------|----------------------------------------------------------------|
| Üretilen gaz miktarı    | 5 m <sup>3</sup> /h (%75 H <sub>2</sub> : %25 N <sub>2</sub> ) |
| Üretilen gazın safiyeti | NH <sub>3</sub> ≤ 0,1%, kuruluk 10 °C                          |
| Çalışma basıncı         | < 0,05 Mpa                                                     |
| Çalışma sıcaklığı       | 7560-800 C                                                     |
| Güç kaynağı             | 200V, 50Hz                                                     |
| Güç                     | 6 kW                                                           |

#### 4.1.3 Birinci DDC ve Döner Dövme İşlemi

1. DDC ve dövme işlemi rodların boylarının kısa olması sebebiyle kesikli olarak yapılmaktadır. Yaklaşık olarak 1520 °C’de çalışılan rodların ısıtılmasında kullanılan kamara tipi fırın ile adapte edilmiş olan 1.DDC’de 16,0 mm’den başlayan rodler aşağıdaki gibi kademeli olarak çap redüksiyonuna uğrarlar. Lokmalardaki çap değişimi (Çap: mm) 16–13,8–12,6–11,5–10,4–9,3–8,3–7,5 şeklinde olmaktadır.

Lokmaların iç haznesi W-C-Co alaşımının takım çeliğine pirinç kaynağı ile kaynatılıp oluşturulmuştur. Rodlar fırına yüklendikten sonra kamaraların şekilsel deformasyona uğramaması için devamlı olarak değişik hazneler kullanılır. Lokmaların arkalarına değişik çaplarda Mo plakalar yerleştirerek çap kalıp ayarı tam olarak yapılır. 1. DDC Şekil 4.3’te görülmektedir.



**Şekil 4.3:** 1. DDC ve Ekipmanları

Bu cihazın çalışma parametreleri ise Tablo 4.2’de özetlenmiştir.

**Tablo 4.2: 1.DDC Çalışma Parametreleri**

|                                         |                     |
|-----------------------------------------|---------------------|
| Çalışılabilir rodun çap aralığı         | 22–6 mm             |
| Minimum çap                             | 6 mm                |
| Hız                                     | 572 rpm             |
| Yükleme şekli ve hızı                   | El ile 2,5 m/dakika |
| Isıtma fırının maksimum sıcaklığı       | 1400 ± 50 °C        |
| Tek seferde uygulanabilecek paso sayısı | 12 adet             |
| Isıtma fırınının kamara uzunluğu        | 610 mm              |
| Motor                                   | 3 kW/572 rpm        |
| Soğutma suyu basıncı                    | 15–20 Pa            |

#### 4.1.4 İndüktif Tavlama Hattı ve Yeniden Kristallenme Tavlama

İndüktif ısıtma cihazı orta frekanslı indüksiyon ile volfram ve molibdenin işlenmesine özel bir ekipmandır. Bu ekipman yüksek sıcaklıkta rod halindeki volfram ve molibdenin koruyucu gaz atmosferinde tavlama için dizayn edilmiştir. Cihaz çalıştırıldığında elektrik, su ve koruyucu gazı kontrol edilip ana şalter açılır. Fanın normal çalışıp çalışmadığı sesinden kontrol edilir. Su basıncı göstergesindeki basınç  $0,15 < P < 0,2$  Mpa olarak ayarlanır. Koruyucu gaz miktarı  $200 \text{ m}^3/\text{h}$ 'e göre ayarlanır. Cihaz 20 kW - 300RPM işlem parametreleri ile çalıştırıldığında optimum sonuçlar elde edilmektedir. Her rod için çıkışta tane yapısının incelenmesi ve birim tane hesabının yapılması gerekmektedir. Bu sayı 7,5mm çaplı rodta yaklaşık olarak 6000 iken bu miktar  $\text{mm}^2$  alan başına 180,94 tanedir. Şekil 4.4'te indüktif tavlama cihazı görülmektedir.



**Şekil 4.4:** İndüktif Tavlama Cihazı

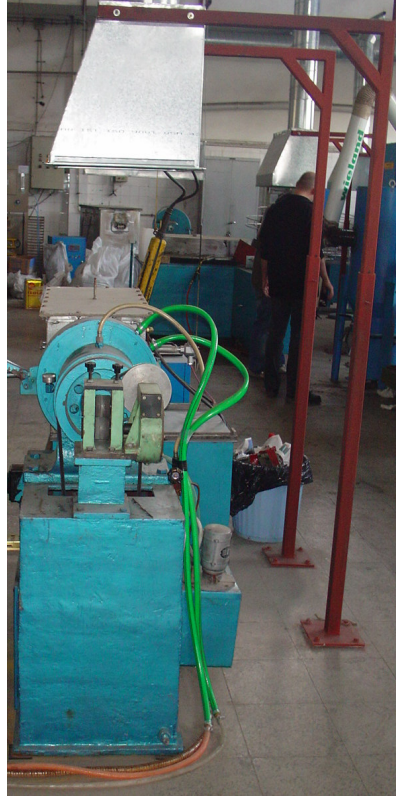
Cihazın çalışma parametreleri ise Tablo 4.3'te açıklanmıştır.

**Tablo 4.3:** İndüktif Tavlama Cihazının Çalışma Parametreleri

|                                      |                                          |
|--------------------------------------|------------------------------------------|
| Su kaynağı basıncı                   | $\geq 0,15 \text{ MPa}$                  |
| Gerekli miktar                       | $\geq 900 \text{ L/h}$                   |
| Giriş voltajı                        | $3*380 \text{ V} \pm \%5 -50 \text{ HZ}$ |
| Verilen Güç                          | 30 KW                                    |
| Çalışma frekansı                     | 30 KHz                                   |
| Çalışma metodu                       | Sürekli                                  |
| Kullanılacak rodların boyutları(Çap) | 5-12mm                                   |
| Sıkıştırılmış havanın basıncı        | $\geq 0,35 \text{ MPa}$                  |

#### 4.1.5 İkinci DDC ve Döner Dövme İşlemi

2. DDC ile dövme işlemi filmaşınların boylarının yeterli uzunluğa sahip olması sayesinde sürekli olarak yapılmaktadır. Fırın sıcaklığı yaklaşık 1280 °C ve gerekli çalışma değerleri ise 132,5V – 24 A olmalıdır. Lokmalar 1. DDC ile aynı büyüklüğe sahip değil ama aynı tasarıma sahiptir. Fırınlara bekleme konumuna alınınca 50V–10A’ye ayarlanır. Lokmalar: (Çap: mm) 6,7–6,2–5,8–5,4–5,0–4,7–4,0 şeklinde değişmektedir. Cihaz Şekil 4.5’te görülmektedir.



**Şekil 4.5:** 2. DDC ve Ekipmanları

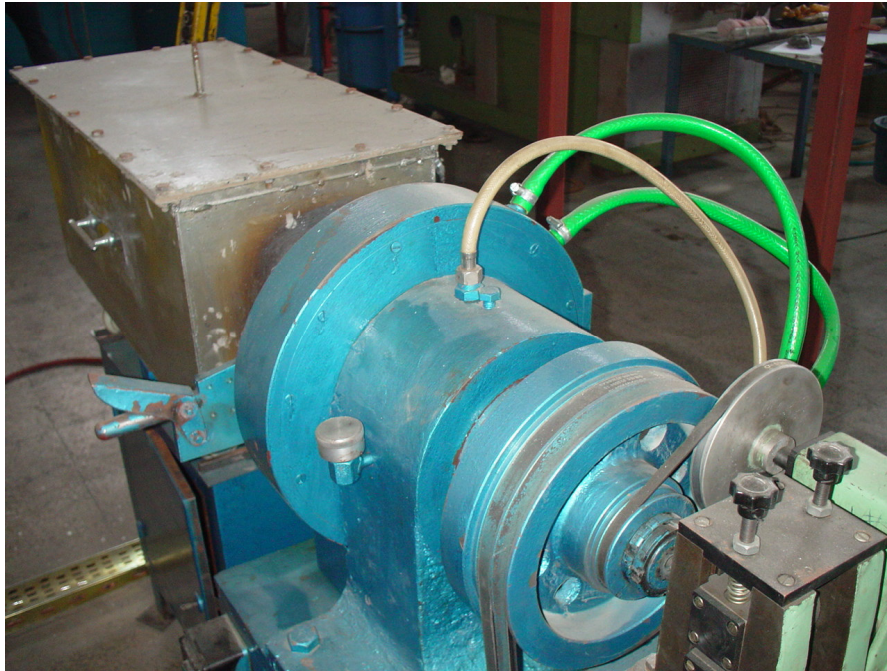
Cihazın çalışma parametreleri Tablo 4.4’te görülmektedir.

**Tablo 4.4:** 2.DDC Çalışma Parametreleri

|                                         |                                |
|-----------------------------------------|--------------------------------|
| Çalışılabilecek rodun çap aralığı       | 9,5–4,1 mm                     |
| Minimum çap                             | 4,1 mm                         |
| Hız                                     | 950 rpm                        |
| Yükleme şekli ve hızı                   | Otomatik şaft ile 2,5 m/dakika |
| Isıtma fırının maksimum sıcaklığı       | 1400 ± 50 °C                   |
| Tek seferde uygulanabilecek paso sayısı | 12 adet                        |
| Isıtma fırınının kamara uzunluğu        | 440 mm                         |
| Motor                                   | 1,5 kW/900 rpm                 |

#### 4.1.6 Üçüncü DDC ve Döner Dövme İşlemi

3. DDC ile dövme işlemi filmaşinlerin boylarının yeterli uzunluğa sahip olması sayesinde sürekli olarak yapılmaktadır. Fırın sıcaklığı yaklaşık 1280 °C ve gerekli çalışma değerleri ise 132,5V – 24 A olmalıdır. Lokmalar 1.DDC ile aynı büyüklüğe sahip değil ama aynı tasarıma sahiptir. Fırınlar bekleme konumuna alınınca 50V – 10 A'e ayarlanır. Lokmalar: (Çap: mm) 3,8–3,4–3,0 şeklinde değişir. Cihaz Şekil 4.6'da görülmektedir.



**Şekil 4.6:** 3. DDC ve Ekipmanları

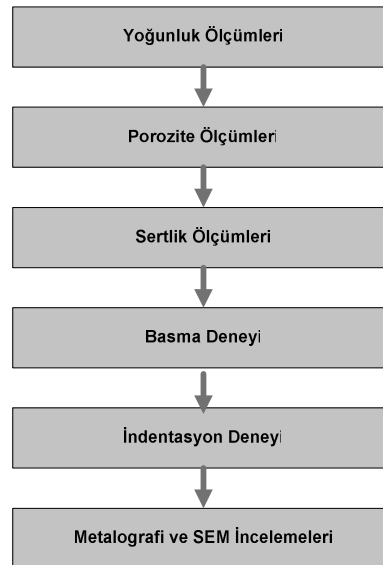
Cihazın çalışma parametreleri Tablo 4.5’te görülmektedir.

**Tablo 4.5:** 3. DDC Çalışma Parametreleri

|                                         |                                |
|-----------------------------------------|--------------------------------|
| Çalışılabilir rodun çap aralığı:        | 4,4–2,25 mm                    |
| Minimum çap                             | 2,25 mm                        |
| Hız                                     | 1200 rpm                       |
| Yükleme şekli ve hızı                   | otomatik şaft ile 2,5 m/dakika |
| Isıtma fırının maksimum sıcaklığı       | 1400 ± 50 °C                   |
| Tek seferde uygulanabilecek paso sayısı | 10 adet                        |
| Isıtma fırınının kamara uzunluğu        | 610 mm                         |
| Motor                                   | 1,1 kW/1400 rpm                |

#### 4.2 Karakterizasyona Yönelik Deneysel Çalışmalar

Pilot üretim esnasında her kademeden alınan değişik numuneler ile işlem kademeleri esnasında, yapısal ve mekanik özelliklerdeki değişiklikler incelenmiştir. Bu incelemelerin yapıldığı cihazlar ve sonuçlar Şekil 4.7’de açıklanmaktadır.



**Şekil 4.7:** Karakterizasyona Yönelik Deneysel Çalışmalar

#### **4.2.1 Yoğunluk Ölçümleri**

Yoğunluk ölçümlerinin yapılmasındaki amaç, malzemenin gördüğü deformasyon oranı ile beklenen değişimlerin hangi oranlarda gerçekleştiğinin belirlenmesidir. Teorik kısımda yoğunluğun işlem miktarı ile birlikte arttığı Tablo 2.15'te belirtilmiştir. Bu tabloda verilen değerlere ek olarak yeniden kristalleşme tavlama sürecinin uygulandığı rodlarda gözlemlenen değişiklik açıklanmıştır. Yoğunluk ölçümleri Precisa marka XB320M model dijital hassas terazi ile adapte edilmiş Arşimet Terazisinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerlerin doğruluğu açısından her numune en az 3 defa analiz edilmiştir. Ortalama yoğunluk değerleri ve numune spesifikasyonları ile deformasyon oranları sonuçlar kısmında ele alınmıştır.

#### **4.2.2 Porozite Ölçümleri**

Porozite ölçümleri ile malzemenin gördüğü deformasyon oranı ile beklenen değişimlerin hangi oranlarda gerçekleştiği belirlenerek ve boşluk (habbe) boyut dağılımının nasıl olduğunun anlaşılır. Yapılan literatür araştırması sürecinde, volfram tel taslağı üretimi esnasında porozimetre ile yapılan bir ölçüme rastlanmamıştır. Porozite ölçümleri Quantocrome marka Poremaster model civalı porozimetre ile gerçekleştirilmiştir. Por boyutu dağılım değerleri, numune spesifikasyonları ile deformasyon oranları sonuçlar kısmında ele alınmıştır.

#### **4.2.3 Sertlik Ölçümleri**

Malzemenin maruz kaldığı deformasyon oranı ile beklenen değişimlerin hangi oranlarda gerçekleştiğinin belirlenmesi amacı ile sertlik ölçümleri yapılmıştır. Daha önceki teorik kısımda sertliğin işlem miktarı ile birlikte arttığı Tablo 2.16'da belirtilmiştir. Bu tabloda verilen değerlere ek olarak yeniden kristalleşme tavlama sürecinin uygulandığı rodlarda gözlemlenen değişiklik açıklanmıştır. Sertlik ölçümleri Schimadzu marka HVM Microhardness Tester model “Vickers Mikro Sertlik Cihazı” ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerlerin doğruluğu açısından her numune en az 3 defa analiz edilmiştir. Ortalama sertlik değerleri ve numune spesifikasyonları ile deformasyon oranları, sonuçlar kısmında ele alınmıştır.

#### **4.2.4 Basma Deneyleri**

Basma deneyleri sonucunda malzemenin gördüğü deformasyon oranı ile mekanik özelliklerdeki beklenen değişimler ve depolanan elastik enerji miktarındaki değişimin belirlenmiştir. Yapılan literatür araştırması sürecinde, volfram tel taslağı üretimi esnasında basma cihazı ile yapılan bir ölçüme rastlanmamıştır. Ancak numune işlenebilirliğinin zor olması sebebiyle basma deneyleri tercih edilmiştir. Teorik kısımlarda daha önceden yapılan çekme deneylerinden elde edilen verilerden bahsedilmiştir. Basma deneyleri Dartec marka “Çekme - Basma Cihazı” ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerlerin doğruluğu açısından her numune en az 2 defa analiz edilmiştir. Ortalama basma mukavemeti değerleri ve numune spesifikasyonları ile deformasyon oranları, sonuçlar kısmında ele alınmıştır.

#### **4.2.5 İndentasyon Deneyi**

Yapılan literatür araştırması sürecinde Amacı malzemenin gördüğü deformasyon oranı ile beklenen enerji değişimlerin kıyaslanarak elastik ve plastik enerji değişimlerinin anlaşılabilir hale getirilmesi olan indentasyon cihazı ile yapılan bir ölçüme rastlanmamıştır. Ancak yapılan basma deneyi sonuçlarının karşılaştırmalı olarak hassas bir şekilde anlaşılabilmesi için indentasyon deneyleri yapılmıştır. İndentasyon ölçümleri +CSM marka Microhardness Tester model “İndentasyon Cihazı” ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen değerlerin doğruluğu açısından her numune en az 4 defa analiz edilmiştir. Ortalama sertlik değerleri ve numune spesifikasyonları ile deformasyon oranları, sonuçlar kısmında ele alınmıştır.

#### **4.2.6 Metalografi ve SEM ( Taramalı Elektron Mikroskobu) İncelemeleri**

Yapısal analizler, mekanik özelliklerdeki değişimin yapısal özelliklerle birlikte açıklanmasını sağlamaktır. Daha önceki teorik kısımda rodların mikroskop ile incenmiş yapısal fotoğrafları Şekil 2.23'te gösterilmiştir. Metalografik analizler Nikon marka Eclipse L150 model “Mikroskop” ile gerçekleştirilmiştir. Her numune değişik büyütme oranlarında ve değişik ışık ortamlarında analiz edilmiştir. SEM analizleri ise, Jeol-JSU-7000 F-Field Emission “Taramalı Elektron Mikroskop”u ile gerçekleştirilmiştir. Her numune değişik büyütme oranlarında analiz edilmiştir.

## 5. DENEY SONUÇLARI VE İRDELEMELER

Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin tanımlanarak verilmesi için kodlama sistemi Tablo 5.1’de verilmiştir.

**Tablo 5.1:** Numunelerin Tanımlanması

| Numune İsmi | Numunenin Tanımlanması                   |
|-------------|------------------------------------------|
| 1A          | Sinterlenmiş rodun enine kesit numunesi  |
| 1B          | Sinterlenmiş rodun boyuna kesit numunesi |
| 2A          | 1. Döner dövme enine kesit numunesi      |
| 2B          | 1. Döner dövme boyuna kesit numunesi     |
| 3A          | Ara tavlama enine kesit numunesi         |
| 3B          | Ara tavlama boyuna kesit numunesi        |
| 4A          | 2. Döner dövme enine kesit numunesi      |
| 4B          | 2. Döner dövme boyuna kesit numunesi     |
| 5A          | 3. Döner dövme enine kesit numunesi      |
| 5B          | 3. Döner dövme boyuna kesit numunesi     |

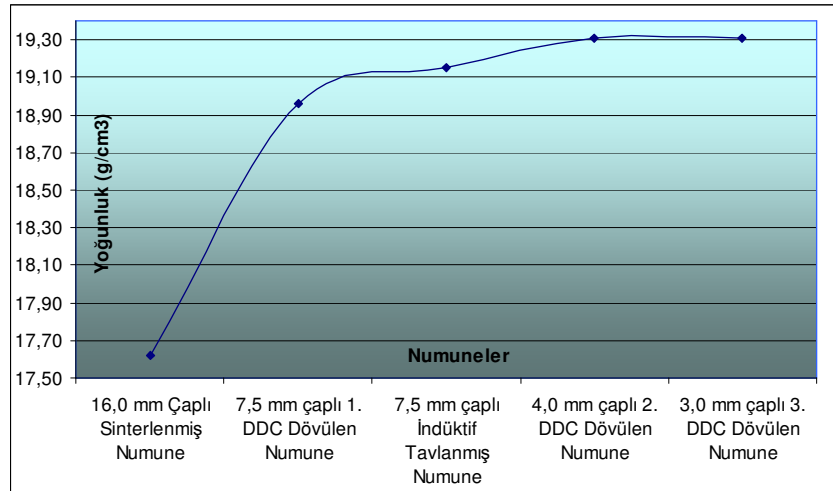
## 5.1 Yoğunluk Deneyi Sonuçları

Arşimet terazisi mantığı (TSE Standart Nosu) ile gerçekleştirilen yoğunluk deneyleri sonuçları Tablo 5.2’de listelenmiştir. Ayrıca değişimi grafiksel olarak ta Şekil 5.1’de görülmektedir.

**Tablo 5.2:** Yoğunluk Deneyi Sonuçları

| Numune No | Ortalama Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )<br>ve % Teorik Yoğunluk |       |
|-----------|----------------------------------------------------------------|-------|
| 1A ve 1B  | 17,62                                                          | 91,11 |
| 2A ve 2B  | 18,96                                                          | 98,03 |
| 3A ve 3B  | 19,15                                                          | 99,01 |
| 4A ve 4B  | 19,31                                                          | 99,84 |
| 5A ve 5B  | 19,31                                                          | 99,84 |

Bu sonuçlar ışığında ilk döner dövme kademesinde yoğunluğun hızlı bir şekilde artmaya başladığını görülmektedir. Bu artışın ana sebebi olarak ilk dövme esnasında gerçekleşen metalizasyonu ele alabiliriz. Ara tavlama kademesinde artış yavaşlayarak devam etmektedir. 2. ve 3. Döner dövme kademelerinde artık teorik yoğunluğa erişilmiş olur. Yapılan çalışmada ölçüm değerlerinin dar bir aralıkta değiştiği de grafikten açıkça anlaşılmaktadır. Ayrıca daha sonraki kısımlarda metalografi ve SEM çalışmalarında bu değişiklikler karşılaştırmalı olarak incelenecektir.



**Şekil 5.1:** Yoğunluk Değişimi

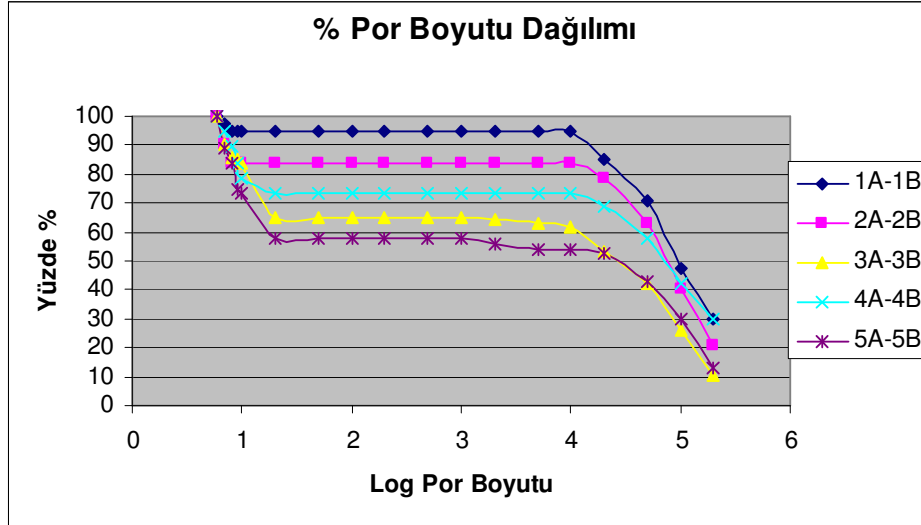
## 5.2 Porozite Deneyi Sonuçları

Nanometre cinsinden ölçülen por boyutlarını anlamlı bir hale getirmek için yüzde por boyutu dağılımı ile logaritma tane boyutunu karşılaştırmak gerekmektedir. Bu veriler Tablo 5.3'te görülmekte olup, görsel olarak ta Şekil 5.2'de görülmektedir.

**Tablo 5.3:** Por Boyutu ve Yüzdesi Değişimi

| Por Boyutu Dağılımı % |                 |          |          |          |          |          |
|-----------------------|-----------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Por Boyutu            | Numune Adı      |          |          |          |          |          |
| Nonometre             | Log Tane Boyutu | 1A ve 1B | 2A ve 2B | 3A ve 3B | 4A ve 4B | 5A ve 5B |
| 200000                | 5,30            | 29,72    | 21       | 10       | 30,00    | 13       |
| 100000                | 5,00            | 47,65    | 40       | 26       | 42,00    | 30       |
| 50000                 | 4,69            | 70,80    | 63       | 42       | 57,75    | 43       |
| 20000                 | 4,30            | 85,23    | 78       | 53       | 68,75    | 52       |
| 10000                 | 4,00            | 95,12    | 84       | 61       | 73,50    | 54       |
| 5000                  | 3,69            | 95,12    | 84       | 63       | 73,50    | 54       |
| 2000                  | 3,30            | 95,12    | 84       | 64       | 73,50    | 56       |
| 1000                  | 3,00            | 95,12    | 84       | 65       | 73,50    | 58       |
| 500                   | 2,69            | 95,12    | 84       | 65       | 73,50    | 58       |
| 200                   | 2,30            | 95,12    | 84       | 65       | 73,50    | 58       |
| 100                   | 2,00            | 95,12    | 84       | 65       | 73,50    | 58       |
| 50                    | 1,69            | 95,12    | 84       | 65       | 73,50    | 58       |
| 20                    | 1,30            | 95,12    | 84       | 65       | 73,50    | 58       |
| 10                    | 1,00            | 95,12    | 84       | 84       | 78,75    | 73       |
| 9                     | 0,95            | 95,12    | 84       | 85       | 84,00    | 75       |
| 8                     | 0,90            | 95,12    | 84       | 86       | 89,75    | 84       |
| 7                     | 0,84            | 97,50    | 90       | 90       | 94,50    | 89       |
| 6                     | 0,77            | 100,00   | 100      | 100      | 100,00   | 100      |

Her iki gösterimde de ölçülebilen porlar açık yapılı porlardır. Çünkü civa ancak kanalını bulabildiği porlara kadar nüfuz edebilmektedir. Diyagramdan da anlaşılacağı üzere işlemler esnasında por boyutları değişmektedir. Verileri daha anlamlı hale getirmek için belirli bir por boyutunun yüzde dağılımını incelemek gerekmektedir.

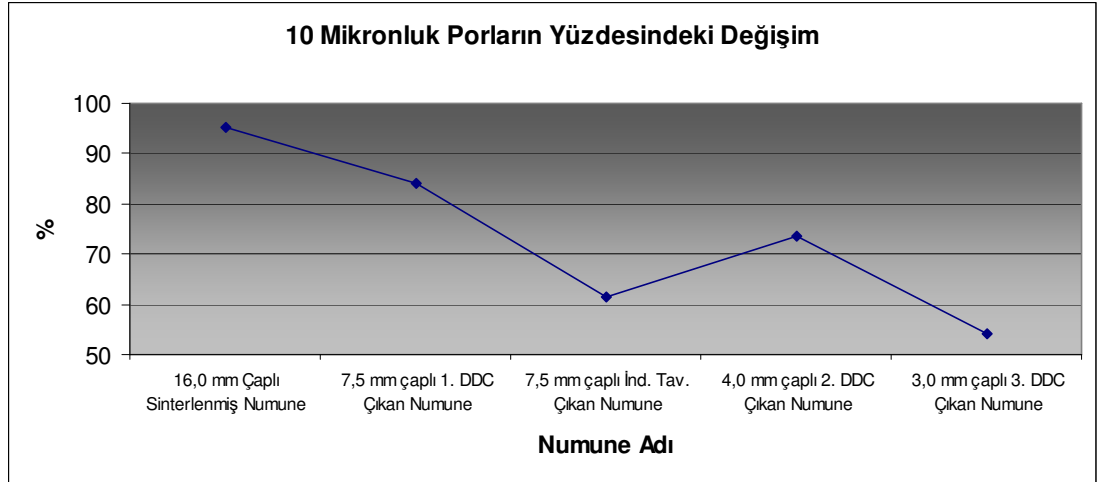


**Şekil 5.2:** Por Boyutu ve Yüzdesi Değişimi

Bu sonuçlar ise Tablo 5.4'te ve şekilsel olarak da Şekil 5.3'te görülmektedir. Bu sonuçlardan anlaşılacağı üzere 10 mikronluk porlar sinterlenmiş roda uygulanan ilk döner dövme kademesinde belirli bir azalma göstermiştir. Tavlama kademesinde ise bu azalış devam etmiştir. Ancak 2. döner dövme kademesinde değişim artış yönünde olmuştur. Bunun sebebi ise tavlama esnasında birbirine bağlanan ve kapalı por halini alan porların tavlama ardından gelen dövme işlemi sonucu parçalanarak açık hale gelmesidir. Bununla birlikte son dövme kademesi sonrasında, 10 mikronluk porlar en düşük yüzdeye gerilemişlerdir. Sonuç olarak porların sayısal ve boyut olarak geçirdikleri değişim SEM çalışmalarında daha açık bir şekilde incelenecektir.

**Tablo 5.4:** 10 Mikron Boyutundaki Porların Yüzde Değişimi

| Numune   | Toplam Por Hacminde 10 Mikron Boyutundaki Porların % |
|----------|------------------------------------------------------|
| 1A ve 1B | 95,12                                                |
| 2A ve 2B | 84                                                   |
| 3A ve 3B | 61,5                                                 |
| 4A ve 4B | 73,5                                                 |
| 5A ve 5B | 54                                                   |



**Şekil 5.3:** 10 Mikron Boyutundaki Porların Yüzde Değişimi

### 5.3 Sertlik Deneyi Sonuçları

Sertlik deneyi sonuçlarından iki farklı bilgi edinilebilir. Bunlardan birincisi dikine fiberlerin sertliğinin ölçüldüğü dikine numunelerin sertliğidir. İkinci sonuç ise fiberlere dik yöndeki sertlik sonuçlarıdır. Metalografi ve SEM araştırmalarından da anlaşılabileceği üzere malzemenin yapısında belirgin bir yönlenme vardır. Araştırmalarda kullanılan yöntem Vickers mikro sertlik yöntemi olduğundan iki yönde de elde edilen sonuçlar birbirine yakın değerleri vermiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.5'te verilmektedir.

**Tablo 5.5:** Sertlik Değişimi

| Yük=500g, t=15 s |                  |           |                  |
|------------------|------------------|-----------|------------------|
| Numune No        | Ortalama Sertlik | Numune No | Ortalama Sertlik |
| 1A               | 292              | 1B        | 283              |
| 2A               | 446              | 2B        | 447              |
| 3A               | 391              | 3B        | 389              |
| 4A               | 451              | 4B        | 446              |
| 5A               | 470              | 5B        | 472              |

Sertlik değerlerindeki değişim ilk döner dövme işlemi sonrası belirgin bir şekilde artış göstermiştir. Buna karşın ara tavlama kademesinde sertlikte bir azalma tespit edilmiştir. Bu azalmanın sebebi, soğuk deformasyon esnasında malzeme üzerine yüklenen deformasyon miktarının tavlama esnasında belirli bir düşüş göstermesidir. Ancak bu düşüş sonucu sertlik değeri başlangıç sertliğine düşmemiştir. Bu ise SEM yapısında daha açıkça görülen tamamlanamamış yeniden kristalleşmenin kanıtı olarak değerlendirilebilir. Tavlama ardından gelen iki döner dövme kademesinde de ilkinde olduğu gibi sertlik artışı devam etmiştir.

#### 5.4 Basma Deneyi Sonuçları

Basma deneyinde, elde edilen elastik enerji değişimi malzemeye uygulanan dövme tavlama işlemleri esnasında yapıdaki serbest enerjinin nasıl değiştiğinin anlaşılması açısından faydalı olmuştur. Tablo 5.6’da verilen verilerden anlaşıldığı üzere ilk dövme esnasında oluşan deformasyon birikiminin bir sonucu olarak ortalama elastik enerji değeri belirli bir seviyede bulunmaktadır. Ancak uygulanan tavlama esnasında gerçekleşen enerji salımı ile birlikte daha düşük bir seviyeye düşmüştür. Daha sonra uygulanan son iki dövme kademesinde ise depolanan elastik enerji miktarı tekrar artmış ve en yüksek değerine ulaşmıştır. Burada uygulanan basma deneyi tablodan da anlaşılabileceği üzere enine numunelere dik yönde uygulanmıştır. Bu sayede, oluşan fibersi yapının basma esnasında gevrek bir kırılma gösterdiği tespit edilmiştir.

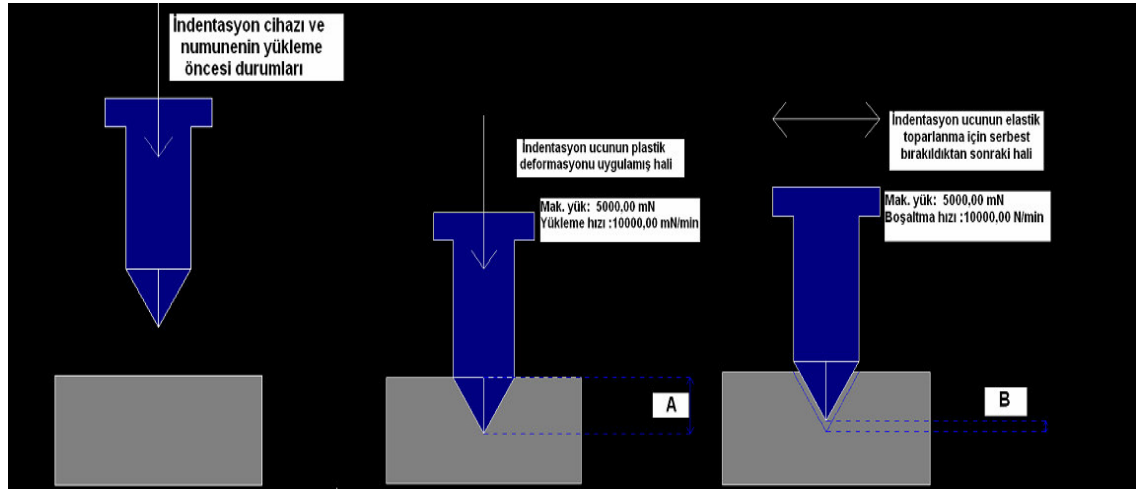
**Tablo 5.6:** Basma Deneyi Sonuçları

| Numune No | Ortalama Elastik Enerji (N.m/mm <sup>3</sup> ) |
|-----------|------------------------------------------------|
| 2A        | 0,04076282                                     |
| 3A        | 0,03177031                                     |
| 4A        | 0,04881786                                     |
| 5A        | 0,07491120                                     |

#### 5.5 İndentasyon Deneyi Sonuçları

İndentasyon deneyi ile basma deneyi sonucu elde edilen kaba enerji değerlerindeki değişimin daha hassas olarak birim indentasyon enerjisi cinsinden hesaplanması amaçlanmıştır. Bu deneyin sonuçları, deneysel uygulamanın boyutları ve hesaplanan

enerji türleri açısından farklılık gösterdiğinden dolayı sayısal olarak basma deneyi sonuçları ile kıyaslanamaz. Şekil 5.4'te görüldüğü üzere ilk yükleme esnasında oluşan toplam ilerleme A olarak tespit edilirken, boşaltma kademesinde oluşan toparlanma sonucu B ile tarif edilen miktarda bir elastik değişimin olduğu anlaşılmaktadır. Burada basma deneyinden farklı olarak yük toplam yüzeye değil Vickers ucunun temas ettiği bölgeye uygulanmıştır. Bu nedenle elde edilen indentasyon enerjisi yalnızca uygulanan yöndeki değil aynı zamanda yanal yük desteklerinin toplamı şeklinde gerçekleşmiştir.



**Şekil 5.4:** İndentasyon Deneyi İşleyişi

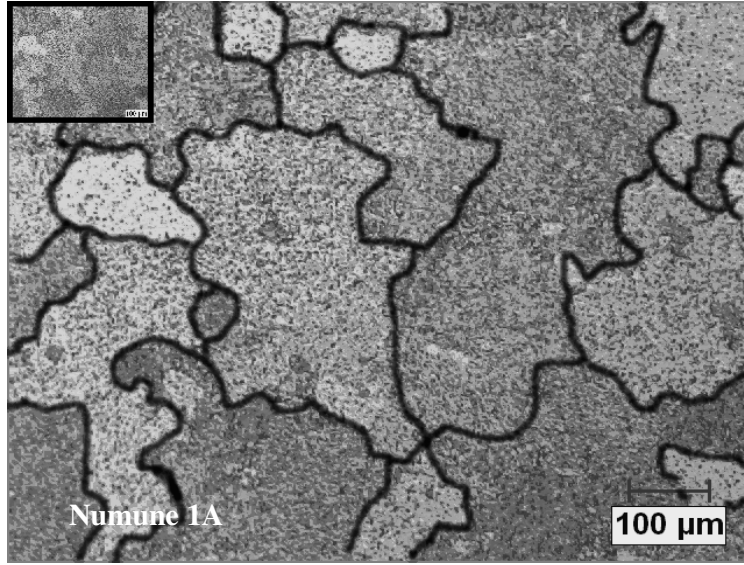
Deney sonuçları Tablo 5.7’de verilmiştir. Tablodaki değerler malzemenin, sabit uç sisteminde, deforme edilmesi için gerekli olan enerji miktarlarını temsil eder. Enerji değerleri daha tok bir yapıya sahip olan sinterlenmiş rod ile tavllanmış rodta daha düşük çıkarken, deformasyona uğramış rodlarda bu değerler deformasyon miktarları ile artmıştır.

**Tablo 5.7:** İndentasyon Deneyi Sonuçları

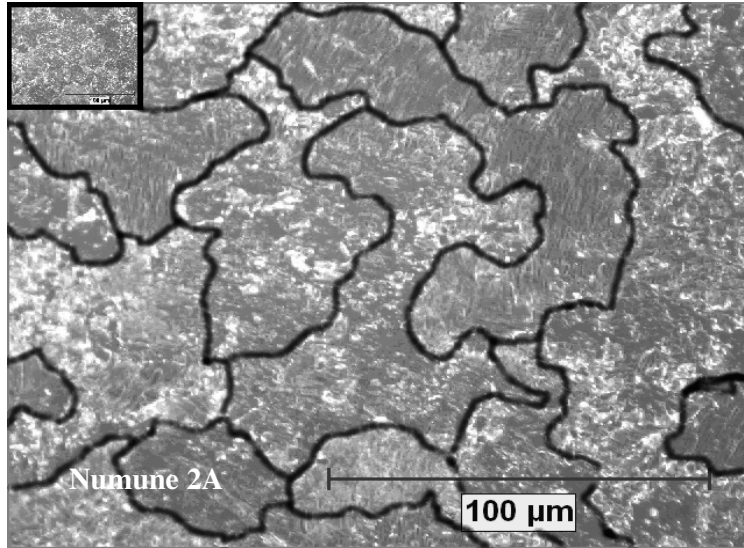
| Numune No | Birim İndentasyon Enerjisi<br>(N.m/mm <sup>3</sup> ) (Yandan) | Numune No | Birim İndentasyon Enerjisi<br>(N.m/mm <sup>3</sup> ) (Dikine) |
|-----------|---------------------------------------------------------------|-----------|---------------------------------------------------------------|
| 1B        | 3,59                                                          | 1A        | 3,84                                                          |
| 2B        | 6,73                                                          | 2A        | 6,36                                                          |
| 3B        | 4,88                                                          | 3A        | 5,34                                                          |
| 4B        | 5,46                                                          | 4A        | 5,58                                                          |
| 5B        | 6,58                                                          | 5A        | 6,78                                                          |

## 5.6 Metalografi ve SEM İncelemeleri Sonuçları

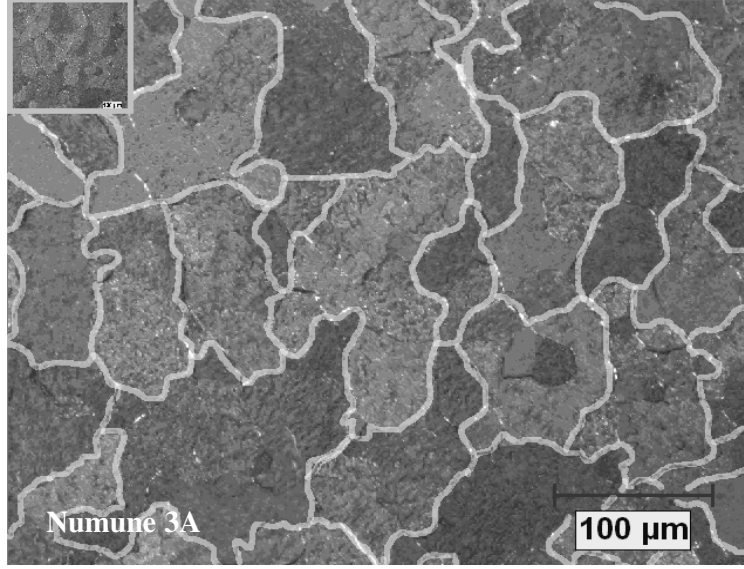
Metalografi çalışlarında amaç enine kesitten alınarak analizi gerçekleştirilen fotoğraflardan ortalama tane sayısının ve tane büyüklüklerinin tespitidir. Bu işlem için şekillerin tane sınırları belirgin hale getirilerek tane sayımı yapılmıştır. Şekil 5.5, 5.6, 5.7, 5.8 ve 5.9’da sırasıyla sinterlenmiş, ilk dövülmüş, ara tavlanmış ve son iki dövme kademelerin mikro yapıları olarak görülmektedir. Bu resimlerde sol üst köşede kare içerisinde resmin orijinal hali verilmektedir



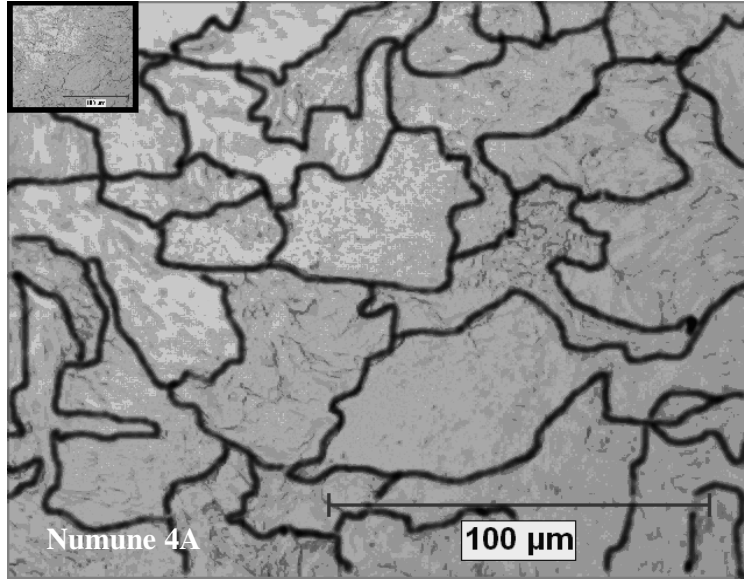
**Şekil 5.5:** Sinterlenmiş 1A Nolu Numunenin Mikro Yapısı (\*100 Büyütme)



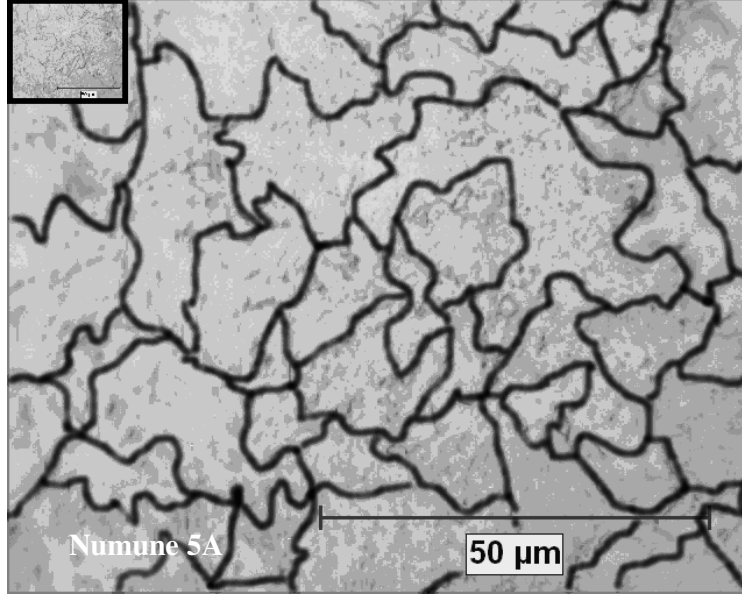
**Şekil 5.6:** 1. Döner Dövmeden Çıkan 2A Nolu Numunenin Mikro Yapısı (\*500 Büyütme)



**Şekil 5.7:** Ara Tavlama Kademesinden Çıkan 3A Nolu Numunenin Mikro Yapısı  
(\*200 Büyütme)



**Şekil 5.8:** 2. Döner Dövmeden Çıkan 4A Nolu Numunenin Mikro Yapısı  
(\*500 Büyütme)



**Şekil 5.9:** 3. Döner Dövmeden Çıkan 5A Nolu Numunenin Mikro Yapısı (\*1000 Büyütme)

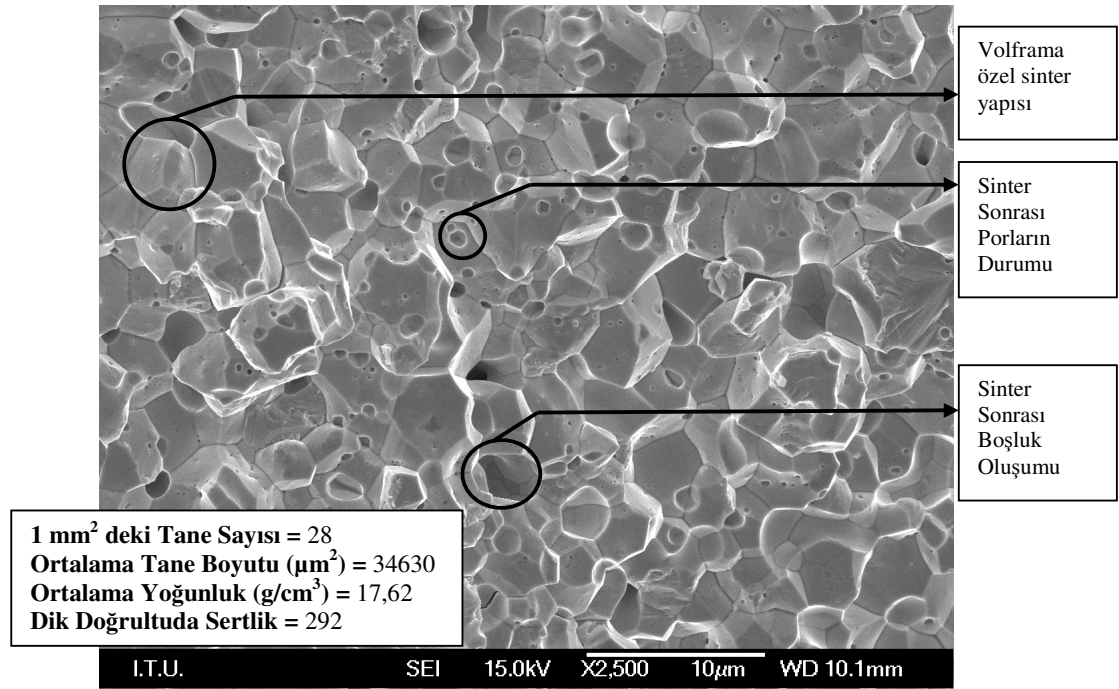
Resimlerden yapılan hesaplamalar Tablo 5.8’de görülmektedir. İlk dövme kademesinden sonrası birim alandaki tane sayısı artarken tanelerin ortalama büyüklüğü azalmaktadır. Ara tavlama kademesinde ise tanenin ortalama büyüklüğü artarken birim alandaki tane sayısı azalmıştır. Son iki dövme kademesinde ise birim alandaki tane sayıları artarken, ortalama tane boyutları en küçük hale düşmüştür.

**Tablo 5.8:** Metalografik İncelemeler Işığında Yapılan Hesaplamalar

| Numune | 1 mm <sup>2</sup> ’deki tane sayısı (~tane) | 1 Tanenin Ortalama Büyüklüğü (µm <sup>2</sup> ) |
|--------|---------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| 1A     | 28                                          | 34630                                           |
| 2A     | 500                                         | 2000                                            |
| 3A     | 145                                         | 7000                                            |
| 4A     | 1125                                        | 900                                             |
| 5A     | 5625                                        | 180                                             |

Başlangıç malzemesi olan sinterlenmiş rodun kırık yüzeyinden alınan SEM görüntüsü Şekil 5.10’da görülmektedir. Bu çalışmada dikkat çeken 3 ana husus vardır. Bunlar volfram tanelerinin kristal şekli, sinterleme sonrası porların durumu ve

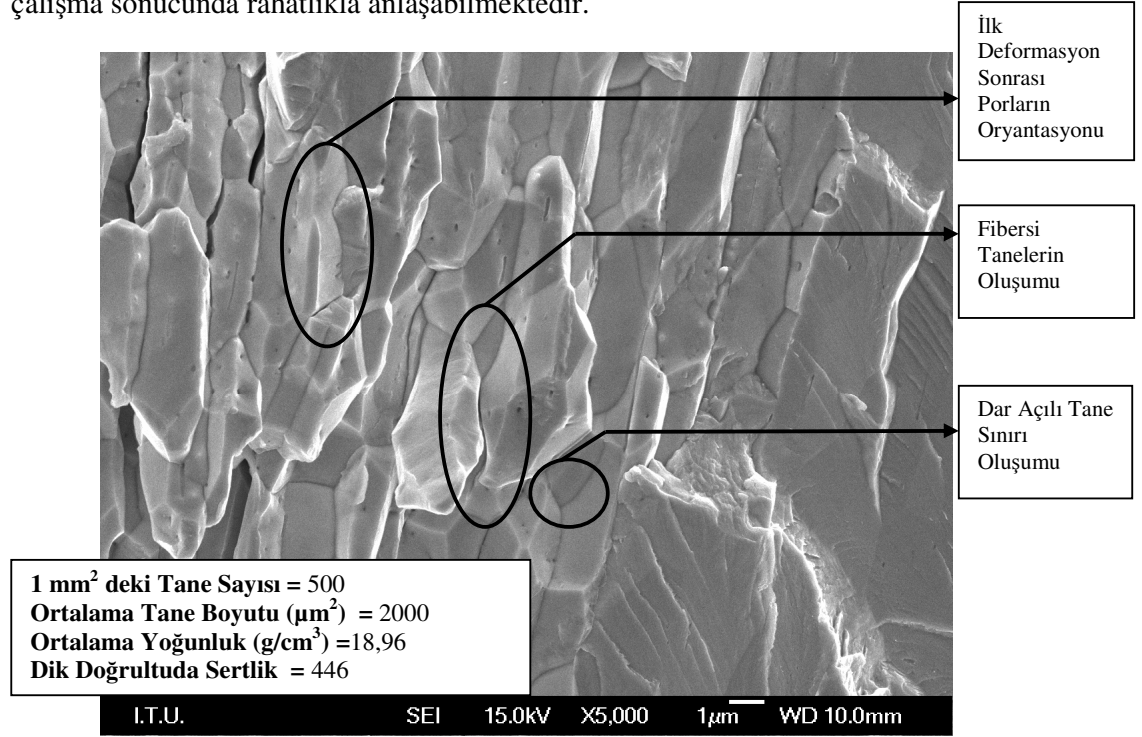
geniş boşluk oluşumlarıdır. Redüksiyon esnasında eklenen ve taneler arasına ve yüzeyine kohezyon etkisi ile tutunan dopantların, özellikle potasyumca zengin oluşumların, sinterleme işleminin gerçekleştirildiği yüksek sıcaklıklarda, buharlaşarak sinterleme yapısında sıklıkla görülen por oluşumları ve hatta geniş boşluk oluşumlarına neden olduğu anlaşılmaktadır. Diğer bir dikkat çeken husus ise bu porların, taneler arası yüzeylerdeki boşluklar ile birbirine bağlı olması (interconnected) ve bunun sonucu olarak açık por yapısında olmalarını sağlamaktadır. Bu kademede görülen eş eksenli, homojen mikro yapı sinterlemenin öz direnç ile gerçekleştirilmesi sonucu açığa çıkan bir oluşum olarak ele alınabilir.



**Şekil 5.10:** Sinterlenmiş Başlangıç Rodunun Kırık Yan Kesitten Alınan SEM Görüntüsü

İlk deformasyon sonucu % 53.125 çap daralmasına uğrayan volfram rodun SEM görüntüsü Şekil 5.11’de görülmektedir. Fibersi tanelerin oluşumunun açıkça görüldüğü bu çalışmada eş eksenli yapı tamamen ortadan kalkara yönelmiş bir yapı ortaya çıkmıştır. Bu oluşumun açık bir sonucu olarak ta dar açılı tane sınırı oluşumu net olarak görülmektedir. Bu oluşumlara paralel olarak porların uzayarak tane sınırlarından tane içlerine doğru hareketi ve işlem doğrultusunda yönelmeleri gerçekleşir. Daha önce yapılan yoğunluk ve porozite deneylerinde, mekanik işlemlerle gerçekleşen yoğunluk artışının, hacimce yüzde por miktarındaki düşüşün,

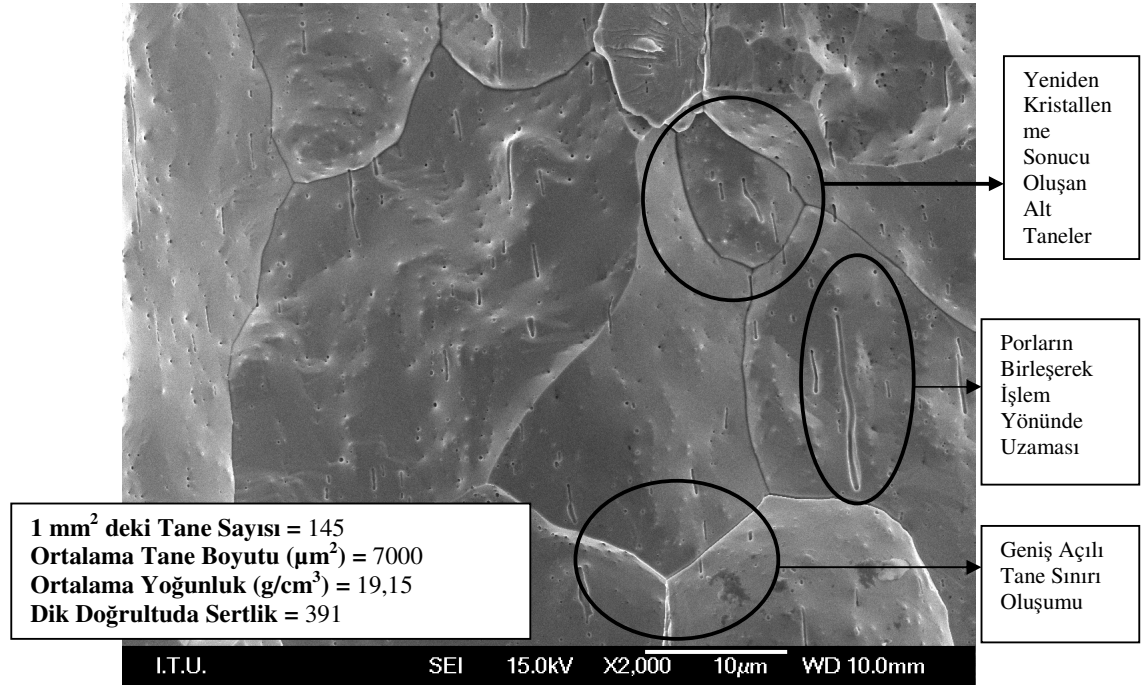
ezilmiş ve daha küçük taneli yapının oluşumundan ve porların, küçük dağılmış ve hacimce azalmış hale gelişinden gerçekleştiği görülmektedir. Mekanik özelliklerdeki değişimlerin de bu yapısal oluşumların sonucu gerçekleştiği bu yapısal çalışma sonucunda rahatlıkla anlaşılabilmektedir.



**Şekil 5.11:** Birinci DDC’nda İşlem Gören Rodun Kırık Yan Kesitten Alınan SEM Görüntüsü

Şekil 5.12’de 2200 °C’de gerçekleştirilen indüktif olarak tavllanmış volfram rodun yan kesitte yapılan SEM çalışması verilmektedir. Bu çalışmada yeniden kristalleşmenin tam olarak gerçekleşemeyip, tane büyümesi olayının engellendiği anlaşılr. Bu engellenme doplama işleminin bir sonucu olup, ikicil kalıntı fazlarının mevcut olduğu bu yapıda, dispersoid haldeki bu fazlarla zengin porların tane sınırlarında birikmiş halden tane içlerine doğru ötelenmesi ile sonuçlanır. Bu ötelenme hareketi, dar açılı tane sınırlarından büyük açılı tane sınırlarına doğru gerçekleşen değişim esnasında, bu kalıntı fazlarla zengin haldeki por yapısının dislokasyon ve yapısal hata hareketlerinin taşınmasını engellemesi nedeniyle gerçekleşmektedir. Bu ötelenme hareketleri esnasında porlar birbirleri ile temas ederek birleşmiş ve işlem yönüne dik taşınımlar nedeniyle işlem doğrultusunda yönelmişlerdir. Bu yapısal oluşumlar sonucu porlar kapalı hale gelmiş ve daha önce yapılan porozite ölçümlerinde hacimce yüzde por oranındaki azalma devam etmiştir

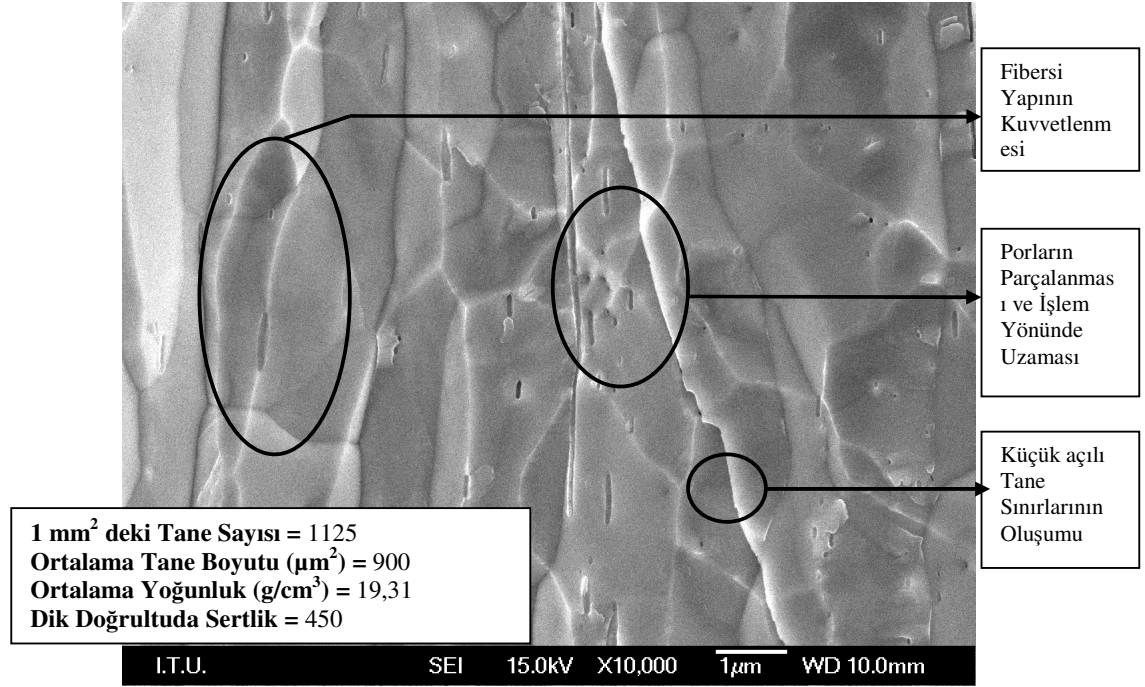
ve buna paralel olarak ta yoğunluk artışı gerçekleşmiştir. Aynı zamanda büyük açılı tane sınırları oluşmuş ve alt tane oluşumları da görülmüştür. Tüm bu yapısal değişimlere rağmen yeniden kristalleşme tam anlamıyla gerçekleşmemiştir. Bunu hem fiziksel-mekanik özellikler hem de yapısal değişimler ortaya koymaktadır. Bu sonuç, engellenmesi istenilen abartılı tane büyümesi olayını ortadan kaldırması için doplama etkisi kullanılarak ortaya çıkarılmış bir oluşumdur. Diğer çalışmalarda gözlemlenen tüp fırın uygulamaları ile gerçekleştirilen tavlama çalışmaları ancak 1,0 mm çaplı filmaşinlere uygulanarak aynı sonuç elde edilebilmiştir. Bu çalışmada ise 7,5 mm çaplı rodrlara bu işlem uygulanarak başarılı bir sonuca ulaşılmıştır. Bu başarının sonucu döner dövme işleminin efektifliği artmış ve sonuçta elde edilecek filmaşinlerin kalitesinin artması ile daha düşük çaplı tel üretimine olanak sağlanmıştır.



**Şekil 5.12:** İndüktif Olarak Tavlanan Rodunun Kırık Yan Kesitten Alınan SEM Görüntüsü

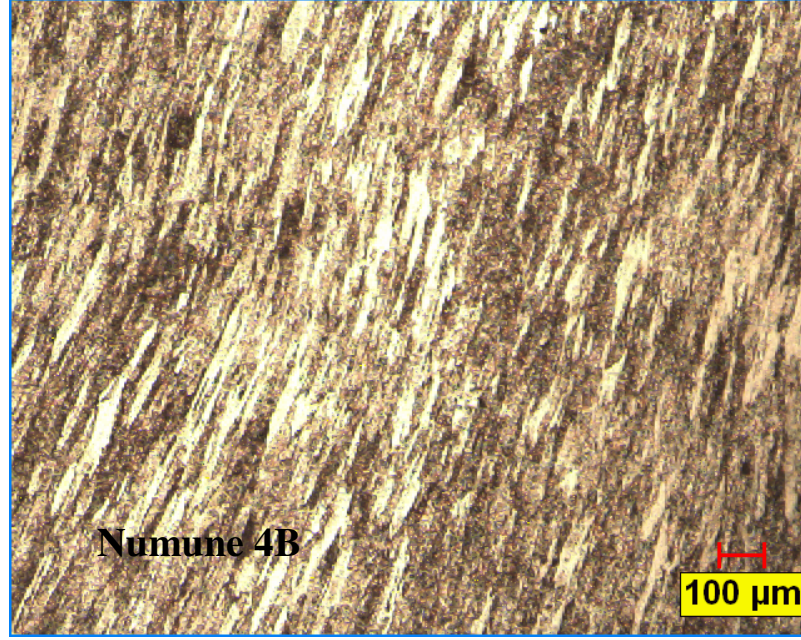
İndüktif tavlamanın ardından gerçekleştirilen döner dövme kademesinin kırık yan kesitten alınan SEM görüntüsü Şekil 5.13'te görülmektedir. Bu çalışmada lifli yapının tekrardan oluşturulduğunu görülmektedir. Bu yapısal değişim gerçekleşirken, indüktif tavlama kademesinde birleşerek büyüyen porlar, plastik deformasyonun etkisi ile parçalanarak daha ince ve dağılmış hale gelirler. Bu yapısal sonuç, porozite

ölçümü sonucu elde edilen hacimce por yüzdesindeki artışın, porların dövme esnasında parçalanarak açık por yapısına kavuşmaları nedeniyle olduğunu göstermektedir. Aynı zamanda, ölçülebilen hacimce yüzde por miktarındaki artışa rağmen, dar açılı tane sınırlarının oluşumu ve yapının daha ince lifsi tanelerden oluşması nedeniyle yoğunluktaki artış azalarak ta olsa artışına devam etmiştir.



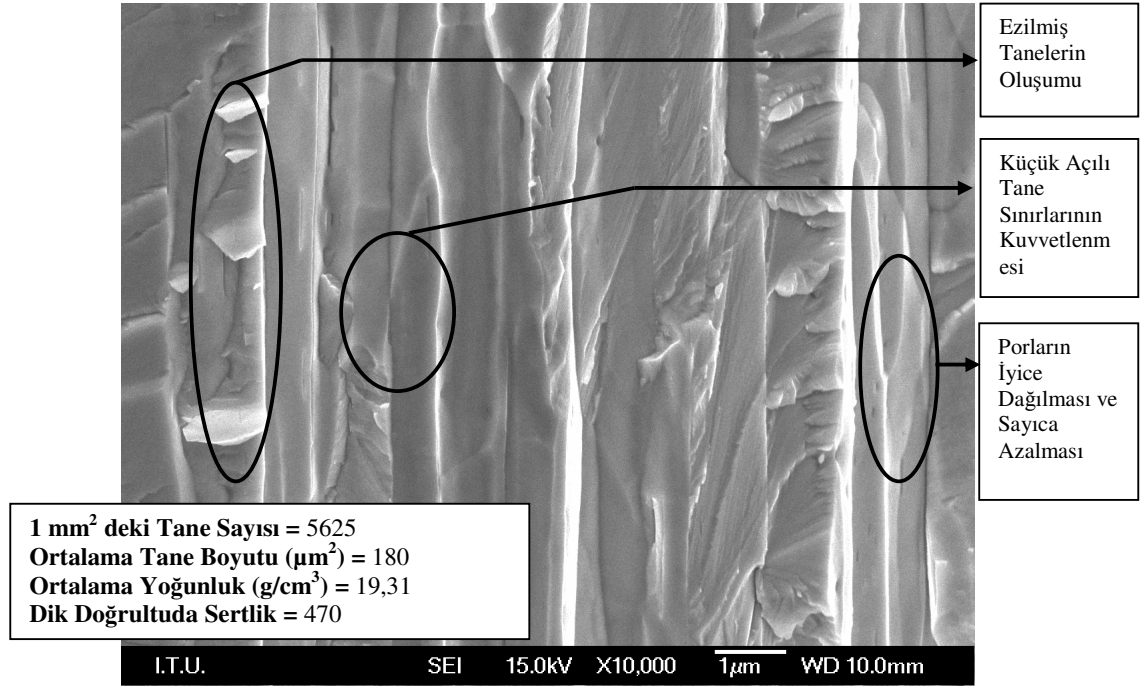
**Şekil 5.13:** İkinci Dövme İşleminde Çıkan Rodun Kırık Boyuna Kesitten SEM Mikro Yapısı

Ayrıca hem Şekil 5.13'teki SEM çalışmasında hem de Şekil 5.14'teki metalografik incelemede termo-mekanik işlemin bu kademesinde dövülen liflerin geniş spiral bir uzamaya uğradıklarını görülmektedir. Bu oluşum otomatik besleme esnasında gerçekleşen burkulma nedeniyle olmaktadır. Bu oluşum eğer belirli bir seviyede tutulabilirse çekme işlemi esnasında daha rahat bir çalışma pratiği sağlanmış olacaktır. Çünkü çekme işleminde sündürülerek uzatılmaya çalışan liflerin bu burkulmadan kurtularak uzaması esnasında belirli bir miktar uzama gerçekleşecektir.



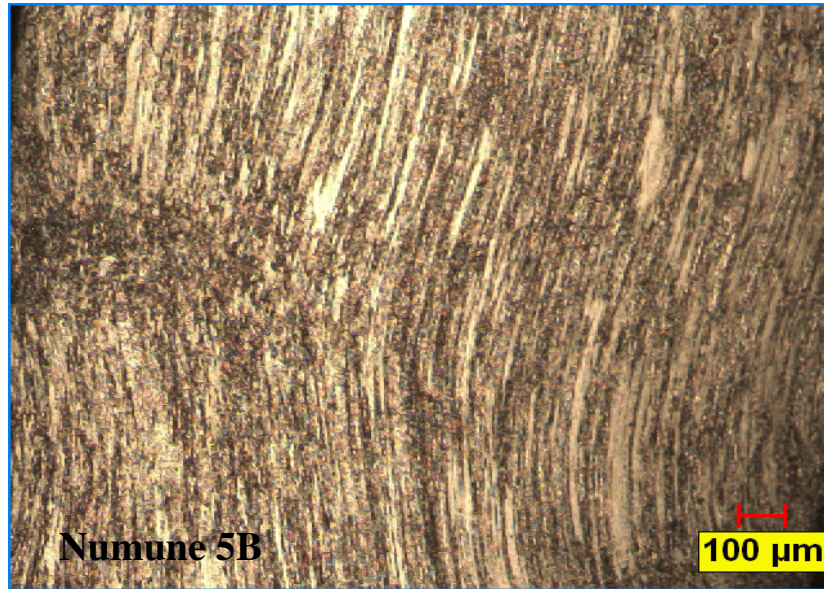
**Şekil 5.14:** İkinci Dövme İşleminde Çıkan Rodun Dağlanmış Metalografik Resmi (\*50 Büyütme)

Son dövme kademesinde nihai olarak oluşturulan lifli ve tam deforme olmuş yapı Şekil 5.15’te görülmektedir. Bu kademedede artık tel taslağı olarak ta adlandırdığımız filmaşın üretimi gerçekleşmiş durumdadır. Tel üretimi için gerekli olan tüm fiziksel-mekanik ve yapısal özellikler bu kademedede araştırılmalıdır. Öncelikle bir önceki dövme kademesi ile bu dövme kademesi birbirini takip eden prosesler olup arada herhangi bir tavlama işlemi uygulanmadığından, bir önceki kademedede elde edilen sonuçların pekişmişmiş halini bu kademedede de görülmektedir. Örneğin dar açılı tane sınırı oluşumunun tanelerin ezilmesine kadar ilerlediğini anlaşılmaktadır. Bununla birlikte por yapısındaki parçalanmanın aşırı şekilde artarak yapıda görülmeyecek hale gemleş olduğu tespit edilmiştir. Bu homojen yapı sayesinde tel üretimi esnasında gerçekleşebilecek hataların önü alınmıştır. Por yapısındaki bu değişim porozite ölçülerinin sonuçlarını destekler mahiyettedir. Bu aşamada herhangi bir yoğunluk değişiminin olmamasının sebebi, yapısal pekleşmenin nihai duruma ulaşması ve teorik yoğunluğa yaklaşılmasıdır.



**Şekil 5.15:** Son Dövme İşleminde Çıkan Filmanın Kırık Boyuna Kesitten SEM Mikro Yapısı

Ayrıca bir önceki kademedeki bahsedilen geniş spiralsi uzamış yapının daha da artmış hali Şekil 5.16’da görülmektedir. Bu burkulmanın en sakıncalı etkisi yüzeydeki oksit oluşumlarının içeri gömülmesine sebep olmasıdır. Bunun sonucu olarak ta tel ekme kademesinde gevrek kopmalar gerçekleşmektedir.



**Şekil 5.16:** Son Dövme İşleminde Çıkan Filmanın Dağlanmış Metalografik Resmi (\*50 Büyütme)

## 6. GENEL SONUÇLAR

Yoğunluk deneyleri sonucunda sinterlenmiş volfram roda uygulanan termo-mekanik işlemler ile birlikte yoğunluk  $17,62 \text{ g/cm}^3$ 'ten  $19,31 \text{ g/cm}^3$ 'e yükselmiştir. Bu değişim hem içyapıdaki porların durumu hem de tanelerin şekilsel ve boyutsal değişimleri ile ilgilidir. Dövme kademelerinde yoğunluk daha çok tanelerin küçülmesi ve sayısal artışına bağlı olarak yükselirken; indüktif tavlama kademesinde por yapısındaki değişime (por çökmelerine) bağlı olarak artmıştır.

Porozite ölçümleri ile por yapısındaki değişim belirlenmiş ve bu değişimlerin yoğunluk üzerindeki etkisi saptanmıştır. Bu deneysel kademenin sonuçları sabit bir por boyutu göz önüne alınarak kıyaslanabilir hale getirilmiştir. 10 mikronmetrelik por boyutunda toplam por hacminin %95,12'si ortalama 10 mikronmetrelik porlardan oluştuğu başlanıç durumundan hareketle, yapılan termo-mekanik işlemler sonucunda bu oran % 54'e kadar düşmüştür. Bu düşüş, por boyutlarındaki azalmanın bir göstergesi olmuş ve benzer sonuçlar SEM çalışmalarında da gözlemlenmiştir.

Sertlik ölçümleri, deformasyon etkisi altında sertliğin arttığını; tavlama işlemi ile yeniden kristalleşme etkisi altında ise azaldığını ortaya koymuştur. Ayrıca yapılan tavlama işlemine bağlı yeniden kristalleşmenin kısmi olarak gerçekleştiği anlaşılmıştır. Nihai olarak sertlik değerleri 283 HV'ten 472 HV'e ulaşmıştır. Bu da yapıda meydana gelen yapısal değişimin açık bir belirtisidir.

Basma ve İndentasyon deneyleri sonucunda yapıda depolanan enerji miktarlarının nasıl değiştiği anlaşılmıştır. Ancak bu iki enerji değeri de birim hacimdeki enerji miktarı olmasına rağmen sayısal olarak karşılaştırılabilir değerler değildir. Çünkü bu enerji değerlerinin ölçüldüğü sistemlerin biri mikron mertebesinde iken diğeri milimetre mertebelerinde gerçekleştirilmektedir. Ayrıca, basma deneyleri sonucu elde edilen enerji değerleri yapıda depolanan elastik enerji miktarını ifade ederken, İndentasyon deneyleri sonucu elde edilen enerji değerleri birim hacmi deforme edebilmek için gerekli olan plastik enerji değerini verir. Ancak elde edilen değerlerin oransal olarak değişimleri birbirleri ile uyumludur. İndentasyon deneyleri sonucunda sinterlenmiş rodta  $5,5 \text{ Nm/mm}^3$  olan İndentasyon

enerjisi, termo-mekanik işlemler sonucu  $13 \text{ Nm/mm}^3$ 'e kadar artmıştır. Basma deneyi sonuçlarında ise ilk dövme kademesi sonucunda  $0,04 \text{ Nm/mm}^3$  olan birim elastik enerji değerinin son dövme kademesinin ardından  $0,08 \text{ Nm/mm}^3$ 'e kadar yükseldiği tespit edilmiştir.

Metalografi ve SEM çalışmaları sonucunda fiziksel ve mekanik özelliklerdeki değişimlerin yapısal değişimlere bağlı olduğu ortaya çıkmıştır. Bu yapısal değişimler metalografi çalışmalarında tane sayısı ve boyutu olarak ele alınırken SEM çalışmalarında por yapısı, tane sınırı açısı ve lifli yapıdaki değişimler olarak ele alınmıştır. Metalografi çalışmaları sonucu sinterlenmiş numunedeki tane sayısının  $28 \text{ tane/mm}^2$ 'den termo-mekanik işlemler sonucunda  $5625 \text{ tane/mm}^2$ 'ye yükseldiği ölçülmüştür.

Dövme işlemleri esnasında çaptaki toplam redüksiyona ulaşmak için seçilen paso sayısı, hız ve çap aralıklarının uygun olduğu görülmüş ve her dövme işlemi öncesi uygulanan ısı işlemi için seçilen sıcaklığın yeterli olduğu anlaşılmıştır.

## 7. ÖNERİLER

İlk döner dövme cihazında göze çarpan en büyük problem elle yükleme nedeniyle homojen dağılımlı bir deformasyon uygulanamamasıdır. Bunu aşmak için rodlar birbirleri ile kaynatılarak boyları yeterli ölçüye ulaştıktan sonra ikinci ve son dövme cihazlarındakine benzer bir sistem ile otomatik olarak yüklenmelidir. Böylelikle hem çaptaki hem de boydaki deformasyon dağılımı homojen olarak gerçekleşecektir.

İndüktif tavlama kademesinden önceki dövme işlemleri esnasında yüzeyde oluşan oksitlerin, redüktif ortamın etkisi ile daha düşük oksijen içeren bir diğer okside dönüşmesi ya da çıkılan yüksek sıcaklıkla birlikte tam olarak tekrar metelize olması, ilerleyen dövme kademelerinde büyük problemlere sebep olmaktadır. Çünkü yüzeyde oluşan bu hatalı bölge takip eden dövme işlemleri ile iç kısımlara nüfuz etmekte ve tel taslağının kesintili bir yapı haline gelmesine ve ilk tel çekme kademelerinde kopmalara sebep olmaktadır. Bu durum Ek A'daki SEM çalışmasında açıkça görülmektedir. İndüktif tavlama kademesi öncesi alınabilecek başlıca önlemler şunlardır:

%20 NaOH içeren kostik yüzey temizleme banyolarında bu rodlar temizlenmesi. (Ancak, bu defa da yüzeyde sodyum volframat kristalleri bırakmayacak şekilde etkin bir durulama- örneğin ultrasonik su banyosunda- yapılması zorunludur. Aksi halde yapıda oksit enklüzyonları yerine tuz enklüzyonları bulunacaktır.)

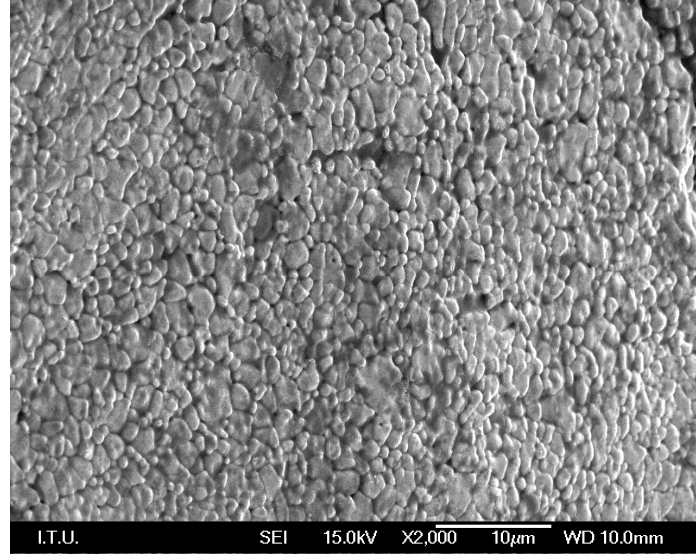
2300 °C'nin üzerinde yapılan rekristalizasyon tavlaması sırasında indüksiyon bobininin yer aldığı kabin içindeki hidrojen kısmi basıncının emniyet açısından mümkün olan en yüksek düzeyde tutulması.

## KAYNAKLAR:

- [1] **Ulus A., Er A., Dönmez D., Çağlar S.A., Gül Y.A.**, 2004, Toz Metalurjisi ile Üretilmiş Wolfram Çubuklardan 10-100 Mikron Kalınlığında Volfram İplik Üretimi, *Tasarım Projesi*, İ.T.Ü Kimya-Metalurji Fakültesi
- [2] **Colin J. Smithells**, 1952, Tungsten: A Treatise on Its Metallurgy, Properties and Applications, 3rd Edition, Chapman&Hall Ltd
- [3] **Wang, C. Y. and K. C. Li, M.E.**, 1956, Tungsten( Its History, Geology, Pre-Dressing, Metallurgy, Chemistry, Analysis, Application and Economics), *American Chemical society Monograph (A.R.S.M).*, No:94 3rd edition, Chapman-Hall, London
- [4] **D.P.T.**, 8. Beş Yıllık Kalkınma Planı, 2001, *Metal Madenler Alt Komisyonu Diğer Metal Madenler Çalışma Grubu*, Ankara
- [5] **Mineral Handbook 1998–99**, Statics and Analysis of the World Mineral Industry, Mining Journal Book Ltd. London, Tungsten (388–396)
- [6] **Bülent Şirin**, 1993, Düşük Tenörlü Şelit Konsantrelerinden Tungsten Metal Tozu Üretimi, *Yüksek Lisans Tezi*, İstanbul Teknik Üniversitesi
- [7] **Claus G. Goetzel**, 1950, Treatise on Powder Metallurgy, Vol. 2 Applied and Physical Powder Metallurgy
- [8] **Erwin Pink and Lazslo Bartha**, 1989, The Metallurgy of Doped/Non-Sag Tungsten, Elsevier Applied Science London and New York
- [9] **John D. Verhoven**, 1975, Fundamentals of Physical Metallurgy, New York, Wiley
- [10] **Robert E.**, 1973, Physical Metallurgy Principles: Second Edition, Monterey, Calif. : Brooks/Cole Engineering Division
- [11] **Zonghe Lai**, 1994, Activated Recrystallization of Non-sag Tungsten Wire, Chalmers University of Technology, Goteborg, Sweden

- [12] **Uray L.**, 2002 AKS Doped Tungsten-investigated by Electrical Resistivity:  
I. Manufacturing Tungsten Bar and Wire, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 20, p.p. 311-318
- [13] **Uray L.**, 2002 AKS Doped Tungsten-Investigated by Electrical Resistivity:  
II. Impurities in Tungsten, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 20, p.p. 319-326
- [14] **Horascek O. , Toth CS. L., Nagy A.**, 1998, Selective Bubble deformation during thermomechanical processing in KSiAl-doped tungsten, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 16, p.p. 51-57
- [15] **Samajdar I., Verlinden B., Watte P. and Mertens F.**, 1999, Secondary Recrystallization in Non-Sag W Filament Wire – On the Possible Role of Relative Grain Boundary Character Distribution, *Scripta Materials* Vol. 40, No. 11, p.p. 1263–1268
- [16] **Gaal I., Toth Cs. L.**, 1998, Microstructural Evolution Upon Thermo Mechanical Processing of Non-Sag Tungsten, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 16, p.p. 59-70
- [17] **Harmat P., Bartha L. and Grosz T.**, 2002, The Rate of Bubble Deformation During Tungsten Wire Drawing, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 20, p.p. 295-299
- [18] **Avery W. J., Sc. B., C. I. D., Smithells J. C.**, 1926, The Effects of Working on Tungsten: VI.- Effect of Working on The Physical Properties of Tungsten, *I.O.P., Proc. Soc.* 39 No: 1, p.p. (85–96)
- [19] **P.Schade**, 2002, Bubble Evolution and Effects During Tungsten Processing, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 2002–20 p.p. (301–309)
- [20] **W. D. Coolidge**, 1913, Tungsten and Method of Making the Same for Use as Filament of Incandescent Electric Lamp and for Other Purposes, Patented Dec. 30, Patent No: 1,082,933
- [21] **E. Arpat, H. Çimenoglu, E. S. Kayali**, 2003, Hardness Characterization of Thin Zr(Hf,N) Coatings, *Surface and Coating Technology* No:162 p.p.(167-173)

## EK A



**Şekil A1:** 8 mm çaplı tavlanmış filmaşinde iç kısımlara nüfuz etmiş oksit enklüzyonu (Boylamasına kırık yüzey kesitinden SEM çalışması)

WO<sub>3</sub> tanelerinin önemli oranda metalize olmalarına rağmen, granüllerin yüzeyinde çok ince bir film halinde kalan suboksitler (W<sub>4</sub>O<sub>11</sub>-W<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) matriks yapının kaynaşmasına engel olmaktadır.

## **ÖZGEÇMİŞ**

3 Eylül 1982 yılında Ankara’da doğan Ali ULUS 1999 yılında Samanyolu Fen Lisesi’ni, 2004 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nü bitirerek aynı yıl İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İleri Teknolojiler Anabilim Dalı Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programında Yüksek Lisans öğrenimine başlamıştır. İngilizce bilen Ali ULUS bilgisayar destekli tasarım konusuna da ilgi duymaktadır.