

**TOZ ENJEKSİYON KALİPLAMADA SU BAZLI BAĞLAYICI
KULLANARAK OLUŞTURULAN SÜPERALAŞIM TOZLU BESLEME
STOKLARINDAN PARÇA ÜRETİMİNİN İNCELENMESİ**

Şükrü UPRAK

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MAKİNA EĞİTİMİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NİSAN 2008
ANKARA**

Şükrü UPRAK tarafından hazırlanan TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMADA SU BAZLI BAĞLAYICI KULLANARAK OLUŞTURULAN IN718 SÜPERALAŞIM TOZLU BESLEME STOKLARINDAN PARÇA ÜRETİMİNİN İNCELENMESİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Yrd. Doç. Dr. Çetin KARATAŞ
Tez Danışmanı Makine Eğitimi Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Makine Eğitimi Anabilim Dalında Yüksek Lisans olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Muammer NALBANT
Makine Eğitimi, Gazi Üniversitesi
Yrd. Doç. Dr. Çetin KARATAŞ
Makine Eğitimi, Gazi Üniversitesi
Prof. Dr. Ahmet ÖZDEMİR
Makine Eğitimi, Gazi Üniversitesi
Prof. Dr. Mehmet TÜRKER
Metal Eğitimi, Gazi Üniversitesi
Prof. Dr. A.Tamer ÖZDEMİR
Metal Eğitimi, Gazi Üniversitesi

Tarih: 28/04/2008

Bu tez ile G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Nermin ERTAN
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Şükrü UPRAK

**TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMADA SU BAZLI BAĞLAYICI
KULLANARAK OLUŞTURULAN SÜPERALAŞIM TOZLU BESLEME
STOKLARINDAN PARÇA ÜRETİMİNİN İNCELENMESİ
(Yüksek Lisans Tezi)**

Şükrü UPRAK

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Nisan 2008**

ÖZET

Bu tez çalışmasında IN 718 süperalaşım tozu içeren suda çözünen besleme stokunun enjeksiyon kalıplama ile parça üretimi incelenmiştir. IN 718 süperalaşım özellikle savunma sanayinde kullanılmakla birlikte malzemenin yüksek sıcaklıklarda özelliğini yitirmemesi istenilen uygulamalarda kullanılan bir malzemedir. Malzeme %50-55 oranında nikel içermesinden dolayı geleneksel imalat yöntemleri ile işlenmesi zor ve maliyetlidir. Bu amaçla %66 PEG8000 %29PP %5SA oranında bağlayıcı hazırlanmıştır. %64 oranında IN 718 tozu ile %36 bağlayıcı karıştırılarak besleme stoğu oluşturulmuştur. İlk olarak besleme stoklarının kılcal reometrede akış davranışları incelenmiştir. Tez kapsamında geliştirilen IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stoku enjeksiyon makinesinde 180-230 °C sıcaklık aralığında, 900-1100 bar basınç aralığında ve 15-21 cm³/s debi aralığında ve 36°C kalıp sıcaklığında kalıplanmıştır. Enjeksiyon makinesinde üretim için beş farklı kalınlığa ve uzun dikdörtgen prizma şeklinde boşluklara sahip bir kalıp kullanılmıştır. Kalıplanan parçalar 60°C sıcaklıkta su içerisinde 46 saat fırında bekletilerek bağlayıcı giderme işlemi yapılmıştır. Parçalar bağlayıcı giderme işleminden sonra 0-500°C aralığında 3°C hız ile 500-800°C aralığında 5°C hız ile 800-1000°C aralığında 7°C hız ile 1000-1280°C aralığında 10°C hız ile ısıtılarak 1280°C

sıcaklıkta 2 saat sinterlenmiştir. Sinterlenen parçalarda mikroyapı incelenmiştir.

Bilim Kodu : 708.1.140
Anahtar Kelimeler : Toz enjeksiyon kalıplama, besleme stoku
Sayfa Adedi : 71
Tez Yöneticisi : Yrd. Doç. Dr. Çetin KARATAŞ

**INVESTIGATION OF PART PRODUCTION WITH THE CREATE WATER
BASED AND SUPERALLOY POWDERS FEEDSTOCKS USED IN POWDER
INJECTION MOLDING**

(M.Sc. Thesis)

Şükrü UPRAK

**GAZİ UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY**

April 2008

ABSTRACT

In this thesis, the part production of feedstocks produced for powder injection molding a water soluble feedstock composed of IN 718 superalloy powder developed specially for this thesis have been examined. IN 718 is especially defense become used at your industry that the material does not lose your quality at the high warmths which is become together material which becomes used. Materials includes nickel at %50-55 rades general products method get processes difficult and high cost. This intends % 66 PEG8000 % 29PP %5SA binder has been prepared. %64 IN 718 powder at your rate is made %36 binder feedstock is made have become. For this purpose first of all the flow characteristics of the feedstocks have been invesitgated by a capillary rheometer. İn the injection machine developed in the context of the thesis, containing IN 718 superalloy feedstock had been at 180-230 °C temperature range, 900-110 bar pressure range and 15-21 cm³/s flow rate range and at a 40 °C mold temperature. For the production in injection machine, a mold width live different thickness and having long rectangular prismatic cavity has been use. Be debinding operation has been performed waiting the molded parts at 60 °C temperature. After the debinding operation, the parts are sintered 3 °C ramp within 0-500 °C range, at 5 °C ramp within 500-800 °C and at at 7 °C ramp

within 800-1000 °C and at 10 °C ramp within 1000-1280 °C and at 1280 °C for two hour. The microstructure has been observed in the sintered parts.

Science Code : 708.1.140

Key Words : Powder injection molding, feedstock

Page Number: 71

Adviser : Assist. Prof. Dr. Çetin KARATAŞ

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım süresince her türlü desteği sağlayan, bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen danışmanım Sn. Yrd. Doç. Dr. Çetin KARATAŞ'a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Araştırmalar süresince karşılaşılan problemlerin giderilmesinde, makine, ekipmanların, IN 718 tozların temininde ve numunelerin SEM fotoğraflarının çekilmesinde yardımcı olan Sn. Prof. Dr. Mehmet TÜRKER'e teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca Tez çalışmalarımda vakit ayırarak yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşım Sn. Müjdat Sami ERGÜNEY'e teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	xii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xiii
RESİMLERİN LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvi
1. GİRİŞ	1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	4
3. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA.....	9
3.1. Toz Enjeksiyon Kalıplama ve Diğer Teknolojiler	10
3.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Sınırlar	13
3.3. Tozlar.....	14
3.3.1. Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan malzemeler	15
3.3.2. Parçacık şeklinin önemi	17
3.3.3. Tane büyüklüğü ve büyüklük dağılımı	18
3.4. Bağlayıcı	18
3.5. Reoloji.....	21
3.6. Karıştırma ve Granülleme.....	22
3.7. Bağlayıcının Çıkarılması	23
3.8. Sinterleme	26

Sayfa

4. MATERYAL VE METOT.....	31
4.1. Besleme Stoku.....	31
4.1.1. Süperalaşım tozu (Inconel 718).....	31
4.2. Bağlayıcı	32
4.2.1. MH418 polipropilen (PP)	33
4.2.2. Stearik asit (SA)	34
4.2.3. Polietilen glikol (PEG).....	35
4.3. Besleme Stokunun Hazırlanışı	35
4.4. Kullanılan Makine ve Ekipman	36
4.4.1. Kılcal reometre	36
4.4.2. Ekstrüzyon makinesi.....	37
4.4.3. Enjeksiyon makinesi	39
4.4.4. Isıl işlem fırını	40
4.4.5. Sinterleme fırını.....	42
4.5. Enjeksiyon Kalıbı.....	42
4.6. Deneylerin Yapılışı.....	43
5. SONUÇ VE TARTIŞMA.....	47
5.1. Besleme Stoku Sonuçları	47
5.2. Enjeksiyon Sonuçları	54
5.3. Bağlayıcı Giderme Sonuçları	59
5.4. Sinterleme Sonuçları.....	59
5.5. Sonuçlar	64

Sayfa

5.6. Öneriler	64
KAYNAKLAR.....	65
EKLER.....	67
EK-1 Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası numune SEM mikrografları	68
ÖZGEÇMİŞ	70

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. İmalat teknolojilerinin çeşitli parametreler açısından kıyaslanması [1].....	12
Çizelge 3.2. TEK Parçaları için ideal ölçü kısıtlamaları [13]	13
Çizelge 3.3. TEK Parçaları için ideal ölçü kısıtlamaları [13]	14
Çizelge 3.4. Tozların özellikleri ve TEK'e etkileri [2]	18
Çizelge 3.5. Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan bağlayıcı karışımları [2]	19
Çizelge 3.6. Bağlayıcı özellikleri [2]	20
Çizelge 3.7. Bağlayıcı özellikleri [2, 13]	29
Çizelge 4.1. IN 718 süperalaşım tozunun özellikleri [17]	31
Çizelge 4.2. Kullanılan bağlayıcı karışımı.....	33
Çizelge 4.3. Çeşitli Polietilen glkol türlerinin tipik fiziksel özellikleri [4, 5, 6].....	34
Çizelge 4.4. Arburg Allrounder 220S enjeksiyon makinesinin özellikleri	39
Çizelge 4.5. Protherm PLF 110/30 ısıtma işlem fırını özellikleri	41
Çizelge 4.6. TEK Kalıplama çevriminde makine şartları ve çeşitli işlemlerin durumu [4, 13]	46
Çizelge 5.1. Besleme stokunun kılcal reometre sonuçları	47
Çizelge 5.2. Besleme stokunun kılcal reometre sonuçları	47
Çizelge 5.3. Besleme stokunun kılcal reometre sonuçları	50
Çizelge 5.4. Akan miktar varyans analizi	53
Çizelge 5.5. Akan süre varyans analizi	54
Çizelge 5.6. Enjeksiyonda kullanılan parametreler	54
Çizelge 5.7. Numunelerin ham yoğunluktaki boyutları.....	58

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. TEK’de işlem basamakları [2]	9
Şekil 3.2. İmalat teknolojilerinin parça karmaşıklığı ve üretim miktarı parametreleri açısından uygulama alanları [14]	11
Şekil 3.3. Üretim maliyetlerinin parça karmaşıklığına göre karşılaştırılması [1]	12
Şekil 3.4. TEK için ideal toz şekli [2]	17
Şekil 3.5. Viskoz akış davranışları [13, 20]	21
Şekil 3.6. Yükleme eğrisi, toz/bağlayıcı karışımının teorik yoğunluğuna karşı deneysel yoğunluğu [5]	23
Şekil 3.7. Bağlayıcı ayırma metotları [2, 5, 6]	24
Şekil 3.8. Yoğun numunede tane sınırı ilerlemesi ve tane büyümesi sırasında malzeme ilerlemesi [2, 13, 16]	28
Şekil 3.9. Birbirlerine temas eden iki toz parçacığının boyun verme ile birleşmesi [2, 13]	28
Şekil 3.10. Birbirleriyle temas halinde bulunan bir grup toz parçacığında tane büyümesi [2, 13]	29
Şekil 4.1. IN 718 tozlarının sem fotoğrafı [18]	32
Şekil 4.2. Besleme stoku TG-DTA diyagramı [5, 6]	33
Şekil 4.3. Granül elde etmek için imal edilen ekstrüzyon kalıbı	38
Şekil 4.4. Arburg 220S enjeksiyon makinesi grafik ekranı	45
Şekil 4.5. TEK de birbiriyle uyumlu etkilerin bir döngüdeki vida konumu [4, 13]	46
Şekil 5.1. Besleme stokunun sıcaklık-görünür viskozite grafiği	48
Şekil 5.2. Besleme stokunun kayma hızı-görünür viskozite grafiği	48
Şekil 5.3. Besleme stokunun sıcaklık-görünür viskozite grafiği	49
Şekil 5.4. Besleme stokunun kayma hızı-görünür viskozite grafiği	50

Şekil	Sayfa
Şekil 5.5. Besleme stokunun sıcaklık-görünür viskozite grafiği.....	51
Şekil 5.6. Besleme stokunun kayma hızı-görünür viskozite grafiği.....	51
Şekil 5.7. Besleme stoklarının viskozite karşılaştırma grafiği	52
Şekil 5.8. Besleme stoklarının viskozite kayma oranı karşılaştırma grafiği.....	53
Şekil 5.9. TEK de enjeksiyon esnasında parametrelerin durumu [4, 13]	54
Şekil 5.10. Numune basımında oluşan enjeksiyon parametrelerinin durumu.....	58
Şekil 5.11. TEK’de toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu bölgeler [5, 13, 19, 20]	60
Şekil 5.12. Birinci sinterleme döngüsü	61
Şekil 5.13. İkinci sinterleme döngüsü.....	62

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. TEK yöntemi ile üretilmiş örnek parçalar [1].....	10
Resim 3.2. Termal bağlayıcı giderme işleminin düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmesi [13].	25
Resim 3.3. Sinterleme işlemi koruyucu atmosferli ve vakumlu sinter fırınlarında yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilir.Özel durumlar için kullanılan HIP fırınlar da mevcuttur [13].....	26
Resim 4.1. IN 718 tozu içeren granül haldeki besleme stoku	36
Resim 4.2. Kılcal reometre ve hassas terazi.....	37
Resim 4.3. Çift vidalı ekstrüzyon makinesi	38
Resim 4.4. Granül kalıbı	38
Resim 4.5. Arburg 220S tipi bir enjeksiyon makinesi.....	40
Resim 4.6. Protherm Isıl işlem fırını	41
Resim 4.7. Dahili vakumlu atmosfer kontrollü sinterleme fırını	42
Resim 4.8. Üç farklı boşluğa sahip enjeksiyon kalıbı.....	43
Resim 5.1. Düz numunede toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu bölgeler.	56
Resim 5.2. Kademeli numunede toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu bölgeler.....	57
Resim 5.3. IN 718 besleme stoku beş kademeli numunenin dolumu.....	56
Resim 5.4. Birinci sinterleme döngüsü sonucunda numunenin iç görünümü.....	62
Resim 5.5. Numunelerin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası görüntüleri.	63
Resim 5.6. İkinci sinterleme sonrası numunenin iç kısmı..	64

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
MGOe	Manyetiklenme Enerjisi
Pa.s	Viskozite
s ⁻¹	Kayma oranı
Kısaltmalar	Açıklama
EAS	Eriyik akış sabiti
IN 718	Inconel 718 (Süperalaşım)
PEG	Polietilen glikol
PP	Polipropilen
SA	Stearikasit
TEK	Toz enjeksiyon kalıplama

1. GİRİŞ

Tozlarının preslenmesiyle ile parça üretimi yöntemi en çok bilinen toz metalurjisi üretim yöntemidir. Yöntemin avantajı parçaların ekonomik, seri ve hassas üretilebilmesine imkan vermesi dezavantajı ise parça tasarımında belirli bir geometrinin ötesine geçilememesi olarak değerlendirilmektedir [2].

Plastik üretiminde sık kullanılan enjeksiyonla kalıplamada karmaşık şekilli plastik parçalar çok kısa bir zamanda üretilebilmektedir. Bu üretim yönteminde yüksek toleranslarda çok sayıdaki plastik parçanın üretilmesine imkan sağlamasıdır [2].

Her iki teknoloji TEK ile birleştirilmiştir. TEK, yüksek sıcaklıklarda ergiyen, mekanik, fiziksel ve kimyasal dayanımları yüksek, işlenmesi güç olan metal ve seramik malzemelerden karmaşık geometrilere sahip parçaların çok sayıda, hassas ve seri bir şekilde üretimine imkan sağlamaktadır [2].

TEK işlemi 1920’li yıllardan sonra geliştirilmiştir. İkinci Dünya Savaşı öncesinde bu yöntemle çeşitli seramik parçaların elde edildiği bilinmektedir. İkinci Dünya Savaşı sırasında uranyumun zenginleştirilmesinde kullanılan tüpler nikel tozu ve organik bir bağlayıcı karışımıyla elde edilmiştir. 1950’li yıllarda ise Sovyetler Birliği’nde seramikler balmumu bağlayıcı ve enjeksiyon ile kalıplanarak elde edilmiştir [1].

Günlük hayatımıza teknolojinin ilerlemesine bağlı olarak karmaşık şekilli yeni plastik parçalar hergün artan miktarlarda girmektedir. Çoğunlukla dikkat çekici olmayan bu parçaların en büyük özelliği göreceli olarak ucuz olmalarıdır. Ancak diğer taraftan birçok mühendislik uygulaması için de bu termo-plastik malzemeler yeterli mekanik özelliklere (sertlik, mukavemet, yüksek sıcaklıklarda çalışabilme vs.) sahip değildir. Gerçi bu plastik malzemelere metal ya da seramik katkı maddeleri ilave edilmesi suretiyle birçok geliştirme yapılmıştır. Fakat gerçek ilerleme katkılı plastik yerine, yüksek oranda metal tozunun plastik içerisine karıştırılması suretiyle elde edilen “plastik bağlantılı metal” malzemenin bulunması ile sağlanmıştır. Plastik bağlayıcının dikkatli bir şekilde ayrıştırılarak yapıdan uzaklaştırılması sonucunda

geriye sadece metalden oluşan gözenekli bir iskelet yapı kalmaktadır. İşte bu iskelet metal de tıpkı klasik toz metalurjisinde olduğu gibi sinterlenerek metalik bağlantıların teşkil edilmesi ve gözeneklerin kapanması suretiyle metal parça haline dönüştürülmektedir. Sinterleme sonrası parça yoğunluğu, teorik malzeme yoğunluğunun %95'i civarındadır. Yüksek basınç altında sinterleme (HIP) uygulanması ile yoğunluk %99,7'ye kadar çıkarılabilmektedir. Bunun anlamı parçanın mekanik özelliklerinin geleneksel toz metalurjisinden ileriye geçerek dövme malzeme özelliklerine sahip olması demektir [2].

TEK işlemi, mikron mertebesinde partikül haline getirilmiş <20µm metal veya seramik tozların ve toz haldeki bağlayıcının karıştırılmasıyla başlamaktadır. Karışım daha sonra istenilen bir şekilde granüle hale getirilir ve enjeksiyonla kalıplanır. Bağlayıcı sinterleme işlemine kadar tozların bir arada durmasını sağlar. Kalıplamadan sonra bağlayıcı çıkarılır ve geri kalan toz sinterlenir [1-2].

Hassas kalıplama yöntemindeki kalıp hazırlama, model oluşturma gibi işlemlere ek olarak mekanik işlem gerektirmesi ve istenilen üretim adetlerini vermemesi, çok seri parça üretilebilen toz metalurjisi yöntemi ile de karmaşık parçaların üretilememesi TEK yöntemini önemli kılmaktadır. TEK ile mekanik olarak işlenmesi zor, küçük ve karmaşık parçalar yüksek hassasiyet ve hızlı bir şekilde üretilmektedir [2].

Bu çalışmada geleneksel yöntemler ile imal edilmesi yüksek maliyetli ve zor olan IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stokunun enjeksiyon yöntemiyle seri üretiminin ve parametrelerin parçalar üzerindeki etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Süperalaşım tozunun içerisinde bulunan yüksek nikel oranı parçanın işlenmesini zorlaştırmakta ve maliyetini artırmaktadır. Klasik yöntemler ile oluşturulan parçalar yüksek zorluk derecesine ve yüksek maliyete sahip olduğu gibi üretim zamanı açısından da büyük bir kayba da yol açmaktadır.

Çalışmada ilk olarak besleme stoklarının reolojik özellikleri araştırılmıştır. Bu çalışmalar baz alınarak enjeksiyon parametreleri öngörülmüştür. Besleme stokları enjeksiyon yapılabilmesi için granül haline getirilmiştir. Daha sonra enjeksiyon

makinesinde kalıplama işlemine geçilmiştir. Enjeksiyon basıncı, silindir sıcaklığı, enjeksiyon debisi ve kalıp sıcaklığı parametreleri çerçevesinde öngörülen üretim şartlarından yola çıkılarak optimum parametreler belirlenip kalıba enjekte edilerek örnek parçalar seri bir şekilde üretilmiştir. Üretilen parçaların içindeki bağlayıcının bir kısmı suda bağlayıcı giderme yöntemi ile alınmıştır. İçinde hala bağlayıcı olan parçalar yüksek sıcaklıkta sinterlenerek parçanın istenen yoğunluk ve özellikler kazanması sağlanmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Bu bölümde incelenen çalışmalar, TEK ile besleme stoku hazırlayarak reolojik davranışlarının incelenmesi ve bu besleme stoklarından parça üretimi üzerinedir. IN 718 süperalaşım parçalarının sinterlenerek mikroyapıları ve fiziksel özellikleri üzerine yapılan araştırmalar dikkate alınmıştır.

John (2003), Toz Enjeksiyon kalıplama ile üretilen IN 718 nikel bazlı süperalaşım parçalarının korozyon direncini incelemiştir. Nikel bazlı süperalaşım birçok uygulamada çok iyi direnç ve dayanıma sahip olduğu için kullanılmaktadır, fakat kompleks parçaların bu malzemeden yapılmasının maliyeti arttırdığı belirlenmiştir. TEK kompleks parça üretimini, en az fire, hızlı üretim zamanı ve kararlı üretim ile maliyeti azalttığı için geniş bir üretim yelpazesine sahip olmuştur. Parçaların sinterlenmesi sonucu %97'ye varan bir yoğunluk ve mikroyapı sıklığı kazanmıştır. 316L ve in IN 718 ile yapılan korozyon testlerinde IN 718 süperalaşım parçalarının 316L parçalarına oranla daha iyi performans gösterdiği görülmüştür [3].

Ergüney (2005), TEK'de kullanılan besleme stoklarının kalıplanabilirliklerini incelemiştir. BASF firmasına ait Catamold FN02, Catamold AO-F, Catamold 316L ile Advanced Metalworking firmasının Fe-2Ni hazır besleme stokları ve çalışma kapsamında geliştirilen, steatit toz içeren ve suda çözünen besleme stokunun enjeksiyon makinesinde kalıplanabilirliğini incelemiştir. Catamold malzemelerin 170-220 °C aralığında viskozitelerinin 500-3500 Pa.s ve kayma oranlarının 50-350 s⁻¹ aralıklarında olduğu; Fe-2Ni malzemenin hazır besleme stokunun aynı sıcaklık aralığında viskozitesi 200-1000 Pa.s ve kayma oranının 100-600 s⁻¹ olduğu; ayrıca çalışma kapsamında geliştirilen steatit içeren besleme stokunun 170-220 °C sıcaklık aralığında viskozitesinin 40-100 Pa.s, kayma oranının 1000-3500 s⁻¹ olduğu tespit edilmiştir. Enjeksiyon makinesinde kalıplanabilirlik testi için a) zikzak kanallı bir kalıp, b) beş farklı kalınlığa ve uzun dikdörtgen prizma şeklinde boşluklara sahip bir kalıp c) çekme testlerine uygun standartlara göre tasarlanmış iki farklı boyutlarda boşluk içeren olmak üzere çeşitli kalıplar imal edilmiştir. Enjeksiyon makinesinde değişken olarak silindir sıcaklığı, enjeksiyon basıncı, enjeksiyon debisi ve kalıp sıcaklığı seçilmiştir. Bu değişkenler çerçevesinde zikzak kalıpta yapılan denemelerle en uygun kalıplama değer

aralıkları belirlenmiştir. Deney sonuçlarına göre Catamold malzemeler kendi aralarında benzer basılma özellikleri sergilemiş, 180-230 °C sıcaklık aralığında, 800-1400 bar basınç aralığında ve 10-25 cm³/s debi aralığında ve 140°C kalıp sıcaklığında kalıplanabilir olduğu tespit edilmiştir. Fe-2Ni malzeme için 170-220°C sıcaklık, 800-1400 bar basınç, 10-25 cm³/s debi aralıkları, 32 °C kalıp sıcaklığında uygun enjeksiyon şartları olarak bulunmuştur. Elde edilen şartlara göre hazır besleme stoklarından diğer farklı geometrili kalıp boşlukları için numuneler başarılı bir şekilde basılmıştır. Geliştirilen besleme stoku için 190-230 °C silindir sıcaklıklarında, 900-1400 bar basınçlarda, 10-25 cm³/s debi aralıklarında ve 32 °C kalıp sıcaklığında kalıplama şartlarının uygun olduğu belirlenmiştir [4].

Gökten (2003), steatit ve 316L paslanmaz çelik tozları ile PEG ağırlıklı reçinelerden meydana gelen besleme stoklarının reolojik özelliklerini incelemiştir. PEG esaslı suda çözünen bağlayıcılarla hazırlanan besleme stoklarının reolojik karakterlerini inceleyerek seramik ve metal tozlarının enjeksiyonları için en uygun enjeksiyon sıcaklık ve basınçlarını araştırmıştır. Araştırmasında beş değişik bağlayıcı karışımı kullanmıştır. Karışımların bileşenleri polietilen glikol 3000 - 8000, yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), polipropilen (PP) ve yağlayıcı olarak da stearik asit (SA) olarak kullanmıştır. Bağlayıcıları steatit tozu ile %45-60 aralığındaki toz oranlarında karıştırarak kılcal reometrede akış denemelerine tabi tutmuştur. İncelemesinin sonunda bütün bağlayıcı türleri için steatit tozunun homojen bir şekilde enjekte edilebileceği oranı, %53 olarak belirlemiştir. İçerisinde PP bulunan bağlayıcı karışımlarında enjeksiyon sıcaklığının 190 °C civarında olması gerektiğini, buna karşılık HDPE ihtiva eden bağlayıcı karışımlarında enjeksiyon sıcaklığının 170 °C de en iyi akış değerlerini verdiğini belirlemiştir. Buna göre PEG esaslı HDPE içeren bağlayıcı besleme stoklarının 170 °C dolayındaki viskoziteleri 100-250 Pa.s arasında, buna karşılık PP içeren bağlayıcı olanların viskoziteleri 175-300 Pa.s arasında olduğunu belirlemiştir. Hacimsel akış hızları 1,360 MPa basınçta HDPE içeren bağlayıcı besleme stoklarında 1500 g/10dk civarında iken PP içerenlerde 250 g/10dk dolayında olduğunu belirlemiştir. En iyi akışı sağlayan örneklerin oda sıcaklığında suda bekletilmeleriyle 24 saatte bağlayıcının PEG kısmının hemen hemen tamamının numuneden çıktığı ve numunenin bu sırada şeklinin bozulmadığını saptamıştır. Bu bağlayıcılarla gaz atomize

316L paslanmaz çelik tozunun enjeksiyonunda % 66 toz yoğunluğu elde etmiştir. Bunun nedeninin paslanmaz çelik tozunun küresel yapıda olmasına, tozların yüzey pürüzlülüğünün az olmasına bağlamıştır. 316L paslanmaz çelik tozunun en iyi akışını R2 ve R3 bağlayıcıları ile 175 °C de, R4 ve R5 bağlayıcıları ile 195 °C sıcaklık ve 1,879 MPa basınçta elde etmiştir [5].

Polatkan (2004), suda çözünebilir bağlayıcılı steatit içeren besleme stokundan TEK ile üretilmiş parçalardan bağlayıcı alma işlemini araştırmıştır. Çalışmasında besleme stoku bileşenleri olarak PEG8000, PP, SA ve steatit tozu kullanmıştır. TEK ile üretilmiş parçaları farklı sıcaklık değerlerinde ve sürelerde bağlayıcı giderme işlemine tabi tutmuştur [6].

Diehl (1990), nikel ve kobalt bazlı süperalaşımların Toz Enjeksiyon ile üretimini incelemiştir. Kullanılan malzemelerin özelliklerini yitirmemeleri için karbon ve oksijenden arınması gerektiğini belirtmiştir. Bu sebeple bağlayıcı seçilirken ve hazırlanırken çok dikkat edilmesi gerektiğini belirtmiştir. Bağlayıcının kalıplanabilirliği ve kararlılığı reolojik ölçümlerle belirlenmiştir. Mum ve termoplastik bazlı bağlayıcı termal bağlayıcı giderme ile yapılmıştır. HIP sinterleme ile Udimet 700 malzemesinin fiziksel özelliklerini taşıdığı görülmüştür [7].

Bakan ve ark. (1999), deneysel çalışmalarında değişik moleküler ağırlıktaki polietilen glikoz (PEG) ana bileşeninden ve az miktardaki çözelti şeklinde bulunan polimetilmetakrilat (PMMA) dan oluşan bağlayıcı sistemi, ortalama tane boyutu 25 µm olan 316 L paslanmaz çelik tozunun enjeksiyonunda kullanılmıştır. Stearik asidin bağlayıcı sistemine dahil edilmesi, karışımdaki toz miktarının hacimce % 63' den % 68' e çıkartılması sağlanmıştır. Bağlayıcının ağırlıkça % 88' ini oluşturan PEG bileşeni, 60° C sıcaklığındaki su içerisinde 3 saatte çözündürülerek kalıplanmış parçadan uzaklaştırılmıştır. Bağlayıcısı giderilmiş numuneler 1370 ° C sıcaklığına kadar değişik sıcaklıklarda ve sürelerde sinterlenmiştir. Sinterleme sonrasında numunelerde 7,50 g/cm³ yoğunluk ve 48,3 HRB sertlik değeri elde edilmiştir [8].

Kuppeblatt ve Chung (2002), toz enjeksiyon kalıplamada en kritik konunun bağlayıcının formülasyonu olduğu üzerinde durmuşlardır. Çeşitli maddelerden meydana gelen karışımlarda reolojik karakterler bu bağlayıcı bileşenlerinin oranlarına göre oldukça değişmektedir. Burada sorun bağlayıcıların numune bünyesinden atılmasında meydana çıkmaktadır. Yazarlara göre bağlayıcı bileşenleri, örneğin çözülerek çıkartılmak istendiğinde kullanılacak çözgen bağlayıcı bileşenlerinden birini etkilerken diğerlerine etki yapmamalıdır. Bunun için yazarlara göre kabul edilebilir bir bağlayıcı geliştirmeden önce çözünabilirlik analizinin yapılması yerinde olacaktır. Çalışmada çözünabilirlik analizinin teorisi örneklerle anlatılmıştır. Bu konuda çözünürlük ve ilgili teknikler Van Krevelen tarafından ve bir çok polimer ve kimyasalın çözünabilirlik parametreleri ve genel çözünbilme ilişkiler Barton tarafından verilmiştir [9].

Thomas ve Marple (1998), düşük molekül ağırlıklı polietilen-glikol, okside yüksek yoğunluklu polietilen, polivinil-butiral ve stearik asitten oluşan %60 hacim oranındaki su bazlı bağlayıcıyı seramik toz enjeksiyon kalıplamasında denemişlerdir. Kullanılan toz %45 hacimde mikronaltı boyutlarda hazırlanmış zirkon tozudur. Bu karışımın viskozitesinin 190°C da ve 100 s^{-1} kayma hızında $700\text{--}800\text{ Pa.s}$ olduğunu belirlemişlerdir. Araştırmacılar bağlayıcının numuneden çıkarılmasını incelemişler ve polietilen-glikolün 50°C de suda çözündüğünü saptamışlardır. Deneyde polietilen-glikolün %90 'nı 2 mm kalınlığında bir parçadan 2 saatlik bir suda bırakma işleminde çıkarılmıştır. Geri kalan miktar ise 100°C/saat ısıtma hızında, 500°C ısıtılarak çıkarılmıştır. Bu araştırmada yapılan termogravimetrik analizler, bağlayıcının bozunmasının en iyi argon atmosferinde ısıtmayla elde edilebileceğini göstermiştir. Sonrasında 1500°C de sinterleme işleminde %99 yoğunluk sağlanmıştır [10].

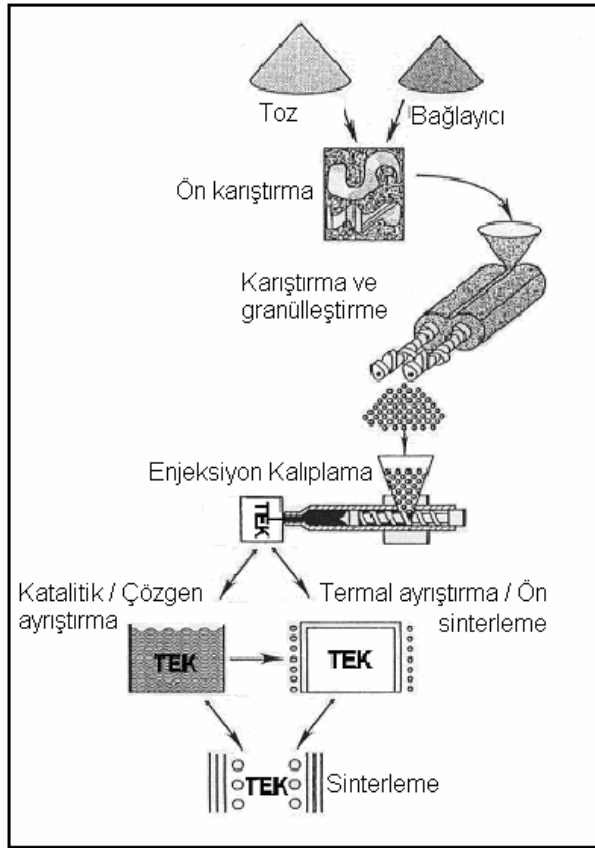
Le ve Jeung (2001), stronsiyum ferrit tozunun enjeksiyon kalıplamasında değişik molekül ağırlıklı PEG tozu bazlı bir bağlayıcının reolojisini araştırmışlardır. Bu çalışmada kullanılan bağlayıcı sistem %30 hacim PP, %60 hacim PEG-2000 ve %10 hacim PEG-4000'dir. Kalıplama sonrasında önce PEG bağlayıcıları ardından da PP polimerini sırasıyla havada yakılarak yapıdan uzaklaştırılmıştır. Araştırmada termal geri çıkarılma zamanı, atmosferi ve sinterleme sırasında manyetik özelliklerin

değişimi incelenmiştir. Bu, TEK yöntemi ile elde edilen miknatıslarda 230 ppm karbon saptanmış ve maksimum üretilen enerji 4,2 MGOe olarak belirlenmiştir. Uygulanan 70 °C civarındaki sıcaklıkta PEG'lerin %95'i, 12 saatlik suda bırakmayla çıkarılmış ve suda çözünme sırasında numuneden meydana gelen iletim kanalları ileriki termal bağlayıcı çıkarma evresinde yardımcı olmuşlardır. Bu yapıdaki sırada PP polimeri gerekli dayanımı sağlamıştır [11].

Wei-Wen Yang ve ark. (2003), yaptıkları çalışmada, suda ayrıştırmaya dayalı (PEG bağlayıcı sistemi için) çözgen ayrıştırma işleminde bağlayıcıların davranışlarını incelemeyi amaçlamışlardır. Numuneler (75x5x4 boyutlarındaki), 30 ve 50 °C sıcaklığındaki suda ayrıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Alınan PEG oranının ölçülmesi numuneler farklı zamanlarda (0,1saat ile 8saat arasında) ayrıştırılmış ve 40 °C'de 48 saat kurutma işlemi uygulanmıştır. Numunelerin boy değişimini izlemek için bir dilametre tasarlanmıştır [12]. Çalışmada elde edilen sonuçlara göre, suda ayrıştırma işleminde en yüksek verime ayrıştırma sıcaklığı artırıldığında ulaşıldığı ve bunun nedeninin PEG moleküllerinin yüksek sıcaklıklarda daha çok çözünebilmesi ve difüze olabilmesi olduğu belirtilmiştir [12].

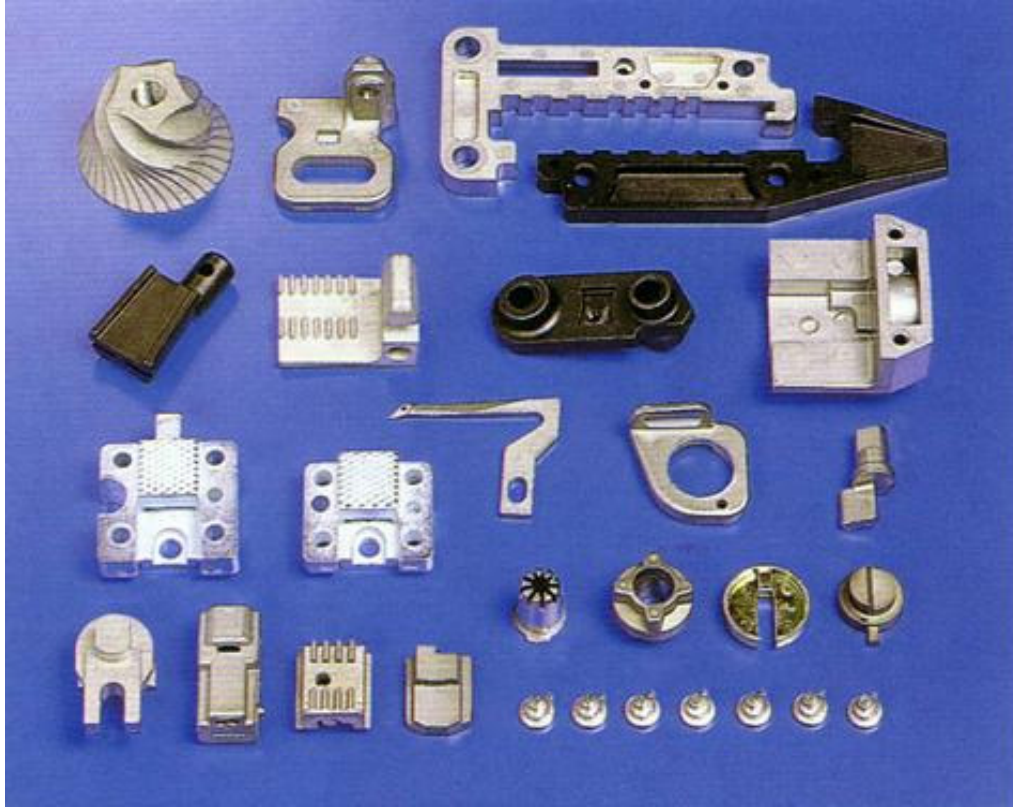
3. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA

Toz enjeksiyon kalıplamada boyutları çok küçültülmüş tozların (büyüklükleri 20 mikrondan küçük) kullanılması üretim parametreleri açısından önemlidir. Toz enjeksiyon kalıplama için hazırlanmış toz artı bağlayıcı karışımlarına "besleme stoku" denilmektedir. Besleme stoku oluşturmak amacıyla, metal veya seramik toz ile çok hassas oranlarda katkı maddeleri ile karıştırılmaktadır. Su ve birçok inorganik maddeler de başarılı bir şekilde bağlayıcı olarak kullanılmaktadır [1]. TEK’de işlem basamakları Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. TEK’de işlem basamakları [2]

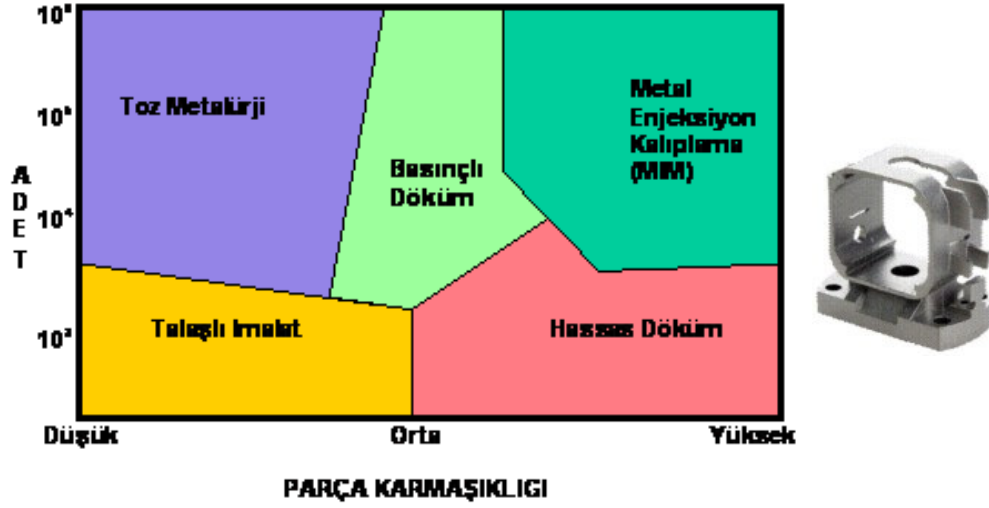
Resim 3.1’de TEK ile seri üretimi yapılmış çeşitli sektörlere ait parçalara örnekler gösterilmiştir.



Resim 3.1. TEK yöntemi ile üretilmiş örnek parçalar [1]

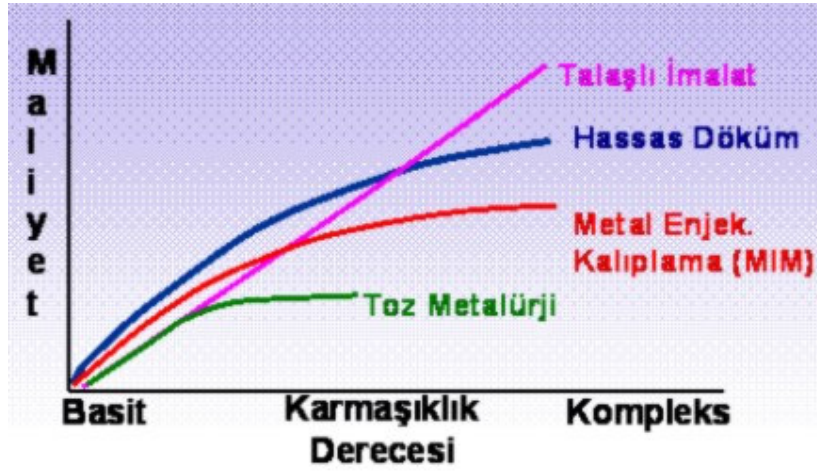
3.1. Toz Enjeksiyon Kalıplama ve Diğer Teknolojiler

TEK teknolojisi karmaşık ve zor parçaların kaliteli bir biçimde ve yüksek miktarlarda üretilmesini gerektiren durumlarda diğer imalat teknolojilerine göre avantaj taşımaktadır. Üretilen parçalarda bulunan yüksek yüzey kalitesi, dar ölçü toleranslarını karşılayabilme kabiliyeti, yüksek yoğunluk nedeniyle üstün malzeme mekanik özellikleri önemli avantajlarıdır. Diğer taraftan seri imalata yatkın prosesleri, malzeme tasarrufu sağlayan tasarım ve imalat seçenekleri, çevresel faktörler ve geri dönüşüm açısından gelişmiş uygulamaları ve hepsinden öteye maliyet avantajı TEK teknolojisinin diğer üretim metotlarına göre başlıca üstünlükleridir. Şekil 3.2, parça karmaşıklığı ve üretim miktarları açısından imalat teknolojilerinin optimum çalışma alanlarını göstermektedir [1].



Şekil 3.2. İmalat teknolojilerinin parça karmaşıklığı ve üretim miktarı parametreleri açısından uygulama alanları [14]

Düşük ve orta karmaşıklık derecesine sahip parçaların 10 000 adet civarına kadarki üretimlerinde talaşlı imalat metodu avantajlı görünürken, bu tip parçalarda adedin yükselmesi durumunda ve malzeme mekanik özelliklerinin yeterli olması halinde toz metalürjisi üstünlük taşımaktadır. Orta karmaşıklık derecelerinde ve yüksek miktarlarda basınçlı döküm yöntemi bir seçenek oluşturmaktadır. Parça karmaşıklığının artması ve kompleks şekillerin söz konusu olmasıyla birlikte pratikte hassas döküm teknolojisi kendini göstermeye başlamaktadır. Ancak burada da üretim miktarı açısından hassas döküm metodu 10 000 adet civarına kadar üstünlüğünü koruyabilmekte, yüksek üretim hacimlerinde maliyet avantajını koruyamamaktadır. Bu bölge için sadece TEK teknolojisi ihtiyaçlara cevap verebilen tek seçenek olarak ortaya çıkmaktadır. Maliyet açısından bir değerlendirme yapıldığında da orta karmaşıklık derecelerine kadar sadece toz metalürjisi parçaların TEK'den ucuz kalabildiği diğer teknolojilerin TEK'den pahalı olduğu görülmektedir. Ancak toz metalürjisi de kompleks parçalara doğru geçtikçe parça formunu oluşturmada yetersiz kalması nedeniyle devre dışı kalmaktadır (Şekil 3.2). Üretim maliyetlerinin parça karmaşıklığına göre karşılaştırılması Şekil 3.3'de gösterilmiştir. İmalat teknolojilerinin çeşitli parametreler açısından karşılaştırılması Çizelge 3.1 'de verilmiştir [1].



Şekil 3.3. Üretim maliyetlerinin parça karmaşıklığına göre karşılaştırılması [1]

Çizelge 3.1. İmalat teknolojilerinin çeşitli parametreler açısından kıyaslanması [1]

Karakteristik	TEK	Hassas Döküm	Geleneksel Toz Metalurjisi	Talaşlı İmalat
Yoğunluk	97%	100%	85%	100%
Uzama	Yüksek	Orta	Düşük	Yüksek
Çekme mukavemeti	Yüksek	Yüksek	Düşük	Yüksek
Sertlik	Yüksek	Yüksek	Düşük	Yüksek
Geometrik Karmaşıklık	Yüksek	Orta	Düşük	Orta
Yüzey kalitesi	Yüksek	Orta	Orta	Yüksek
Maliyet	Düşük	Orta	Düşük	Yüksek
Üretim miktarı	Yüksek	Orta	Orta	Düşük

3.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Sınırlar

Teorik olarak TEK teknolojisinde parça büyüklüğü ve geometrisi açısından bir sınırlama olmamasına rağmen ekonomik açıdan bazı sınırlar mevcuttur. TEK teknolojisi göreceli olarak küçük (0,1-150 mm) ve hafif (0,05-200 g) ancak diğer imalat yöntemleri ile üretilmesi zor veya pahalı olabilecek karmaşık şekilli, kompleks parçaların seri biçimde imal edilmesine uygundur. Parça büyüklüğünün artması, toplam parça maliyeti içerisinde önemli bir yer tutan ve pahalı olan hammadde miktarının artması anlamını taşımaktadır. TEK’de malzeme maliyeti parça ağırlığı ile doğrusal olarak artmaktadır. Örneğin talaşlı imalatla bu artış hızı TEK’e göre daha düşüktür. Diğer taraftan parça kesit kalınlıklarının artması bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemlerinin uzamasına dolayısıyla maliyetin artmasına neden olmaktadır. Çizelge 3.2’de günümüzün imkanları açısından en büyük kesit kalınlığının 10 mm civarında olduğu görülmektedir [1].

Çizelge 3.2. TEK parçaları için ideal ölçü kısıtlamaları [13]

Boyut Faktörü	En Büyük	Önerilen	En Büyük	
En Büyük Ölçü (mm)	0.1	5-50	150	
Kesit Kalınlığı (mm)	0.1	1-7	10	
Ağırlık (g)	0.05	0.5-50	200	

Yeni bir parça söz konusu olduğunda, karşılaşılan en önemli problemlerden biri de TEK teknolojisi ile elde edilebilecek ölçü toleranslarının ne olabileceğidir. Genel olarak kritik ölçülerde nominal değer $\pm 0,3$ (binde üç) ‘ü , ancak alt sınır olarak da $\pm 0,015$ mm tolerans değerleri TEK ile elde edilen parçalar için önerilmektedir. Uygulamada daha hassas tolerans değerlerine ulaşılabilen örneklere rastlansa da bunlar özel çalışmalardır. TEK parçalar için pratikte elde edilen toleranslar ISO tolerans sınıfları ile karşılaştırıldığında 3-35 mm arasındaki ölçülerde IT 10 sınıfı ile hemen hemen tam bir uyum sağlanmaktadır. Daha küçük parçalarda TEK toleransları daha iyi,

büyük parçalarda ise biraz daha geniş aralıkta yer almaktadır. Parça yüzey kalitesi açısından TEK ile sağlanan yüzey pürüzlük değerleri $Ra = 0,4-2 \mu m$ arasında olup, kullanılan toz ve bağlayıcı malzeme cinsine göre farklılık göstermektedir. Ancak yine de TEK parça yüzey kalitesi hassas döküme göre çok daha iyidir (Çizelge 3.3).

Çizelge 3.3. TEK parçaları için ideal ölçü kısıtlamaları [13]

Toleranslar	En İyi	Genel	
Nominal Ölçü	+/- 0,015 mm	+/- %0,3	
Açı	+/- 20° (dk)	+/- 30° (dk)	
Yoğunluk	%99,7	%95	
Yüzey Pürüzlüğü (Ra)	0,4 mikron	2 mikron	

3.3. Tozlar

TEK'de kalıplama esnasında kontrolü sağlamak için tozların özelliklerinin bilinmesi çok önemlidir. Sinterlenen parçanın son özelliklerini tozun başlangıç özellikleri belirler [1-13-14]. Sade ve düşük alaşımlı çelikler, yüksek hız çelikleri, paslanmaz çelikler, süper alaşımlar, manyetik alaşımlar, intermetaller ve sert metal tozlar yoğun olarak kullanılmaktadır. Tozların aşağıdaki özellikleri tercihler için yol göstericidir [1-13-14].

1. Yüksek paketlenme yoğunluğu, düşük maliyet için uygun parçacık büyüklüğü dağılımı (karışım için düşük maliyetli büyük parçacık ve yüksek maliyetli küçük parçacık).
2. Topaklanma olmaması,
3. Küresel parçacık şekli,
4. Bağlayıcının ayrışmasından sonra parçanın bozulmasını önlemek için parçacıklar arasında yeterli sürtünme (muhtemelen 55° üstünde eğim açısı)

5. Hızlı sinterleme için küçük ortalama parçacık büyüklüğü (20 µm altında),
6. Kapalı, gözeneksiz yoğun parçacık,
7. Temiz parçacık yüzeyi

3.3.1. Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan malzemeler

TEK teknolojisinde kullanılan bazı malzemeler standart tanımlamalar ve kimyasal kompozisyonlarıyla birlikte aşağıda listelenmiştir [2-13-14].

Paslanmaz Çelikler:

- | | |
|------------------------------------|----------------------|
| • AISI 316L (DIN 1.4436) | Fe-17Cr-12Ni-2Mo-2Mn |
| • AISI 316L Dublex (DIN 1.4404) | Fe-21Cr-9Ni-3Mo-2Mn |
| • AISI 304L (DIN 1.4306) | Fe-18Cr-8Ni |
| • AISI 410L | Fe-11Cr-0.5C |
| • AISI 420 (DIN 1.4021) | Fe-13Cr-1Mn-1Si |
| • AISI 430 (DIN 1.4016) | Fe-17Cr-1Mn-1Si-1Ni |
| • AISI 440C (DIN 1.4125) | Fe-17Cr-1Ni-1C |
| • AISI 17-4PH (DIN 1.4542, 1.4548) | Fe-16Cr-4Ni-4Cu |

Yüksek Mukavemetli Düşük Alaşımli Çelikler:

- | | |
|--------------------------|---------------------|
| • AISI 4340 (DIN 1.6565) | Fe-2Cr-1Ni-1Mn-0.4C |
| • AISI 4140 (DIN 1.7225) | Fe-1Cr-0.4C |
| • AISI H13 (DIN 1.2344) | |
| • AISI 4640 | Fe-2Ni-1Mo-0.4C |
| • 1020 | Fe-0.2C |

Sementasyon Çelikleri:

- | | |
|-------------|----------------------|
| • 7% Ni-Fe | Fe-7Ni-0.5C |
| • 2% Ni-Fe | Fe-2Ni-0.5C |
| • AISI 8620 | (DIN 1.6543, 1.6526) |

Yumuşak Manyetik Malzemeler:

- | | |
|----------------|----------------------|
| • 2% Ni-Fe | Fe-2Ni-0.5C |
| • 40% Ni-Fe | Fe-40Ni |
| • 50% Ni-Fe | (DIN 1.3927) Fe-50Ni |
| • 80% Ni-Fe | Ni-20Fe |
| • 3% Si-Fe | Fe-3Si |
| • 7% Si-Fe | Fe-7Si |
| • Iron | Fe |
| • 2V Permendur | |

Yüksek Alaşımli Özel Malzemeler:

- | | |
|---------------------------|--------------------------------|
| • 36% Ni-Fe (Invar) | Fe-36Ni |
| • 32% Ni-Fe (Süper Invar) | Fe-32Ni-5Co |
| • 42% Ni-Fe | |
| • ASTM F 15 (Kovar) | Fe-29Ni-17Co |
| • Stellite | Co-28Cr-4W-3Ni-1C |
| • Inconel 718 | Ni-19Cr-18Fe-5Nb-3Mo-1Ti-0.4Al |
| • Takım Çeliği | Fe-6W-5Mo-4Cr-2V-1C |
| • Udimet 700 | Ni-18Co-15Cr-5Mo-4Al-3Ti |
| • Hastelloy | Ni-28Mo-2Fe |
| • Süper alaşım | Nb-10W-10Ta |

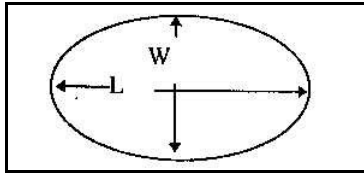
Diğer Malzemeler:

- | | |
|--------------------------------|--------------------------|
| • Bakır | Cu |
| • Pirinç (Ms58) | Cu-Zn-Pb |
| • Titanyum | Ti |
| • Ti-6-4 | Ti-6Al-4V |
| • Altın (18 ayar) | 75Au-12.5Ag-12.5Cu |
| • Ağır Alaşımlar | W-8Mo-8Ni-2Fe, W-5Ni-2Cu |
| • Sert Maden (Tungsten karbür) | WC-10Co |

3.3.2. Parçacık şeklinin önemi

TEK için ideal tanecik şeklinin belirlenmesi kolay değildir. Çoğu kez bir işlemin bir basamağı için istenen özellik diğer bir basamak için istenmeyebilir. Örnek olarak; küresel bir toz, yüksek paketleme yoğunluğu sağlar ve böylelikle sinterleme sırasında oluşan çekme (daralma) miktarını azalttığı gibi, katılacak bağlayıcı miktarını da en aza indirir, ancak küresel parçalar arasında mekanik bağlılık olmadığından ham mukavemet düşer. Özellikle bağlayıcı giderme sırasında ve sinterlemede şekil kaybı olacaktır. Buna karşılık karmaşık şekilli yada silindirik yumrumsu bir toz, düşük paketleme yoğunluğu verecektir. Bu durum daha fazla bağlayıcı gerektirmekte ve sinterleme sırasında daha fazla çekmeye neden olmakta diğer taraftan bu toz şekilleri daha iyi ham mukavemet sağlamaktadır. Karmaşık şekilli tozlar bağlayıcı giderme ve sinterlemede parça şeklini daha iyi korurlar. Yüzey sürtünmesinin parçacıklar arası büyük güç haline geldiği çok küçük parçacıklarda ($1\text{ }\mu\text{m}$ civarı parçacıklarda) şekil koruma sorunu bir ölçüde azaltılmıştır [1-2].

TEK için ideal toz şekli tanımlanmıştır. Şekil 3.4'te görüldüğü gibi toz partikülün L/W oranı 1,2 ile 1,5 arası olan oval biçimli parçacıktır. Bu tanecik şekli tozlar arası yeterli bağlılığı sağladığı gibi küresel taneciklere nazaran daha yüksek paketleme yoğunluğu gösterir. Yüksek paketleme yoğunluğu da yapıda kullanılan bağlayıcı miktarını en aza indirir [1-2].



Şekil 3.4. TEK için ideal toz şekli [2]

3.3.3. Tane büyüklüğü ve büyüklük dağılımı

Ortalama tane büyüklüğü, TEK'de çok önemli bir faktördür. Enjeksiyon kalıplamada ideal tanecik büyüklüğünün 2 ile 8 μm arasında olduğu belirtilmiştir [2, 12]. Tanecik büyüklük dağılımının genişliği de aynı derecede öneme sahiptir. Tanecik dağılımının genişliği, dağılımın ortalama tane büyüklüğünden uzaklığın ölçüsüdür. Hesaplaması çok kolay bir parametredir. Çünkü tanecik büyüklük dağılımını ölçmek için kullanılan modern aletlerin çoğu analiz edilen tozla ilgili istatistikleri de vermektedir. Çizelge 3.4'de TEK için tozların özellikleri ve etkileri verilmiştir [2].

Çizelge 3.4. Tozların özellikleri ve TEK'e etkileri [2]

Tanecik tipi	Etkiler
Küçük tanecik	(A)= Hızlı sinterleme (A)= Kusursuz parça şekli (D)= Yavaş bağlayıcı çözümü (D)= Yüksek maliyet (D)= Daha fazla topaklanma (D)= Karışım viskozitesinde yükseklik
Küresel tanecik	(D)= Daha fazla sinterleme firesi (A)= Yüksek paketleme yoğunluğu (A)= Düşük karışım viskozitesi (D)= Bağlayıcı gidermede çökme (D)= Düşük ham mukavemeti
Geniş tanecik dağılımı	(A)= Yüksek paketleme yoğunluğu (A)= Daha az sinterleme firesi (D)= Yavaş bağlayıcı giderme (D)= Homojen olmayan mikro yapı (D)= Daha çok kalite kontrol sorunu

A= Avantaj, D= Dezavantaj

3.4. Bağlayıcı

TEK'de bağlayıcısız bir ürün elde etmek mümkün değildir. Bağlayıcı, enjeksiyon işleminde ve sinterleme öncesi ayırma işleminde kritik rol oynar. Bağlayıcı ve toz karışımı hatasız enjeksiyonu sağlayan çeşitli reolojik özelliklere sahip olmalıdır [2].

Bağlayıcı, tozların arzu edilen şekilde paketlenmesi ve sonra, sinterlemenin başlangıcına kadar tozların bu şekilde kalmasına imkân veren geçici bir araçtır.

TEK'de toz özellikleri yanı sıra bağlayıcının özellikleri de önemlidir. Günümüzde bağlayıcı konusunda çeşitli çalışmalar halen yapılmaktadır [2]. Kullanılmakta olan bağlayıcılar üç ana gruba ayrılmıştır. Çizelge 3.5'de TEK'de kullanılan bağlayıcı karışımları verilmiştir.

1. Mum ve yağ esasına dayalı bağlayıcı karışımları
2. Su esasına dayalı bağlayıcı karışımları
3. Polimer çözeltisi esasına dayalı bağlayıcı karışımları

Çizelge 3.5. Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan bağlayıcı karışımları [2]

Mum Esasına Dayalı Bağlayıcı Karışımları	Polimer	PE, PP,PS
	Dolgu Maddesi	Parafin mumu, mikro kristal mum, nebati yağ
	Yüzey Aktif Maddeler	Stearik asit, oleik asit, balık yağı, nebati yağ, silikon, titanat
	Plastikleştiriciler	Dimetilftalat, dietilftalat, dibütilftalat, dioktiftalat, karnauba mumu
Su Esasına Dayalı Bağlayıcı Karışımları	Polimer	Agar, agarose, metil selüloz
	Cam	Sodyum slika çözeltisi
	Dolgu Maddesi	Su
Katı Polimer Çözeltisi	Polimer	PS
	Dolgu Maddesi	Asetanilin (alkolde çözünabilir), naftalin (süblimleşme)
	Yüzey Aktif Maddeler	Stearik asit

Çizelge 3.6, ideal bağlayıcı özelliklerini göstermektedir. Bağlayıcının birincil özellik gereksinimi kalıp boşluğuna akma ve taneciklerin paketlenmesine imkan vermesidir. Toz yüzeylerini ıslatarak karışmaya ve kalıplanmaya yardım eder. Kullanılan bağlayıcı içindeki çeşitli kimyasallar sürtünme, yapışma gibi yüzey kuvvetleri üzerinde etkili olmaktadır [2, 14].

Çizelge 3.6. Bağlayıcı özellikleri [2]

Akış özellikleri

- Kalıplama sıcaklığında saf bağlayıcı viskozitesi, 10 Pa.s'den düşük olmalıdır
- Kalıplama sırasında sıcaklıktaki değişime bağlı viskozite değişikliğinin az olmalıdır
- Soğuduktan sonra kabul edilir düzeyde ham dayanım sağlamalıdır
- Toz tanecikleri arasına girebilen moleküller olmalıdır
- Tozdan akış esnasında ayrılmamalıdır

Tozla etkileşim özellikleri

- Düşük temas açısı ve toz ile iyi yapışma olmalıdır
- Toza göre kimyasal olarak pasif olmalıdır

Ayrışma özellikleri

- Farklı özelliklerde birden fazla bileşen olmalıdır
- Aşındırıcı olmamalıdır
- Bozulma sıcaklığı kalıplama ve karıştırma sıcaklığının üzerinde olmalıdır
- Düşük artık ve metalik içerik olmamalıdır
- Yaygın olarak bilinen zehirleyici olmayan çözücüler içerisinde ayrışabilir olmalıdır
- Isıl genleşme veya kristallenmeden gelen düşük kalıcı gerilme olmalıdır

Üretim özellikleri

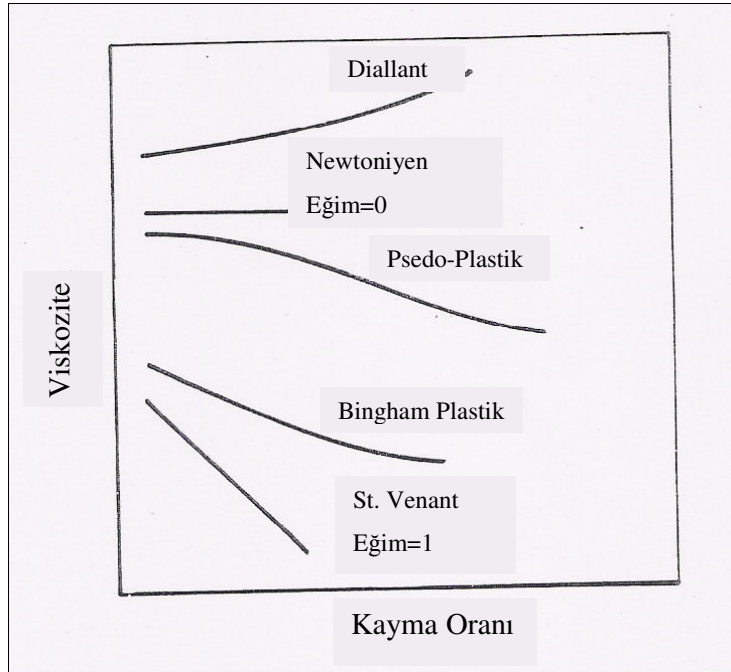
- Uzun raf ömrü olmalıdır
- Tekrar kullanılabilir olmalıdır
- Yüksek yağlayıcılık olmalıdır
- Yüksek bağlayıcılık ve katılık olmalıdır
- Düşük ısıl genleşme katsayısı olmalıdır
- Kolay temizlenme ve bilinen çözücülerde çözünürlük olmalıdır

Bağlayıcı, hataları en aza indirecek ve çıkarılma zamanını azaltacak şekilde tasarlanmalıdır. Genellikle bir bağlayıcı karışımı birbiri içinde çözünen çeşitli bileşenlerden meydana gelir. Çoklu bileşenler çıkarılma sırasında aşamalı bozunmaya imkan verirler. Bileşenlerden biri kısmen açık gözeneklerden çıkarılır, kalan bağlayıcı taneleri, işlemin bu ön evresinde numune geometrisini ve unsurları bir arada tutmaya yardım ve devam eder. Numune şeklinin muhafazası için iskelet görevi üstlenen bağlayıcı, tanecikleri ısıtarak onlar üzerinde bir kılcal çekim etkisi

uygulamalıdır. Sonunda iskelet bağlayıcı da numunenin yenilmesine yol açabilecek iç buhar basıncı oluşmadan gözeneklerden buharlaşarak çıkar. Bu yöntem tek bileşenli sistemlerden daha çabuk bir şekilde bağlayıcının ayrılmasını sağlar. Çoğunlukla bağlayıcının yavaş çıkarılması numuneyi gerilme kırıklarından korur. Bağlayıcının bozuşması ile oluşan kimyasallar sinterleme fırınında numunenin korozyonuna yol açmamalıdır. Çünkü bağlayıcının numuneden tam olarak ve son ayrılması sinterleme sırasında meydana gelir. Bir başka önemli husus da bozuşmanın toksik bir durum yaratmamasıdır [2, 12].

3.5. Reoloji

TEK'de besleme stoğunun akış davranışları karışımın karakteristiği ile ilgilidir. TEK'de besleme stoğunda hem viskozluk hem elastiklik özellikleri mevcuttur ve bunlar viskoelastik karışımlar olarak adlandırılırlar [13]. Şekil 3.5'te viskoz akış karakteristikleri gösterilmektedir. Besleme stoğu psedo-plastik bir akış karakteristiği göstermektedir.



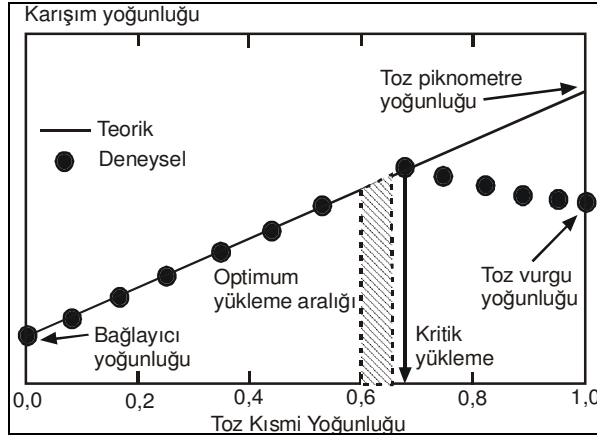
Şekil 3.5. Viskoz akış davranışları [13, 20]

3.6. Karıştırma ve Granülleme

Toz ve bağlayıcı seçildikten sonraki işlem bu maddeleri karıştırmaktır. Kalıplama için besleme stokunun hazırlanmasında ilk basamak karıştırma işlemidir. Hatalar, sonra yapılan ayarlamalarla düzeltilemeyeceği için besleme stokunun niteliği çok önemlidir. Karıştırma, TEK besleme stokunun yapısını ve bütünlüğünü oluşturur. Bu yüzden daha sonraki kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemlerindeki verimlilik karıştırma işlemine bağlıdır. Karıştırmadaki amaç, toz parçacıklarını bağlayıcı ile kaplamak, topaklanmaları dağıtmak, besleme stokunun her yerinde homojen bir dağılım sağlamaktır [2, 14, 16].

Besleme stoku (toz ve bağlayıcı karışımı) oluştururken miktarları üzerinde karar vermek gerekir. Toz fazla, bağlayıcı az olursa, viskozite aşırı artar ve kalıplama zorlaşır, Bağlayıcının az olması nedeniyle tozlar arasında bağlayıcılar hapsolür. Ayrışmada bu toz arasında kalan bağlayıcı çatlamaya neden olur. Çünkü içeride gaz oluşur. Bağlayıcının fazla olması da kabul edilemez. Hem çok artık maddelidir, hem takibeden işlemleri yavaşlatır, hem de sinterlemede büyük ölçüde boyut küçülmesine neden olur. Ayrıca fazla bağlayıcı kalıplama sırasında tozdan ayrılabilir, homojensizliğe ve muhtemel boyutsal kontrol sorunlarına, bağlayıcı giderme işleminde de çökmeye neden olur. İdeal durum toz parçacıklarının temas halinde olması ve bağlayıcının içinde boşluk bulunmamasıdır. Her toz için optimal bağlayıcı konsantrasyonu bulunmaktadır. Optimal bağlayıcı oranı seçiminde ilk esas bağlayıcının toz parçacıkları arasındaki boşlukları iyi doldurması ve makul düşüklükte viskozite sağlamasıdır [2, 16].

Karışımın yoğunluğu azalan bağlayıcı ve oluşan boşluklar sebebi ile belli bir kısmi yoğunluktan sonra teorik yoğunluk çizgisinden sapar. Bu ayrım noktasına kritik toz yüklemesi denir (Şekil 3.6). Kullanılan besleme stoklarının işlemselliğini artırmak için toz oranları kritik toz yükleme değerlerinin altında tutulmalıdır [2, 5].

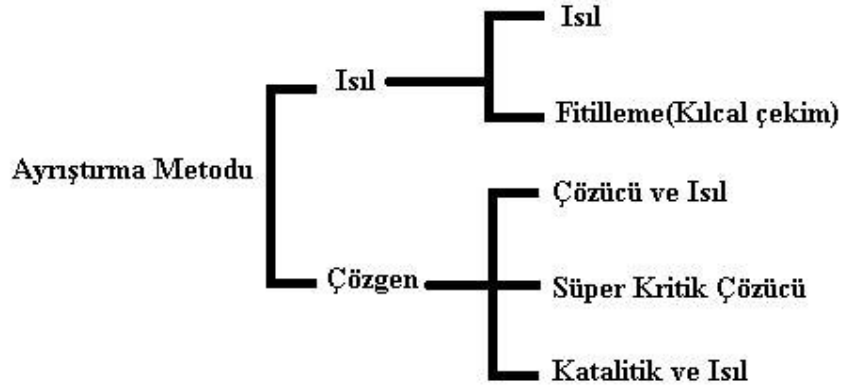


Şekil 3.6. Yükleme eğrisi, toz/bağlayıcı karışımının teorik yoğunluğuna karşı deneysel yoğunluğu [5]

TEK malzemesinin granül yapılmasının iki amacı vardır. Birincisi, enjeksiyon makinasını otomatik olarak doldurabilecek şekilde toz ve bağlayıcının kolayca taşınabilecek kümelerin hazırlanması. ikincisi de kalıplama işlemi için hurda malzemeyi tekrar kullanabilmektir. Hurda malzeme, yanlış kalıplanmış parçalardan, yolluk ve dağıtıcı parçalarından oluşur. Hurda malzemenin kullanılabilme özelliği ekonomik bir avantajdır [2, 13].

3.7. Bağlayıcının Çıkarılması

Bağlayıcı giderme sinterleme öncesi kalıplama sonrasında yapılan kritik ve en çok zaman alan aşamadır. Numuneden bağlayıcının çıkarılması, TEK işleminin anahtar evresidir ve dikkatli kontrolü gerektirir. Bağlayıcının numuneden çıkarılması için ısıtma, kimyasal çözücülerde çözme, besleme stokunda kullanılan tozdan daha küçük tane boylu tozlar içine gömerek ısıtma (kılcal çekim ile bağlayıcıyı giderme)fitilleme ve suda çözme gibi işlemler tek başına veya ardışık olarak uygulanabilmektedir. Tüm işlemler kendi içinde bazı zorluklar içermekte ve üretilen numunenin firesine yol açabilmektedir [2, 5, 6]. Şekil 3.7’de bağlayıcı ayırma metotları gösterilmiştir.



Şekil 3.7. Bağlayıcı ayırma metotları [2, 5, 6]

Numunenin ısıtılması, bağlayıcının eritilip, bozuşturulup veya buharlaştırılması ile uzaklaştırılmasını sağlar [6]. Bütün bağlayıcının ayrıştırılması, tozların birbirlerine tutunamayarak parçanın bozulmasına sebep olmaktadır. Bu işlem sırasında kalıplanmış parçanın çarpılmamasına özen gösterilmelidir. Çarpılmanın engellenmesi için yapılacaklar parça tasarımına kadar uzanır. Bu bağlamda bağlayıcıyı çeşitli katkılarla kullanma bunların farklı erime veya buharlaşma sıcaklıklarına sahip olmaları bir avantaj olarak ortaya çıkar. İşlem normal olarak saatler alır ve parçanın en kalın kesitli yerine göre zamana bağlı bir işlemdir. Son zamanlarda tanıtılan "poliasetal TEK besleme stoku" nun nitrik asit veya oksalik asit gazı kullanılarak yapılan katalitik bağlayıcı çıkarma işlemi, bağlayıcı çıkarma zamanını önemli oranda düşürmüştür. Bu tür bağlayıcı çıkarmada işlemini gerçekleştirecek cihazın da sisteme eklenmesi ile bağlayıcı çıkarma ve sinterleme devamlı bir işlem zinciri halinde gerçekleştirilmektedir [2-15]. Termal bağlayıcı giderme işleminde ise termo-plastik maddeler düşük sıcaklıktaki ön sinterleme fırınlarında yakılmak suretiyle bertaraf edilir. Resim 3.2 düşük sıcaklıktaki termal bağlayıcı giderme fırını göstermektedir.



Resim 3.2. Termal bağlayıcı giderme işleminin düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmesi [13]

İkinci bağlayıcı çıkarma yöntemi ancak belirli bazı bağlayıcı sistemlere uygulanabilmektedir. Bu bağlayıcının trikloretan gibi uygun bir çözücü ile çözülerek uzaklaştırılmasıdır. Normal olarak ısıtma son aşama olarak çıkarma işleminin buharlaştırılarak tamamlanması için gereklidir. Diğer daha az kullanılan bağlayıcı işlemleri örneğin jelatinleme sakız ve selülozun karışımı ve organik katkı içeren akıcı bulamacın dondurulmasıdır [2, 15].

Su bazlı bağlayıcıların numuneden yalnızca su ile uzaklaştırılabilmeleri önemli bir avantaj oluşturmaktadır. Bu işlemin gerek düşük maliyetli olması, gerekse numunenin bağlayıcı çıkarma işleminden daha az etkilenecek şeklinin bozulmaması TEK işlemlerinde dikkatleri su bazlı bağlayıcılara çekmektedir. Burada uygulama ürünü belirli sıcaklık derecesindeki suda tutmaktan ibarettir [2, 5, 15].

Bağlayıcının çıkarılması sırasında parçanın dayanımı önemli oranda azalır, bu yüzden bağlayıcı çıkarma işlemine tabi tutulmuş parça sinterleme aşamasına dikkatli bir şekilde taşınmalıdır [1, 2, 15, 16].

3.8. Sinterleme

TEK işleminin son aşaması olan sinterleme (pişirme) toz enjeksiyon kalıplamasının temel amacının düzgün bir son ürüne ulaşmak olması bakımından burada bu konuyla ilgili kısa bilgi verilmektedir. Bu işlem parçanın ısıtılması ile toz parçacıklarının birbirlerine kaynamasının sağlanmasıyla son ürünün dayanımının arttırılması işlemidir. Bu işlem atmosfer kontrollü fırınlarda veya bazen vakum altında ergime sıcaklığının altındaki ısılarda gerçekleştirilir. TEK deki sinterleme işlemi toz matalurjisindeki aynıdır. Dikkat edilmesi gereken nokta metal tozlarının kullanılması halinde bunların oksitlenmeden korunmasıdır. Onun için işlem indirgeyici koşullarda yapılır. Metali korumanın ötesinde indirgeyici koşullar aynı zamanda metal toz parçacıklarının üzerlerinde önceden bulunan oksitlerin temizlenmesi için de bir avantaj durumundadır. Tanelerin küçük olması yüzünden toz üzerinde biriken oksit TEK işlemlerinde toz matalurjisinden daha büyük bir öneme sahiptir [2, 4, 16].

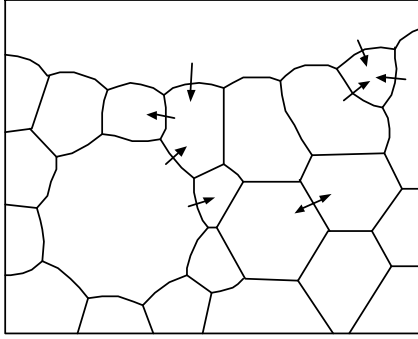
Kesin sinterleme atmosferi metal tozunun türüne bağlıdır. Bir çok metal için hidrojen içeren olağan atmosfer koşulları uygun olduğu halde çelik işlenmesi durumunda atmosferde bir karbon bileşiğinin veya çelikle denge halindeki bileşiklerin bulunması gerekir. Bunlar da çeliği ne karbürlemeli ne de dekarbürlenmemelidir. TEK uygulamalarında çok ince tanelerde tanelerin yüksek yüzey enerjisine sahip olmaları yüzünden sinterleme aynı özellikteki tozdan yapılan toz matalurjisi uygulamasına göre daha düzgün şekilde meydana gelir. Bağlayıcının çıkarılmış olduğu üründe gözenek çok yüksektir bu yüzden bir distorsiyon ve çökme olmaması için sinterleme sıcaklığı çok iyi kontrol edilmelidir. Son üründe teorik yoğunluğa çok yaklaşırlar ve genellikle % 97 den fazla olur. Her durumda yoğunluk aynı kompozisyondaki metalinden daha düşük olur [13, 16].

Atmosfer kontrolü iyi olan bir sinterleme fırını iyi bir ürün elde etmede en büyük faktörlerin başında gelmektedir (Resim 3.3) [13].



Resim 3.3. Sinterleme işlemi koruyucu atmosferli ve vakumlu sinter fırınlarında yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilir.Özel durumlar için kullanılan HIP fırınlar da mevcuttur [13]

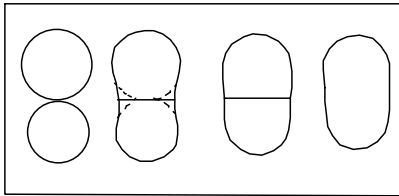
Tümüyle yoğun bir malzeme ile az yoğun malzemede sinterleme sırasında cereyan eden olaylar birbirinden farklıdır. Yoğun bir kütlede tane sınırı yapısı bir köpükteki hücrelerin durumuna benzer. Tane sınırı enerjisinin en aza indirgenmesi üç tane yüzeyinin 120^0 açılarla kesişmesine neden olur (Şekil 3.8). Tanelerin 120^0 ile kesişmeleri tanelerin boşlukları doldurmasını ve bu arada tane yüzeylerinin bombeleşmesini sağlar. Sınırdış iki tanenin bombeleşmiş sınırı iki çap ile ifade edilebilir. Tane yüzeyi içbükeyse bu çap pozitif dışbükeyse negatif olarak değerlendirilir. Sistemin toplam enerjisi tane sınır alanı azaltıldıkça azalır ve bu nedenle taneler kendi yaylarının merkezine doğru ilerlerler. Bu ilerleme sırasında bazı taneler büyür bazıları ise küçülür ve kaybolur. Bu şekilde birim hacimdeki tane sayısında azalma meydana gelir [13, 16].



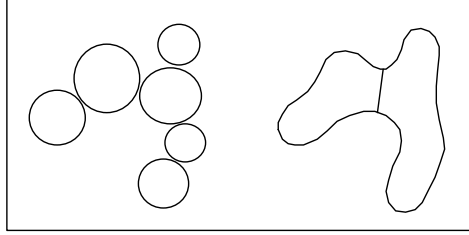
Şekil 3.8. Yoğun numunede tane sınırı ilerlemesi ve tane büyümesi sırasında malzeme ilerlemesi [2, 13, 16]

Az yoğun numunelerde tane büyümesinin farklı olduğuna yukarıda değinilmiştir. Sinterleme sonrasında bir seramiğin mikroyapısı incelendiğinde bunun tam bir köpük yapısına ulaşmadığı görülür. Buna göre TEK işlemlerinde olduğu gibi bağlayıcısı çıkarılmış numunenin çok daha fazla boşluklu olacağı doğaldır. Sinterlemenin erken aşamasında tane yapısı ideal köpük yapısına yaklaşamaz ve henüz çok açıklık bulunmaktadır [2-13-16].

Az yoğun önürünler için önerilen tane büyümesi mekanizmasında bitişik iki tane arasında boyun büyümesi ve bunu izleyerek birleşen iki tanenin yuvarlaklaşmaya gitmesi süreçleri bulunur. Bu gelişme Şekil 3.9’de tek bir tane için Şekil 3.10’da ise bir grup tane için verilmiştir [2-13-16].



Şekil 3.9. Birbirlerine temas eden iki toz parçacığının boyun verme ile birleşmesi [2, 13]



Şekil 3.10. Birbirleriyle temas halinde bulunan bir grup toz parçacığında tane büyümesi [2, 13]

Tane büyümesi işlemi çok karmaşık bir süreçtir. Tane büyümesi kinetiği yalnızca hacim, tane sınırı ve yüzey difüzyonu gibi somut parametrelere bağlı değildir. Bunların yanında parçacık paketlenmesine ve başlangıç parçacık dağılımına da bağlıdır. Bir ön ürünün değişik kısımları farklı yoğunluklarda bulunabilir. Özellikle bağlayıcının çıkarılmasından sonra karıştırma işlemi ne kadar iyi yapılırsa yapılısın enjeksiyon sırasında meydana gelebilecek yoğunluk farklılıkları daha sonra sinterleme sürecinin ön ürünün bir kesiminde boyun verme bir kesiminde ise tane sınırı göçü şeklinde meydana gelmesini sonuçlayabilir [2-13-16]. Sinterleme işlemini parça üzerindeki etkileri Çizelge 3.7’de verilmiştir.

Çizelge 3.7. Bağlayıcı özellikleri [2, 13]

Değişmeler	Etkileri
Toz boyutunun düşmesi	Daha hızlı sinterleme
	Daha yüksek maliyet
	Daha yüksek saflık
	Artan zararlar
Zamandaki artış	Daha yüksek maliyet
	Tane büyümesi
	Verimliliğin azalması
Sıcaklığın artması	Daha fazla çekme
	Tane büyümesi
	Daha yüksek maliyet
	Fırın sınırlamaları
	Yüksek özellikler
	Yüzey sınırlamaları
	Boşlukların kabalaşması
Ham yoğunluğun artması	Daha az çekme
	Daha küçük boşluklar
	Daha yüksek son yoğunluk

Çizelge 3.7(Devam). Bağlayıcı özellikleri [2, 13]

	Üniform boyutlar
Katkıların artması	Daha yüksek mukavemet
	Homojenlik problemleri
	Daha yüksek sinterleme sıcaklığı
Sinterleme katkılarının kullanılması	Daha hızlı sinterleme
	Daha düşük sinterleme
	Gevreklik
	Çarpıklık
	Tane büyümesi kontrolü

Sinterleme sırasında diffüzyon işlemi bir plastik akış şeklinde meydana gelir [16]. Örneğin boyun verme sırasında boyun civarındaki malzeme plastik akışa başlar ve bir süre sonra bu akış kararlı bir duruma gelir ki bu bir krip olayıdır. Plastik akış boyun bölgesindeki kayma gerilmeleriyle kontrol edilir [13, 16].

4. MATERYAL VE METOT

4.1. Besleme Stoku

Süperalaşım parça üretmek üzere IN 718 tozları, polietilenglikol 8000, polipropilen ve stearik asit içeren bağlayıcı sistemiyle karıştırılarak bir besleme stoku geliştirilmiştir. Bu besleme stokunun özelliği bağlayıcı giderme işleminin suda çözündürülerek gerçekleştirilmesidir.

4.1.1. Süperalaşım tozu (Inconel 718)

IN 718, yüksek dayanımlı, yüksek korozyon direnci gösteren ve yaşlandırma yapılabilen Cr-Ni alaşımıdır. Genelde, sıvı yakıtlı roketleri, gaz türbinlerinde ve kayrojenik tanklarda, parçaların yüksek sıcaklıklara maruz kaldığı yerlerde kullanılmaktadır. Mükemmel oksidasyon direnci vardır. Alaşım, çok yüksek çekme, yorulma, sürünme ve kırılma dayanımı sergilemektedir. -253 C° ile 705 C° sıcaklıkları arasında mükemmel dayanıma sahiptir. 1200C° civarında sıcak uygulamalarda çalışabilmektedir. Inconel 718 malzemenin özellikleri Çizelge 4.1’de verilmiştir.

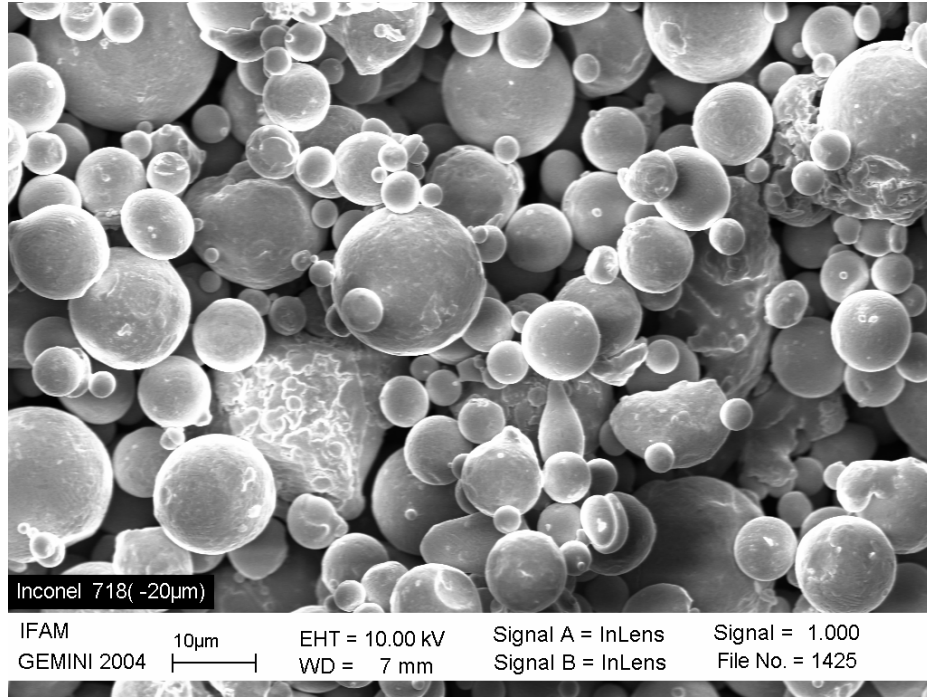
Çizelge 4.1. IN 718 süperalaşım tozunun özellikleri [17]

Teorik yoğunluk (g/cm ³)	2,7
Görünür yoğunluk (g/cm ³)	0,865
Basma yoğunluğu (g/cm ³)	1,506
Parçacık Şekli	Küresel
Ortalama Toz Boyutu (µm)	13
Sinterleme sıcaklığı (°C)	1250-1350
Nikel (+Co)	%50-55
Krom	%17-21
Niobyum (+Ta)	%4,75-5,5
Molibden	%2,8-3,3
Titanyum	%0,65-1,15

Çizelge 4.1(Devam). IN 718 süperalaşım tozunun özellikleri [17]

Alüminyum	%0,2-0,8
Kobalt	%1 max.
Karbon	%0,08 max.
Mangan	%0,35 max.

Deneyisel çalışmalarda kullanılan IN 718 süperalaşım tozlarının toz şekillerini gösteren SEM fotoğrafı Şekil 4.1’de verilmiştir.



Şekil 4.1. IN 718 tozlarının sem fotoğrafı [18]

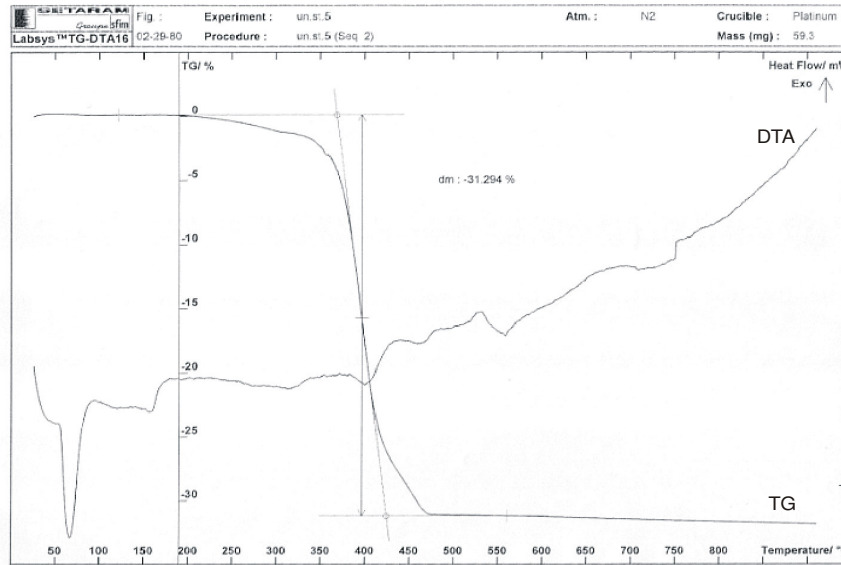
4.2. Bağlayıcı

Bu tez çalışmasında Polietilenglikol 8000, Polipropilen MH 418 ve stearik asit içeren bağlayıcı türü kullanılmıştır. Ağırlıkça karışım yapılan bağlayıcının % karışım oranları Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Kullanılan bağlayıcı karışımı

Malzeme	PEG 8000	PP MH 418	Stearik asit
Ağırlıkça %	66	29	5

Bu bağlayıcı için TG-DTA diyagramı Şekil 4.2’de verilmiştir. Kullanılan besleme stokunda malzeme kaybının 180 °C dolayında meydana gelmeye başladığı görülmektedir. En belirgin malzeme kaybı noktası 380 °C endotermik zirvesi ile belli olmaktadır ve malzeme kaybı % 31 dolayında olduğu görülmektedir. 180 °C sıcaklıkta başlayan malzeme kaybı TG-DTA diyagramlarında görüldüğü gibi 380 °C sıcaklıktan sonra karakteristik hale gelmektedir (Şekil 4.2) [5, 6].



Şekil 4.2. Besleme stoku TG-DTA diyagramı [5, 6]

4.2.1. MH 418 polipropilen (PP)

Toz ve granül halinde bulunabilen bu hammadde, Petkim A.Ş. tarafından üretilmekte ve kimyasal formülü $(-CH_2CH(CH_3)-)$ olarak gösterilmektedir. Yoğunluğu 0,85 g/cm³ olup ergime akış hızı ASTM D-1238 (42)’e göre (MFR: 2160 g, 230 °C) 4,0-6,0 g/10 dak’ dır. Bu polimerin ergime sıcaklığı 190 °C’ dir [4-5].

4.2.2. Stearik asit (SA)

Bağlayıcı karışımlarında yağlayıcı olarak kullanılan bu maddenin kimyasal formülü $(CH_3(CH_2)_{16}CO_2H)$ olarak gösterilmektedir. Yoğunluğu $0,845 \text{ g/cm}^3$ olan bu maddenin erime noktası $67-69^\circ\text{C}$ 'dir. Molekül ağırlığı $284,48 \text{ g/mol}$ olup kaynama noktası 361°C 'dir [4-5].

4.2.3. Polietilen glikol (PEG)

Polietilen glikol'ler (PEG) çizgisel yapıdaki polimerlerin suda çözünen bir ailesini meydana getirir ve etilenoksit'in ilave reaksiyonu ile elde edilir. Genel kimyasal gösterimi: $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$ olup n tekrarlanan oksietilen gruplarının ortalama sayısıdır. PEG' ler ortalama molekül ağırlıklarının numaralarıyla nitelendirilirler (Çizelge 4.3). Örneğin PEG 600 ortalama molekül ağırlığı 600 olan polimer anlamına gelir ve bu da tekrarlanan oksietilen grup sayısı olarak (n) 13'e karşılık gelir. PEG' ler molekül ağırlıklarına ve oda sıcaklığına göre sıvı ve katı olabilirler [5-6]. Çizelge 4.3'de bazı PEG'lerin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.3. Çeşitli Polietilen glikol türlerinin tipik fiziksel özellikleri [4, 5, 6]

Ürün	Ortalama molekül ağırlığı g/mol	Sıvı yoğunluğu g/cm^3			Ergime ve donma aralığı ($^\circ\text{C}$)	20°C ' de % (ağırlık), suda çözünürlük	100°C ' de viskozite (cSt)	Tekrarlanan ortalama oksietilen birimi sayısı	20°C ' de yüzey gerilmesi (mN/m)	25°C ' de sıvı özgül ısı (cal/g $^\circ\text{C}$)	Ergime ısı (cal/g)
		20°C	60°C	80°C							
PEG 3350	3015 - 3685	(e)	1,0926	1,0769	54 - 58	67	90,8	75,7	(e)	0,51 (h)	39
PEG 4000	3600 - 4400	(e)	1,0926	1,0769	57 - 59	66	140,4	90,5	(e)	0,51 (h)	45
PEG 4600	4400 - 4800	(e)	1,0926	1,0764	57 - 61	65	183,9	104,1	(e)	0,51 (h)	45
PEG 8000	7000 - 9000	(e)	1,0852 (b)	1,0680 (c)	60 - 63	63	821,7	181,4	51,3 (f)	0,51 (h)	41

(b) 70°C , (c) 90°C , (e) Bu sıcaklıkta katı, (f) %50 sulu solüsyon, (h) Katı ısı kapasitesi

4.3. Besleme Stokunun Hazırlanışı

Hazırlanan bağlayıcı karışımı hacimsel oranda % 64 IN 718 süperalaşım tozu ve % 46 bağlayıcı olmak üzere üç boyutlu karıştırıcıda 20 dakika süre ile karıştırılarak besleme stokunun ön karışımı yapılmıştır.

Ön karışımı yapılan toz haldeki besleme stoku granül kalıbı monte edilmiş ekstrüzyon makinesine konularak granül hale getirilmiştir. Bu işlemde ekstrüzyon makinesinin silindir sıcaklığı 140 °C ve kalıp sıcaklığı 180 °C'ye ayarlanmıştır. İstenen sıcaklığa ulaşılmasının ardından toz haldeki besleme stoku, makinenin malzeme hunisine boşaltılmış ve ekstruder motoru çalıştırılmıştır. Bu sırada ergimeye başlayan besleme stokunun içerisinde kalan hava ve diğer gazların oluşturacağı boşluklardan kaçınmak için ekstruder silindirinin üzerinde bulunan tahliye deliğinden pompa aracılığı ile sürekli olarak vakum yapılmıştır. Ekstruder silindirinin sonunda yer alan granül kalıbından yaklaşık 2 mm çapında çubuk halde sürekli çıkan besleme stokları, daha sonra havada soğutularak yaklaşık 3-4 mm uzunlukta olacak şekilde kırılmıştır. Böylece IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stoku enjeksiyon makinesinde işlenmeye hazır hale getirilmiştir. Enjeksiyona hazır hale getirilen besleme stoku Resim 4.1'de verilmiştir.

Besleme stokunun hazırlanmasından önce teorik olarak $5,56 \text{ g/cm}^3$ hesaplanan karışım yoğunluğu, daha sonra granüle hale getirilmiş besleme stokundan yapılan piknometre ölçümleri ile doğrulanmıştır.



Resim 4.1. IN 718 tozu içeren granül haldeki besleme stoku

4.4. Kullanılan Makine ve Ekipman

4.4.1. Kılcal reometre

Çalışmada kullanılan besleme stoklarının viskozitelerini ve kayma hızlarını ölçmek için termoplastiklerde de kullanılan ASTM 1238, TS 1675 ve TS 1323 ile standart hale getirilmiş bir kılcal reometre kullanılmıştır [19]. Besleme stoğu için karışım oranlarını hazırlarken 0,001 g hassasiyetli hassas terazi kullanılmıştır. Resim 4.2’de kılcal reometre ve hassas terazi görülmektedir.



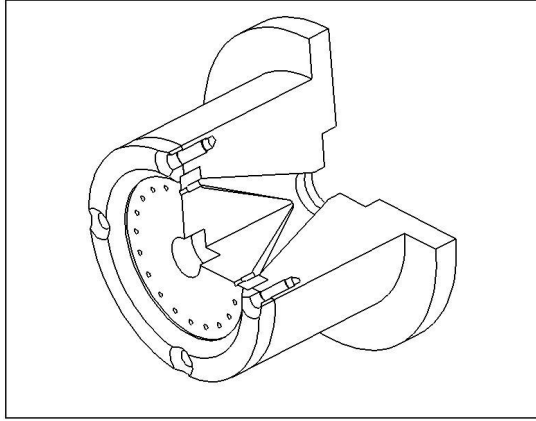
Resim 4.2. Kılcal reometre ve hassas terazi

4.4.2. Ekstrüzyon makinesi

Ön karışımı yapılan toz-bağlayıcı bileşeninin enjeksiyon makinesine uygun granüller haline getirilebilmesi ve daha homojen bir karışımın elde edilebilmesi için konik çift vidalı Krauss Mafei marka ekstrüzyon makinesi kullanılmıştır (Resim 4.3). Ayrıca bir granül kalıbı tasarlanmış (Şekil 4.3) ve imal edilmiştir (Resim 4.4).



Resim 4.3. Çift vidalı ekstrüzyon makinesi



Şekil 4.3. Granül elde etmek için imal edilen ekstrüzyon kalıbı



Resim 4.4. Granül kalıbı

4.4.3. Enjeksiyon makinesi

Bu çalışmada toz enjeksiyon işlemine göre adapte edilen ve Resim 4.5'te görülen ARBURG Allrounder 220S marka plastik enjeksiyon makinesi kullanılmıştır. Enjeksiyon makinesi ile ilgili teknik bilgiler Çizelge 4.4'te verilmiştir. Granül hale getirilen numuneler öngörülen parametreler ile kalıplanarak numuneler numaralandırılmıştır. Numara verilen numuneler hassas terazide tartılarak ayrı ayrı kilitli poşetlere yerleştirilmiştir.

Çizelge 4.4. Arburg Allrounder 220S enjeksiyon makinesinin özellikleri

Özellikler	Değerler
Hidrolik Yağ (L)	120
Makine net ağırlığı (kg)	1900
Mengene kilitleme kuvveti (kN)	250
Mengene kapama kuvveti (kN)	20
Mengene açılma kuvveti (kN)	14
En büyük mengene açılma mesafesi (mm)	275
En küçük mengene kapanma mesafesi (mm)	150
Mengene ebatları (mm)	400x400
Kolon genişlikleri (mm)	221x211
Hareketli mengene taşıma kapasitesi (kg)	300
Hidrolik pompa motoru (kW)	5,5
Vida uzunluğu (L/D)	24,5
Vida Çapı (mm)	18
En büyük Enjeksiyon basıncı (bar)	2500
En büyük vida kursu (mm)	80
En büyük Baskı hacmi (cm ³)	20
En büyük enjeksiyon ağırlığı (g/PS)	17
En büyük vida Torku (Nm)	147
Vida dairesel hızı (m/d)	27
Silindir ısıtma (W)	1250+2x3
Besleme hunisi kapasitesi (L)	25



Resim 4.5. Arburg 220S tipi bir enjeksiyon makinesi

4.4.4. Isıl işlem fırını

Enjeksiyon makinesinde ham parçalar üretildikten sonra bağlayıcının giderilmesi için ısıtıl işlem fırını kullanılmıştır. Resim 4.6'da Protherm marka PLF 110/30 fırın görülmektedir. Fırın ile ilgili teknik bilgiler Çizelge 4.5'de verilmiştir. Bağlayıcı giderme yapılacak parçalar saf su bulunan paslanmaz kutunun içerisine numunelerin tamamı su içerisinde olacak şekilde yerleştirilerek 50 °C sıcaklıkta 38 saat bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Bağlayıcı giderme işleminden sonra numuneler atmosfer ortamında kurutularak tekrar tartılarak kilitli poşetlere yerleştirilmiştir. Bu tartımlar arasındaki fark uzaklaşan PEG miktarını göstermektedir.

Çizelge 4.5. Protherm PLF 110/30 ısıtım işlem fırını özellikleri

Özellikler	Değerler
Model	PLF 110/30
En büyük Sıcaklık (°C)	1100
En büyük Sıcaklığa Çıkış Zamanı (dk)	45
Hacim (L)	28
İç Ölçüleri (cm)	25x28x35
Dış Ölçüleri (cm)	79x55x70
Güç (kW)	4
Sıcaklık Sapması (°C)	±2
Faz adedi	1



Resim 4.6. Protherm ısıtım işlem fırını

4.4.5. Sinterleme fırını

Sinterleme işlemi için vakumlu atmosfer kontrollü iki farklı fırın kullanılmıştır. İlk denemeler Karabük Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Malzeme Laboratuvarlarında bulunan, Resim 4.7’de görülen ve 1600 °C sıcaklıkta çalışabilen Thermal Technology firmasının ürettiği fırında gerçekleştirilmiştir. İkinci denemeler Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal bölümü laboratuvarlarında bulunan harici vakum bulunan 1600 °C sıcaklıkta çalışabilen fırında gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemlerinde kademeli ısıtma uygulanmıştır.

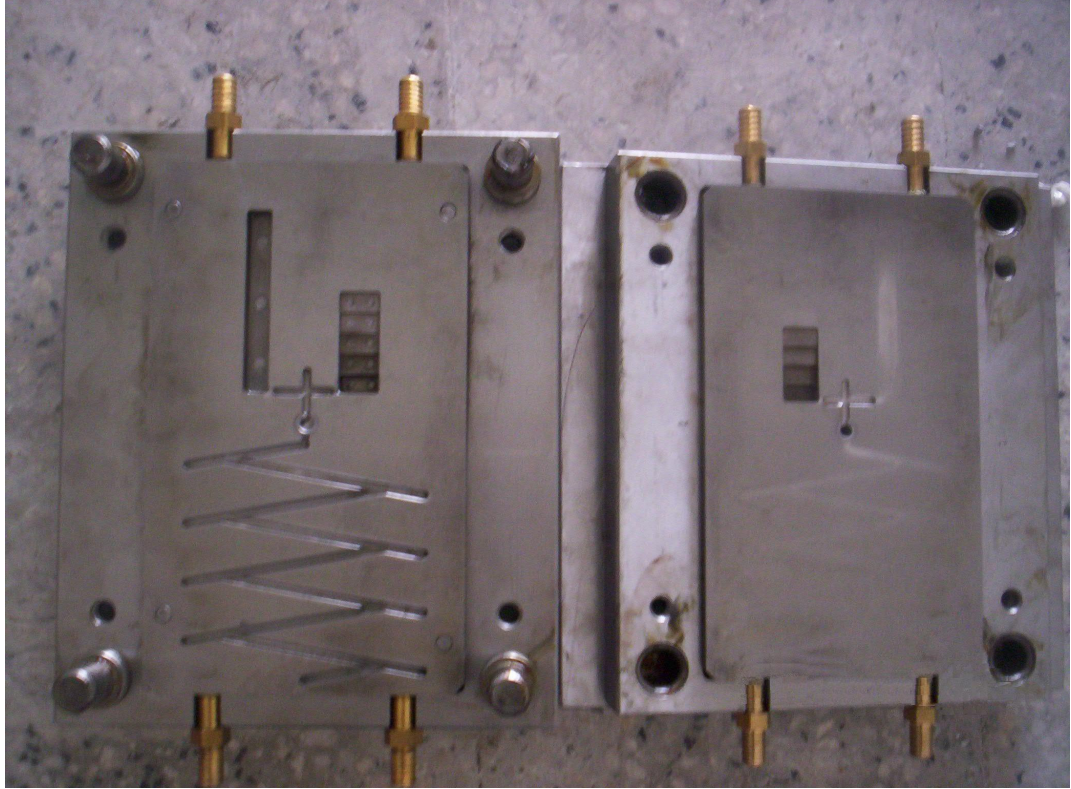


Resim 4.7. Dahili vakumlu atmosfer kontrollü sinterleme fırını

4.5. Enjeksiyon Kalıbı

Çalışmada daha önce akış boyu incelemek için kullanılan üzerinde üç farklı ürün boşluğu bulunan kalıp kullanılmıştır. Kullanılan kalıp Resim 4.8’de gösterilmiştir.

Resim 4.8’de görüldüğü gibi kalıp sağ üst tarafta beş kademeli parça sol üst tarafta çekme numune parçası alt tarafta zikzak şekilli olmak üzere üç farklı boşluğa sahiptir. Kalıp enjeksiyon esnasında Resim 4.8’de alt ve üst tarafta görülmekte olan rekorlar aracılığı ile su girişi yapılarak soğutulmuştur.



Resim 4.8. Üç farklı boşluğa sahip enjeksiyon kalıbı

4.6. Deneylerin Yapılışı

Çalışmanın deneysel kısmına ilk olarak besleme stoklarının akış davranışlarının kılcal reometrede incelenmesi ile başlanmıştır. Kılcal reometrenin deneye başlamadan önce istenilen sıcaklığa ulaşması için yaklaşık 40 dk. beklenmiştir. Daha sonra 0,001g hassasiyetindeki terazide IN 718 toz içeren besleme stoku 10 g tartılarak kılcal reometrenin haznesine konulmuştur. Bu işlemin ardından piston yerine takılarak 5 dakika besleme stokunun ısınması beklenmiş ve daha sonrada uygulanacak ağırlıktaki yükler pistonu yerleştirilerek, gerçekleşen akış süresince

zaman ölçülmüştür. Akışı sona eren malzemenin, soğumasının ardından tekrar tartılarak akan miktar tespit edilmiştir. Besleme stoklarının kayma gerilmesi, kayma oranı ve viskozitelerinin hesaplanması ASTM D3835-79 standardında önerilen formülasyon (Eş 4.1 - Eş 4.3) ile gerçekleştirilmiştir [19].

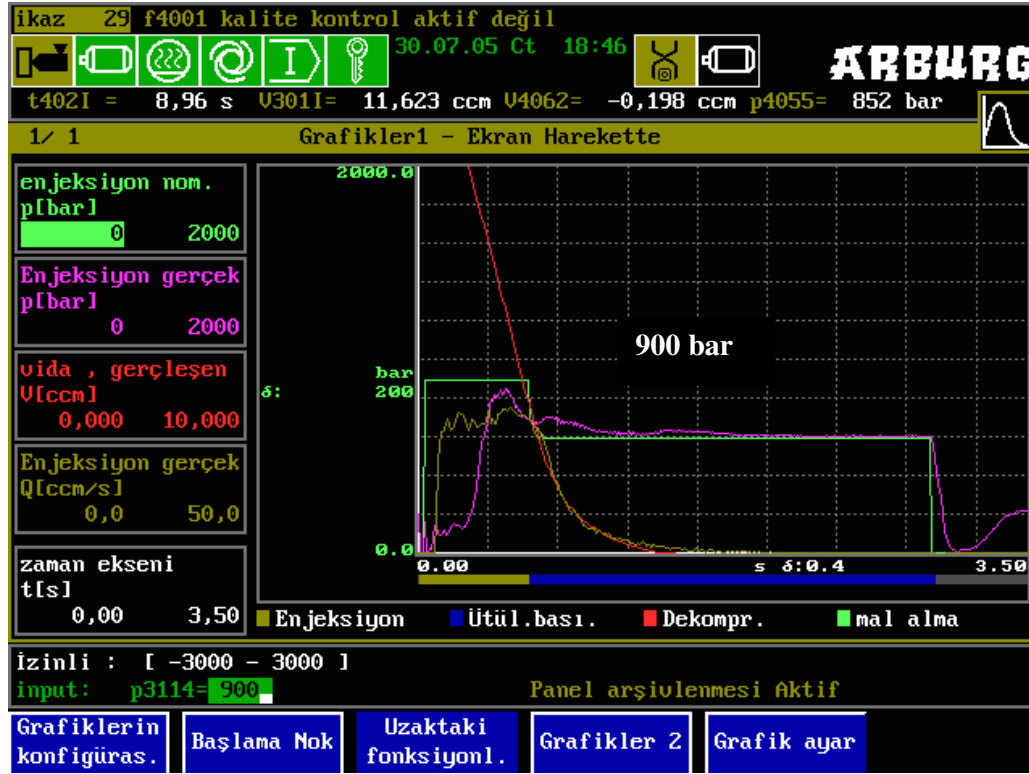
$$\text{Kayma gerilmesi(Pa)} = \frac{Pr}{2L} = \frac{Fr}{2\pi R^2 L} \quad (4.1)$$

$$\text{Kayma hızı (s}^{-1}\text{)} = \frac{4Q}{\pi r^3} = \frac{4V}{\pi r^3 t} \quad (4.2)$$

$$\text{Viskozite (Pa.s)} = \frac{p\pi r^4}{8LQ} = \frac{Fr^4 t}{8R^2 LV} \quad (4.3)$$

Eşitliklerde; P piston basıncı (Pa), F pistondaki kuvvet (N), r nozul yarıçapı (m), R silindir yarıçapı (m), L nozul boyu (m), Q akış oranı (m³/s), V akan hacim (m³) ve t akış süresi (s) dir.

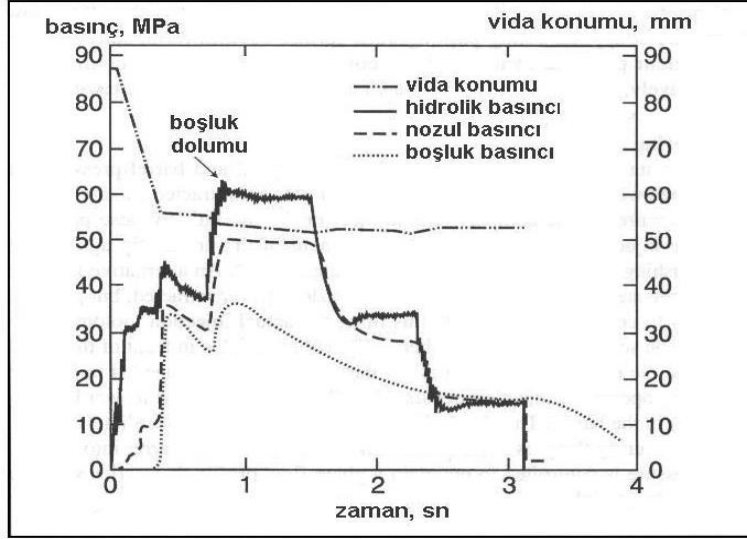
Enjeksiyon işlemine başlamadan önce basılacak olan kalıp enjeksiyon makinesine pabuçlar ve altlıklar ile bağlanmış, mengene ve itici kurs mesafeleri ile mengene kilitleme kuvveti ayarlanmış, kalıptaki soğutma kanallarına hortumlar geçirilmiş ve soğuması sağlanmıştır. Enjeksiyon makinesinde hidrolik yağının ısınması ve silindir sıcaklıklarının istenen seviyeye gelmesinin ardından basılacak olan besleme stoku makinenin malzeme hunisine konulmuş ve baskı hacmi değeri, yastıklama hacmide göz önünde tutularak ayarlanmıştır. Daha sonra enjeksiyon basıncı ve ütüleme basınç değerleri (enjeksiyon basıncının 2/3'ü) ile enjeksiyon debisi ayarlanmıştır. Enjeksiyon zamanı 0,6 s, ütüleme zamanı 2,4 s ve soğuma zamanı 10 s olarak ayarlanmıştır. Şekil 4.4'de kademeli parça için 900 bar enjeksiyon basıncı, 11,5 cm³ mal alma miktarı, 700 bar ütüleme basıncı, 250 kN kapama kuvveti 190 °C enjeksiyon sıcaklığında enjeksiyon makinesinin grafik ekranı gösterilmektedir.



Şekil 4.4. Arburg 220S enjeksiyon makinesi grafik ekranı

Şekil 4.5’de ve Çizelge 4.6’da enjeksiyon çevrimi ve bileşenlerin durumu gösterilmektedir. Öncelikle besleme stoku bir silindir içerisinde dönen vida ile dıştaki ısıtıcılarla ısıtılarak kalıbın içine enjekte edilir. Kalıplama esnasında besleme stokunun kalıba akışını sağlamak için kontrol sıralaması hızlı bir basınç yüklemesini kapsar. Kalıplama çevriminde basınç gradyanları ve akış direnci, vida konumu ve hidrolik sistem basıncı kalıplama süreci boyunca uyumlu bir şekilde dengelenir. Akış yolu boyunca olan sürtünme basınçta azalmayı verir. Ayrıca kalıptaki sürtünme, basınç gradyanlarına katkıda bulunur. Parçadaki basınç eğrilerini azaltmak için işlem; basınç artışı, vida hızı, baskı büyüklüğü, nozul sıcaklığı, silindir sıcaklık profili, kalıp sıcaklığı, soğuma zamanı, enjeksiyon debisi ve kalıp açılma zamanı üzerinde uygulanmalıdır [1-2-4]. Kalıp dolduktan sonra operasyon boşluktaki hassasiyeti sağlamak için basınç kontrolünden vidanın hız kontrolüne göre değişir. Basınç giriş kısmındaki ergiyik malzeme katılaşana kadar tutulmakla ütüleme aşaması gerçekleşmektedir. Bu noktada dış basıncın kalıp boşluğu üzerinde çok

küçük bir etkisi olur. Soğuma sırasında basınçtaki azalmanın yerine termal büzülme öncülük eder. Son olarak bağlayıcı çıkarılmaya yetecek kadar soğuduğu zaman kalıp açılır ve parça iticilerle çıkarılır. İtici sistemi, hareketi hidrolik sistemden veya ayrı bir mekanik hareketten alır [1, 2, 4].



Şekil 4.5. TEK de birbiriyle uyumlu etkilerin bir döngüdeki vida konumu [4, 13]

Çizelge 4.6. TEK Kalıplama çevriminde makine şartları ve çeşitli işlemlerin durumu [4, 13]

Operasyon	döngü zamanı →				
	Dolum	Ütölleme	Soğuma	Kalıp açık	Kalıp kapalı
Vida döntüşü			plastikleşme		
Vida yer değişimi	ileri			geri	
İtici				aktif	
Maça hareketi				dışta	içte
Enjeksiyon ünitesi				geri çekilmiş	ileride

Kalıplanan parçalar numaralandırılarak küçük poşetlere yerleştirilmiştir. Daha sonra ürünler tartılarak üzerlerine ağırlıkları yazılmıştır. Bağlayıcı giderme ve sinterleme aşamasında tekrar tartılarak uzaklaşan bağlayıcı tespit edilmeye çalışılmıştır.

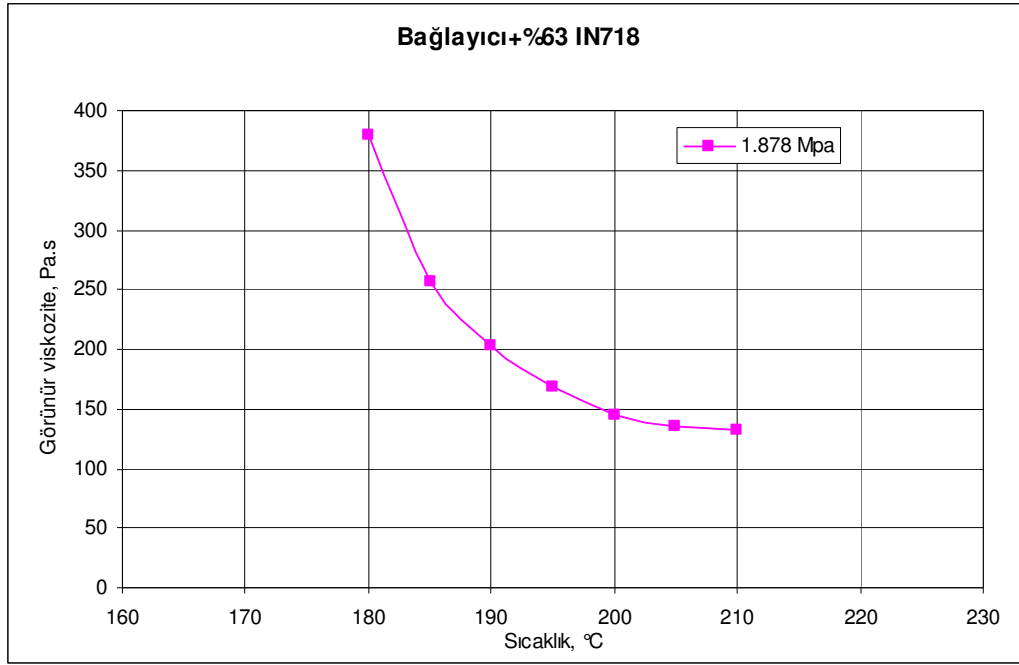
5. SONUÇ VE TARTIŞMA

5.1. Besleme Stoku Sonuçları

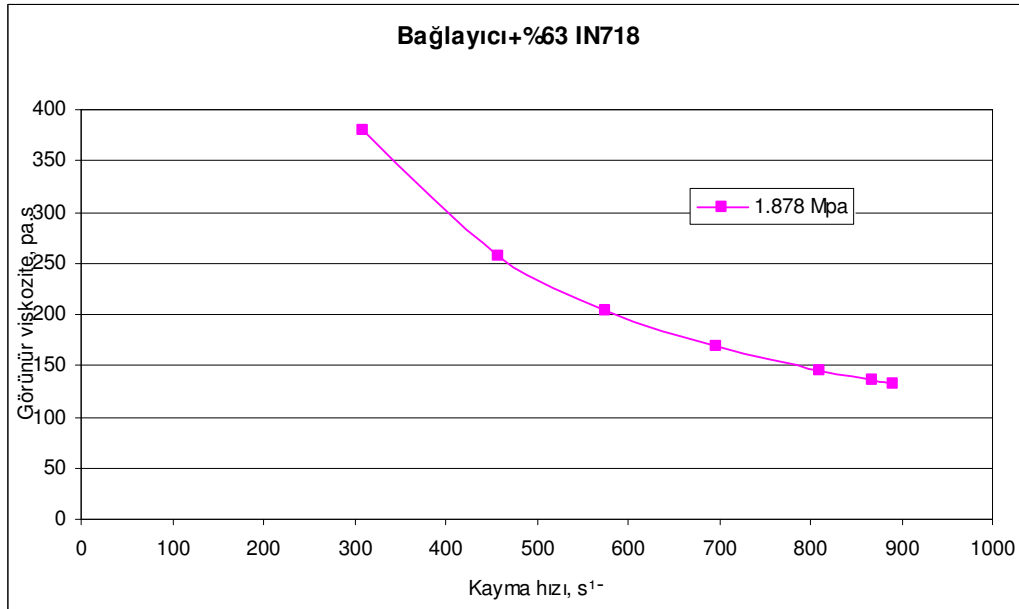
Besleme stokunun kılcal reometrede denemeleri; 1,878 MPa yükte, 10 °C artışla 180-210 °C sıcaklık aralığında %63 %64 ve %65 oranında IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stokları ile gerçekleştirilmiştir. Besleme stokları granül halde hazırlandıktan sonra kılcal reometreye 15g konularak akan miktar ölçülmüştür. %63 IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stokunun kılcal reometre sonuçları Çizelge 5.1’de verilmiş, Şekil 5.1 ve Şekil 5.2’de grafiğe yansıtılmıştır. Şekil 5.1’de sıcaklığın artmasıyla viskozitede azalma görülmektedir [4-5-6]. Viskozitenin 180°C sıcaklıkta 400 Pa.s’ye yakın olduğu görülmektedir. Kayma hızı-görünür viskozite grafiği Şekil 5.2’de görülmektedir.

Çizelge 5.1. Besleme stokunun kılcal reometre sonuçları

Besleme stoku toz oranı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kayma gerilmesi (pa)	Piknometre yoğunluğu (g/cm ³)	Akan miktar (g)	Süre (s)	Kayma hızı (s ⁻¹)	viskozite (pa.s)	EAS (g/10dk)
%63 INCONEL 718	180	1,878	117429,9	5,57	14,8	8,2	385,49	304,28	978,64
	185				14,6	7,3	457,53	256,66	1200,56
	190				14,5	5,76	575,88	203,91	1510,42
	195				14,61	4,8	696,3	168,65	1826,25
	200				14,73	4,16	810,02	144,97	2124,52
	205				14,62	3,85	868,71	135,18	2278,44
	210				14,16	3,64	889,92	131,96	2334,07



Şekil 5.1. Besleme stokunun sıcaklık-görünür viskozite grafiği

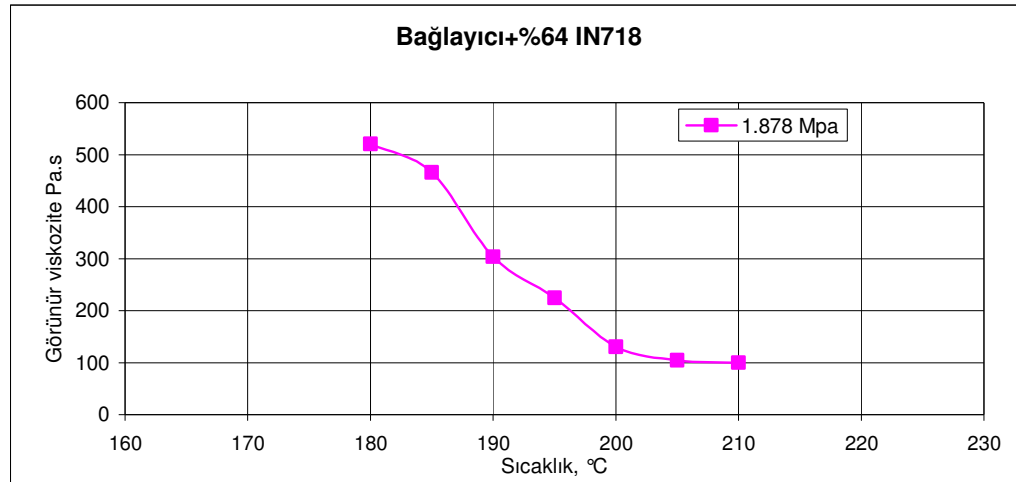


Şekil 5.2. Besleme stokunun kayma hızı-görünür viskozite grafiği

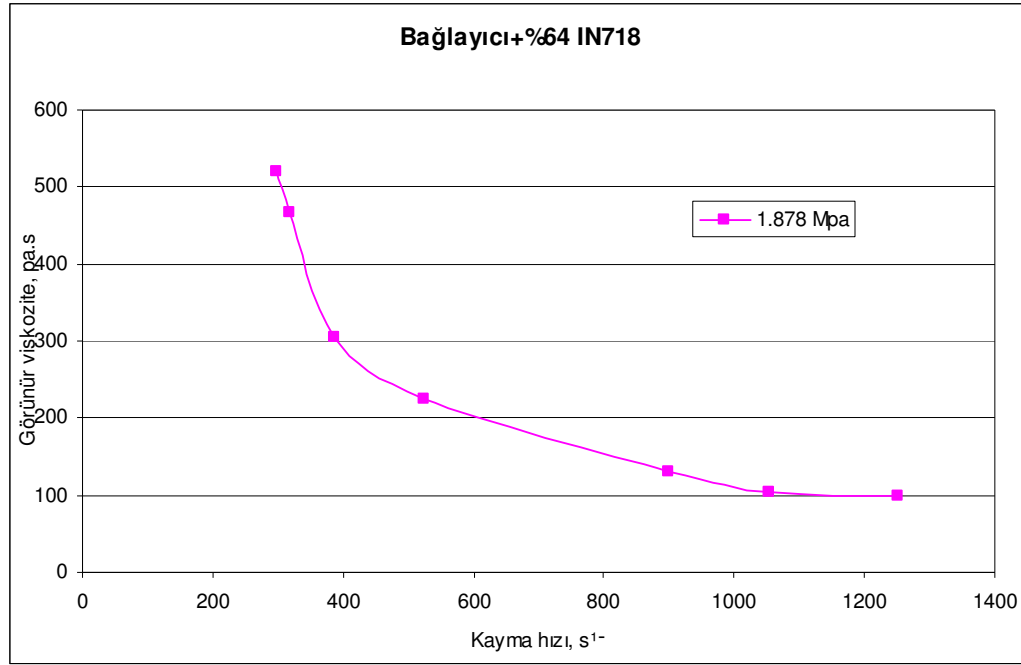
%64 oranında IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stokunun kılcal reometre sonuçları Çizelge 5.2’de verilmiştir. %64 oranındaki karışım için sıcaklık-viskozite diyagramı Şekil 5.3’de verilmiştir. Sıcaklığın artması ile viskozitenin 200 °C’ye kadar belirgin bir şekilde düştüğü bu sıcaklıktan sonra viskozitede azalma görülmektedir. %64 oranındaki karışım için kayma hızı-görünür viskozite grafiği Şekil 5.4’te verilmiştir. Grafik psedo-plastik bir akış karakteristiği göstermektedir [4-5-19]. Çizelge 5.2’de de görüldüğü gibi sıcaklık ve basınç ile EAS değerinin arttığı görülmektedir.

Çizelge 5.2. Besleme stokunun kılcal reometre sonuçları

Besleme stoku toz oranı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kayma gerilmesi (pa)	Piknometre yoğunluğu (g/cm ³)	Akan miktar (g)	Süre (s)	Kayma hızı (s ⁻¹)	viskozite (pa.s)	EAS (g/10dk)
%64 INCONEL 718	180	1,878	117429,9	5,64	14,48	8,2	298,15	520,81	1059,51
	185				14,4	7,14	316,45	466,18	1210,08
	190				14,47	6,9	386,33	303,96	1258,26
	195				14,58	6,3	522,77	224,63	1388,57
	200				14,49	3,64	899,22	130,59	2388,46
	205				14,45	3,1	1053,94	104,3	2796,77
	210				14,46	2,6	1251,08	99,8	3323,08



Şekil 5.3. Besleme stokunun sıcaklık-görünür viskozite grafiği

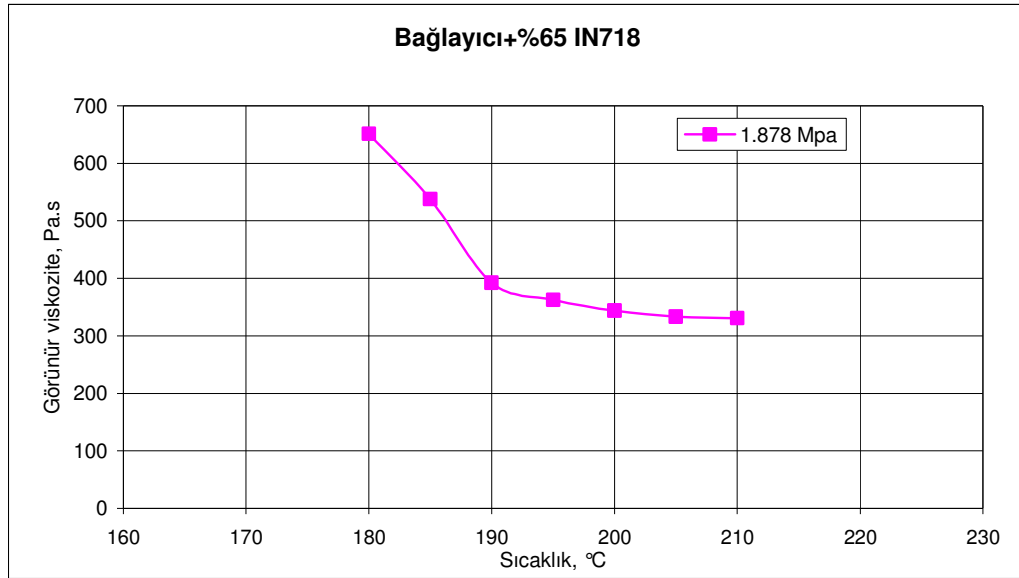


Şekil 5.4. Besleme stokunun kayma hızı-görünür viskozite grafiği

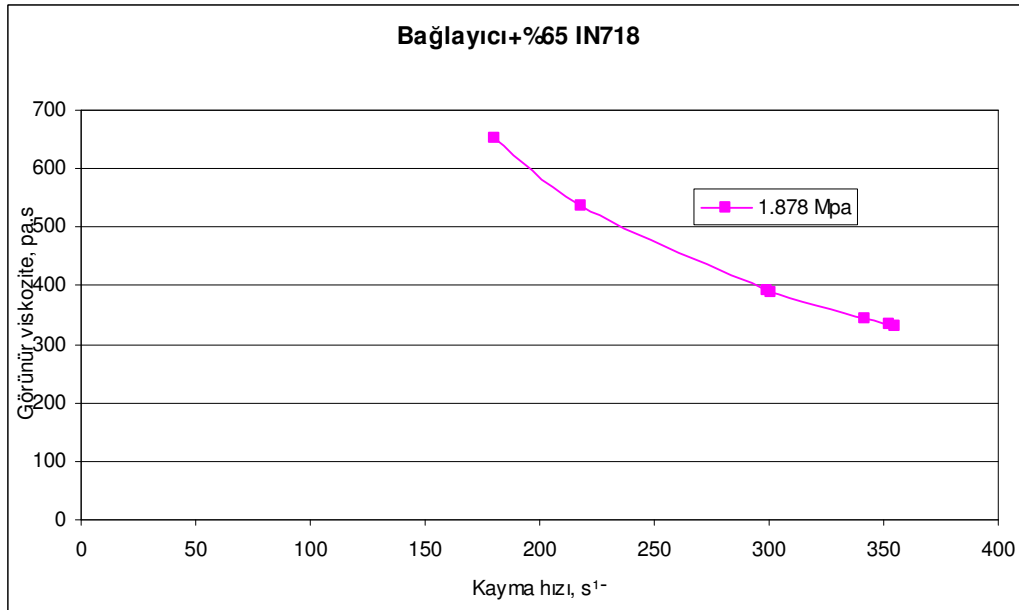
%65 oranında IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stokunun kılcal reometre sonuçları Çizelge 5.3’de verilmiştir. Şekil 5.5’de sıcaklığın artması ile viskozitenin 190 °C’ye kadar hızlı bir şekilde düştüğü bu sıcaklıktan sonra viskozitede belirgin bir azalma görülmektedir. 200 °C sıcaklık değerinden sonra viskozitenin çok az değiştiği buna rağmen viskozitenin sıcaklık ile azaldığı görülmektedir. %65 oranındaki karışım için kayma hızı-görünür viskozite grafiği Şekil 5.6’da görülmektedir.

Çizelge 5.3. Besleme stokunun kılcal reometre sonuçları

Besleme stoku toz oranı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kayma gerilmesi (pa)	Piknometre yoğunluğu (g/cm ³)	Akan miktar (g)	Süre (s)	Kayma hızı (s ⁻¹)	viskozite (pa.s)	EAS (g/10dk)
%65 INCONEL 718	180	1,878	117429,9	5,7	12,75	14,5	180,22	651,59	415
	185				12,9	13,2	218,41	537,66	586,36
	190				13,79	10,3	299,21	392,47	803,3
	195				11,29	11	301,19	389,89	615,82
	200				12,85	8,4	341,88	343,48	917,86
	205				11,94	8,2	352,16	333,46	873,66
	210				11,49	7,75	355,18	330,62	889,55



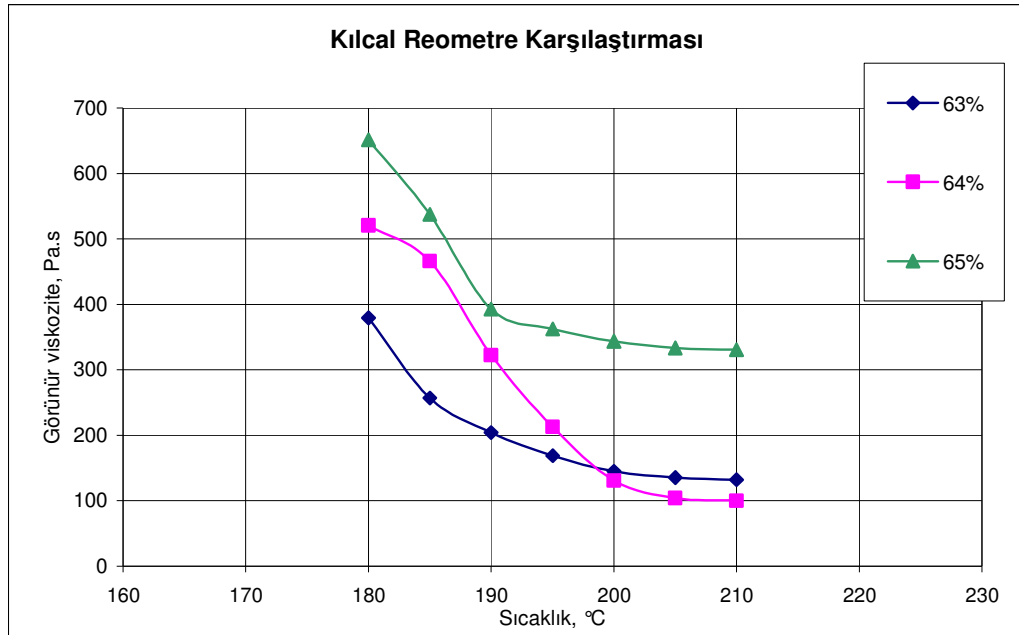
Şekil 5.5. Besleme stokunun sıcaklık-görünür viskozite grafiği



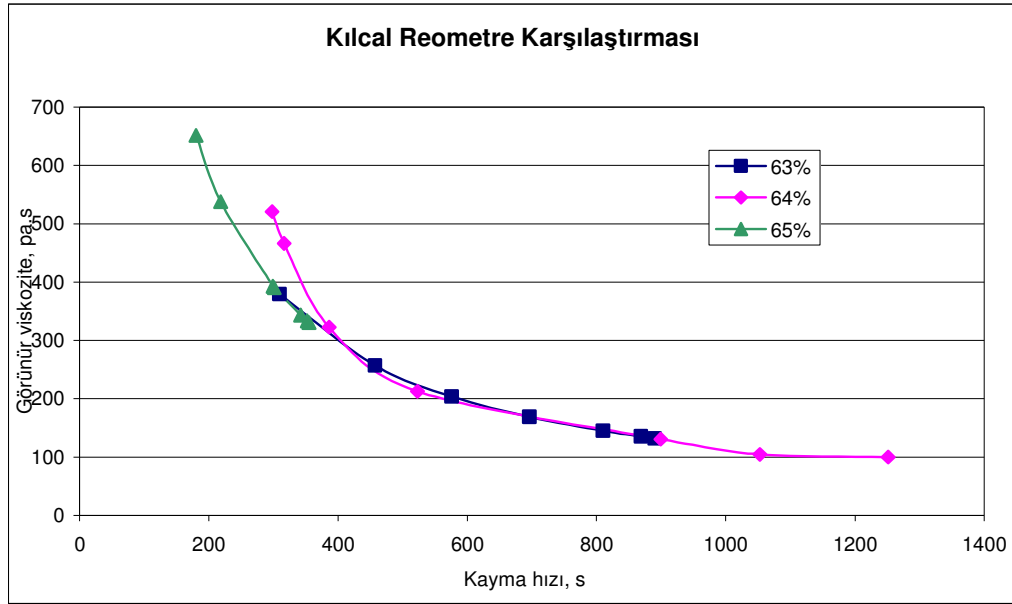
Şekil 5.6. Besleme stokunun kayma hızı-görünür viskozite grafiği

TEK besleme stoklarının viskozitelerinin 1000 Pa.s'den düşük olması gerekmektedir [2-5-6-13]. Şekil 5.7'deki grafikte değişik toz oranlarındaki karışım viskoziteleri görülmektedir. Bütün oranlarda 1000 Pa.s değerinden düşük olması

kalıplanabilirliğini göstermektedir. Grafikte iyi psedo-plastik bir akış karakteristiğini %64 toz oranındaki bağlayıcı göstermektedir. Reolojik çalışmalarda Çizelge 5.3'te de görüldüğü gibi akma miktarında kayıpların olduğu göz önüne alınarak kritik toz oranının %65 olduğu tespit edilmiştir. German [1-13] kritik toz oranının %1 altında enjeksiyon çalışmalarını önermektedir. Bu çalışmada da %1 düşük toz oranı alınarak %64 oranındaki karışım tercih edilmiştir. Çalıştığımız %64 toz oranındaki karışım için 180-210 °C de viskozite literatürde belirtilen sınırlar içinde olup 400-130 Pa.s'dir ve psedo-plastik akış göstermiştir. Besleme stoku için enjeksiyon parametrelerinin 190-210°C silindir sıcaklığı, aralıklarında olabileceği bu reolojik çalışmada öngörülmüştür.



Şekil 5.7. Besleme stoklarının viskozite karşılaştırma grafiği



Şekil 5.8. Besleme stoklarının viskozite kayma oranı karşılaştırma grafiği

Kılcal reometre verileri üzerinde varyans analizi yapılmıştır. Akan miktar üzerinde yapılan varyans analizinde (Çizelge 5.4), yoğunluğun akan miktar üzerinde etkili olduğu fakat sıcaklığın etkili olmadığı görülmüştür ($P < 0,05$).

Çizelge 5.4. Akan miktar varyans analizi

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F
yoğunluk	2	5,0194e-13	2,51e-13	26,6165	<,0001*
sıcaklık	6	2,8633e-14	4,772e-15	0,5061	0,7926
Error	12	1,1315e-13	9,429e-15		
C. Total	20	6,4372e-13			

Kılcal reometre verileri ile akan süre ile yapılan varyans analizinde (Çizelge 5.5), gerek yoğunluğun gerekse sıcaklığın süre üzerinde etkili oldukları görülmüştür ($P < 0,05$).

Çizelge 5.5. Akan süre varyans analizi

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F
yoğunluk	2	104,89241	52,44620	30,8890	<,0001*
sıcaklık	6	83,16416	13,86069	8,1635	0,0011*
Error	12	20,37472	1,6979	<,0001*	
Total	20	208,43130			

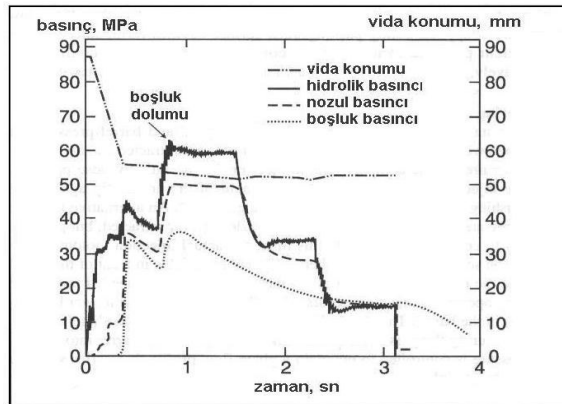
5.2. Enjeksiyon Sonuçları

Enjeksiyon için literatürde aynı bağlayıcı ile yapılan reolojik çalışmalar ve literatürde aynı bağlayıcı ile yapılan çalışmalar dikkate alınarak enjeksiyon parametreleri belirlenmiş ve enjeksiyon makinesinde bu parametreler ile baskıya geçilmiştir. Enjeksiyon esnasında kullanılan parametreler Çizelge 5.6’da verilmiştir.

Çizelge 5.6. Enjeksiyonda kullanılan parametreler

Parça	Silindir Sıcaklık (°C)	Enjeksiyon Basıncı (bar)	Enjeksiyon hızı (cm ³ /s)	Enjeksiyon Zamanı (s)	Mal Alma Miktarı (cm ³)	Soğuma zamanı (s)	Kalıp Sıcaklığı (°C)
Düz	190	990	18	2,3	11,9	25	40
Kademeli	190	1000	20	2,8	11,5	20	40

TEK’de enjeksiyon esnasında oluşan parametre grafiği Şekil 5.9’da gösterilmiştir. Kademeli parça dolum aşaması Resim 5.3’de görülmektedir.



Şekil 5.9. TEK de enjeksiyon esnasında parametrelerin durumu [4, 13]

Numunelerin enjeksiyonda basılması esnasında Arburg enjeksiyon makinesinden alınan grafik görüntüleri Şekil 5.10'da gösterilmiştir. Enjeksiyon işleminde grafiğin üst tarafında verdiğimiz değerlere karşılık gerçekleşen enjeksiyon parametreleri görülmektedir. Enjeksiyon parametrelerinin seçiminde reolojik çalışmaların dikkate alınmasından dolayı enjeksiyon esnasında herhangi bir sıkıntı yaşanmamıştır. Parçanın enjeksiyonu esnasında enjeksiyon basınç parametresi sabit tutularak enjeksiyon hızı, enjeksiyon debisi değiştirilerek numuneler basılmıştır. Enjeksiyon parametrelerin parça üzerindeki fiziksel dayanım etkisinin görülmesi amaçlanmıştır. Resim 5.1 düz parçanın ve Resim 5.2'de kademeli parçanın enjeksiyon parametrelerinin değiştirilmesi sonucu oluşan değişimin numune üzerindeki toz yığılması etkisi görülmektedir.



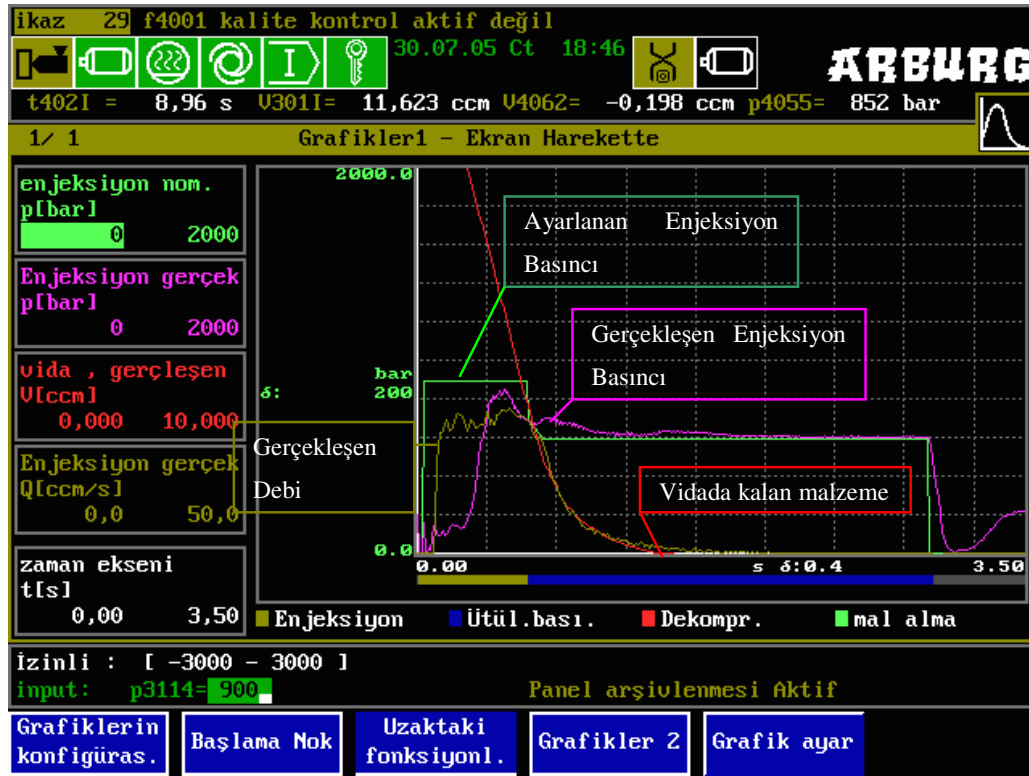
Resim 5.1. Düz numunede toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu bölgeler



Resim 5.2. Kademeli numunede toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu bölgeler



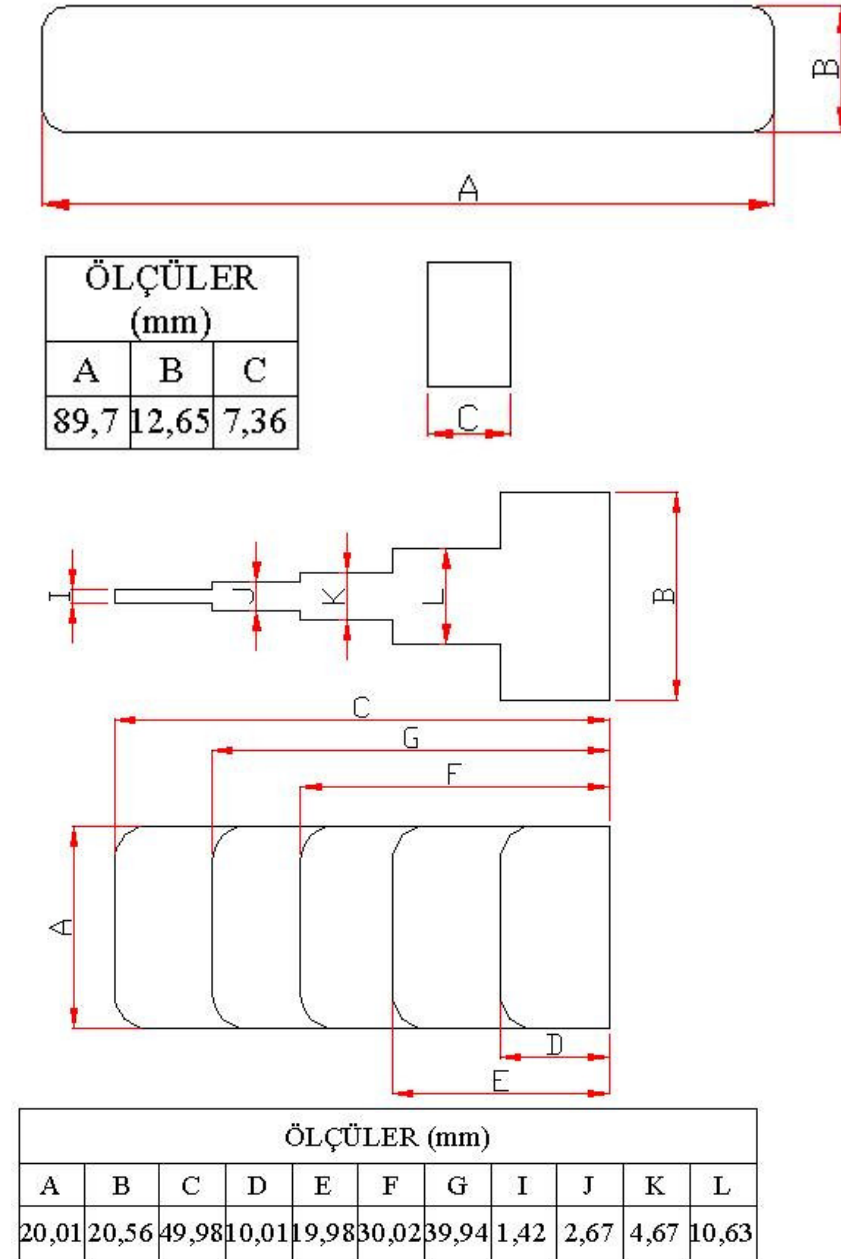
Resim 5.3. IN 718 besleme stoku beş kademeli numunenin dolumu



Şekil 5.10. Numune basımında oluşan enjeksiyon parametrelerinin durumu

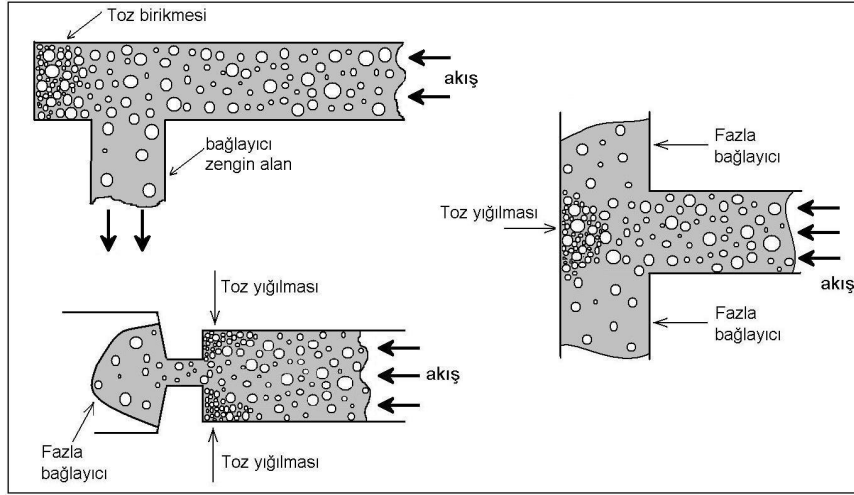
Kalıpta 27 adet düz ürün 13 adet kademeli ürün basılmıştır. Kalıplanan ürünlere numara verilerek ayrı ayrı poşetlere yerleştirilmiştir. Numunelerin ağırlıkları ve boyutları ölçülerek not edilmiştir. Numuneler kalıptaki ölçülere göre % 0,1 oranında çekme göstermiştir. Çıkan ham numunelerin boyutları Çizelge 5.7’de verilmiştir.

Çizelge 5.7. Numunelerin ham yoğunluktaki boyutları



Kalıpta basılmış numunelerde toz-bağlayıcı ayrışmasının görülebilmesi için çekilen SEM mikrografları Resim 5.5’de gösterilmiştir. Resim 5.1’de besleme stokundan basılan bir numunenin; (a) orta kesitten 500 kat, (b) uç kesitten 500 kat ve (c) uç yüzeyinden 500 kat büyültülmüş mikrografları verilmiştir. Şekil 5.11’de toz

bağlayıcı ayrışmasının olduğu yerler net olarak görülebilmektedir. EK-1’de sinterleme öncesi çekilen mikrograflarda toz-bağlayıcı dağılımının düzgün olduğu görülmektedir. Toz ve bağlayıcının homojen olarak dağılımının görülmesi basıncın ve diğer enjeksiyon parametrelerinin nominal seçildiği zaman uygunluğunu göstermektedir.



Şekil 5.11. TEK’de toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu bölgeler [5, 13, 19, 20]

5.3. Bağlayıcı Giderme Sonuçları

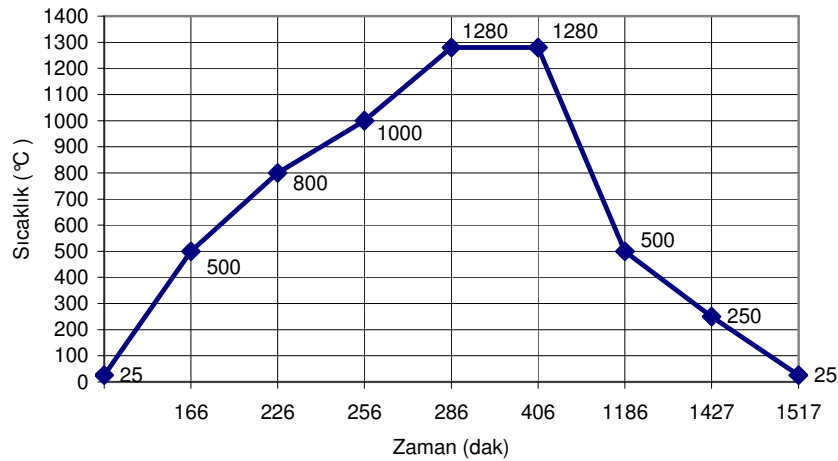
PEG ile üretilen karışım için polatkan[6] 60 °C sıcaklıkta, lee ve young [11] 70 °C sıcaklıkta bağlayıcı giderme işlemi yapmışlardır. Bu bilgiler ışığında 60 °C sıcaklıkta 46 saat bağlayıcı giderme işlemi gerçekleştirilmiştir. Bağlayıcı giderme işleminden sonra numuneler tartılarak bağlayıcının uzaklaşan miktarı hesaplanmıştır. Bağlayıcı giderilen numuneler ölçülerek %0,21 çekme olduğu saptanmıştır. Önceki çalışmalarda yapılan PEG uzaklaştırma işlemleri ile uzlaştığı görülmüştür.

5.4. Sinterleme Sonuçları

German [13-16] john [3] ve hens [20] süperalaşım tozunun 1270-1300 °C sıcaklıkta ve yavaş sinterlenmesi gerektiğini belirtmiştir. İlk olarak vakumlu atmosfer kontrollü

tüp fırında sinterleme yapılmıştır. Bu sinterleme ile ilgili grafik Şekil 5.12’de gösterilmiştir. Sinterleme için 0-500 °C sıcaklığına kadar 3°C/dk, 500-800°C sıcaklık aralığı için 5°C/dk, 800-1000°C sıcaklık aralığı için 7 °C/dk, 1000-1280 °C sıcaklık aralığı için 10 °C/dk hızlar ile 1280 °C sıcaklığa gelinmiş ve bu sıcaklıkta 2 saat bekleme yapılmıştır. Bu sinterleme ile ilgili grafik Şekil 5.13’de gösterilmiştir. Oluşan numuneler Resim 5.4’te görülmektedir, bağlayıcının iç kesimlerde tam atılamadığı görülmüştür. German’ın [16] tavsiyeleri göz önüne alınarak sinterleme hızının daha yavaş ve kademeli olarak yapıldığı ikinci bir sinterleme gerçekleştirilmiştir. Bu sinterleme döngüsünde TG-DTA diyagramı göz önüne alınarak 220 °C, 380 °C ve 500 °C sıcaklıklarda beklemeler yapılarak vakumlu atmosfer kontrollü tüp fırında sinterleme yapılmıştır. Sinterleme için 0-220 °C sıcaklığa kadar 1 °C/dk, 220-380 °C sıcaklık aralığı için kadar 1,5 °C/dk, 380-500 °C sıcaklık aralığı için 2 °C/dak, 500-750 °C sıcaklık aralığı için 5°C/dk, 750-1000 °C sıcaklık aralığı için 7 °C/dk, 1000-1280 °C sıcaklık aralığı için 10 °C/dk hızlar ile 1280 °C sıcaklığa gelinmiş ve bu sıcaklıkta 2 saat bekleme yapılmıştır. Sinterlenen numunelerin SEM mikrografları EK-1’de gösterilmiştir. Sinterlenen parçalar tekrar ölçülerek ham numuneye göre %0,1 çekme olduğu görülmüştür. Sinterlemeden sonra kademeli numune Resim 5.4’de görülmektedir. Sinterlenen numunenin iç kısımlarında bağlayıcının tam olarak atılamadığı görülmektedir

1. Sinterleme Döngüsü

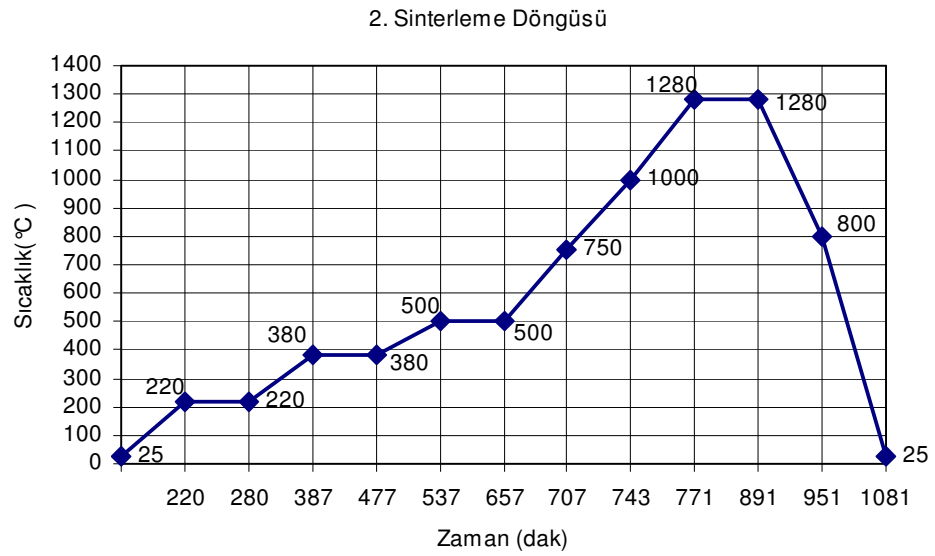


Şekil 5.12. Birinci sinterleme döngüsü

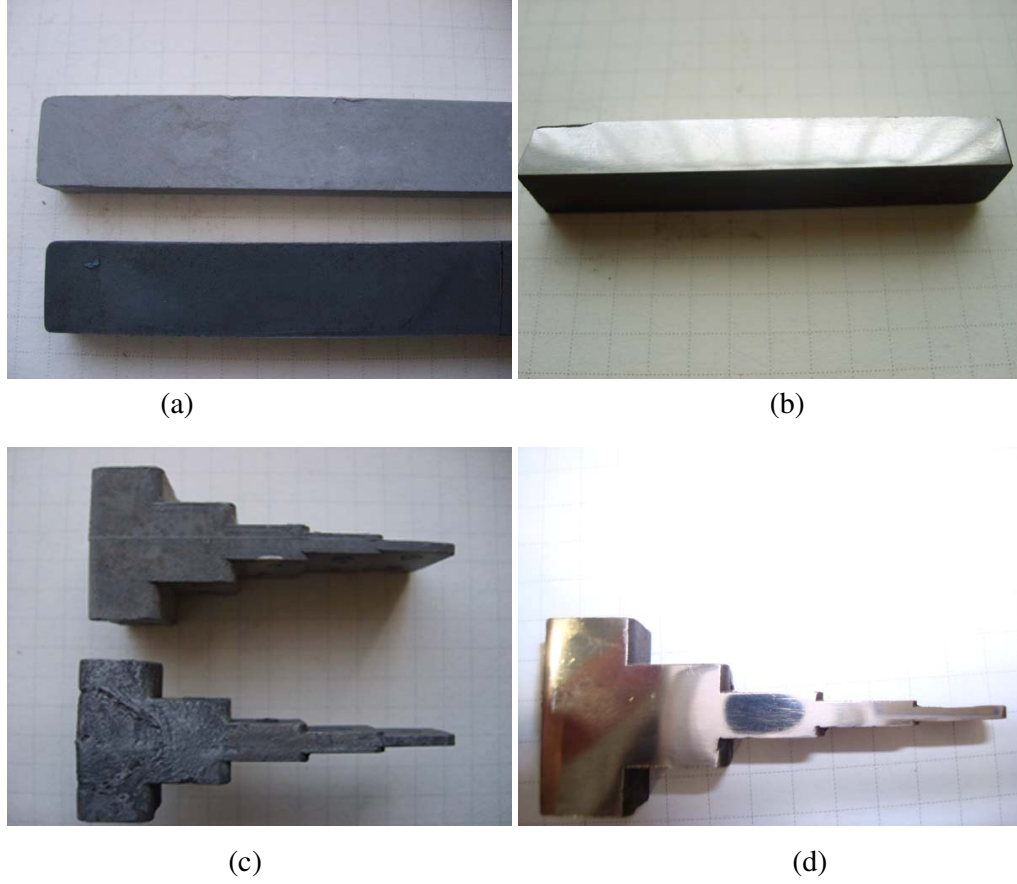


Resim 5.4. Birinci sinterleme döngüsü sonucunda numunenin iç görünümü

İkinci sinterleme grafiği Şekil 5.13'te sinterlemeden sonra elde edilen numuneler Resim 5.5'te görülmektedir.



Şekil 5.13. İkinci sinterleme döngüsü



Resim 5.5. Numunelerin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası görünümleri
 a) Çekme numunesi, b) Parlatılmış çekme numunesi, c) Kademeli numune, d) Parlatılmış kademeli numune

Sinterleme sonrası çekilen mikrograflarda ince kesitte bağlayıcının tam uzaklaştırılamadığı görülmektedir. İkinci sinterleme işlemi sonucunda da birinci sinterleme işleminde olduğu gibi iç ve kalın kısımlarda bağlayıcının tam olarak uzaklaştırılamadığı Resim 5.6'de görülmektedir. Bağlayıcının tam olarak uzaklaşmamasının sinterleme esnasında sinterleme fırınının vakum yetersizliğinden dolayı parçanın dış tarafında oksitlenme oluşarak bir kabuk oluşturmaktadır. Bu da iç taraftaki bağlayıcının dışarıya çıkmasının engellemektedir. İnce kesitte bağlayıcının tam olarak uzaklaşmaması ise enjeksiyon esnasında enjeksiyon basıncından kaynaklanmakta olabileceğini EK-1'deki sem mikrografları göstermektedir. Parça yolluk girişinin kalın kesitten verilmesi sonucu enjeksiyon basıncının parçayı

doldurması için ince kesitlerde toz ve bağlayıcıyı birbirinden uzaklaştırdığı, bağlayıcının ince kesitte daha fazla olduğu görülmektedir.

Üretilen numunenin tam olarak sinterlenememesi sonucu, numune üzerinde yapılacak olan bazı mekanik testlerin sağlıklı sonuç vermeyeceği için testler yapılmamıştır. Ayrıca numunenin tam olarak sinterlenememesi sonucu parçadaki çekme oranının literatürde olması gerektiği gibi (%10-%22) [1-13] olmadığı, parçada düşük bir oranda çekme olduğu görülmüştür. Çekme oranının az olması numune içerisindeki bağlayıcının sinterleme esnasında atılamadığını doğrulamaktadır.



Resim 5.6. İkinci sinterleme sonrası numunenin iç kısmı

5.5. Sonuçlar

1. Toz enjeksiyon kalıplama için %64 toz oranı IN 718 süperalaşım tozu için uygundur
2. %64 IN 718 süperalaşım tozu içeren besleme stokunun enjeksiyonu esnasında enjeksiyon parametreleri olarak aşağıdaki değerlerde sorunsuz üretilmiştir;
 - %64 IN 718 için enjeksiyon silindir sıcaklığı 190 °C,
 - %64 IN 718 için enjeksiyon basıncı 900~1000 bar,
 - %64 IN718 için enjeksiyon hızı yaklaşık 8~20 (cm³/s) ,
 - %64 IN 718 için kalıp sıcaklığı 40 °C kullanılmıştır.
3. Bağlayıcı ayrıştırma için 60 °C sıcaklık 46 saat en uygun sıcaklık olmuştur.
4. Sinterleme döngüsünde 1280 °C sıcaklık ve 220 °C, 380 °C ve 500 °C sıcaklıklarda bekleme yapılmıştır.
5. IN 718 besleme stoku için belirlenen bağlayıcının sinterleme esnasında tozdan tam olarak ayrılmadığı ve yüzeyde oksitlenme meydana getirdiği, bağlayıcıyı atamayıp gözenek oluştuğu gözlemlenmiştir.
6. Hazırlanan besleme stokundan üretilen numuneler kalıptan çıktıktan sonra %0,01 oranında, sinterlenmesi sonucu ortalama %0,1 çekme tespit edilmiştir.

5.6. Öneriler

1. Sinterleme için vakum değeri yüksek atmosfer kontrollü fırın kullanılmalıdır.
2. Bağlayıcı ile toz uyumu göz önüne alınarak bağlayıcının tozdan daha rahat ayrılabilceği değişik bağlayıcı ve karışım oranları çalışılmalıdır.
3. Sinterlendikten sonra enjeksiyon parametrelerinin parça yapısına etkisi araştırılmalıdır.

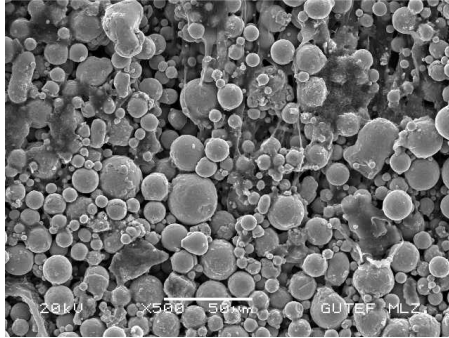
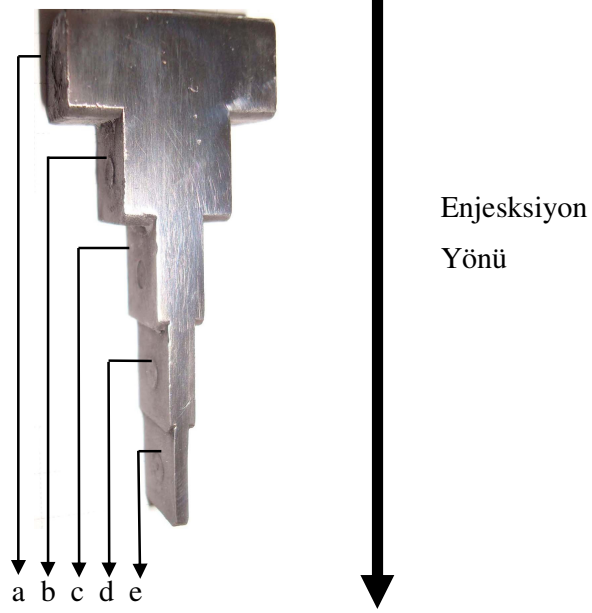
KAYNAKLAR

1. German, M.R., "Powder Injection Molding", *Metal Powder Industries Federation*, USA, 219-276 (1990).
2. Karataş, Ç., Sarıtaş, S., "Toz Enjeksiyon Kalıplama, Bir ileri teknoloji imalat metodu", *Gazi Üniv. Müh. TEK. Derg.*, 2: 193-228 (1998).
3. John, L., Tan, L.K., Suri, P., German, R.M., "Corrosion resistance of NI-based superalloys processed by metal injection molding", *Processing and Fabrication of Advanced Materials XII*, 219-230 (2003).
4. Ergüney, M.S., "Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Besleme Stoklarının Kalıplanabilirliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 10-14, 57-60 (2005).
5. Gökten, M., "Steatit ve 316L Paslanmaz Çelik Tozları ile PEG Ağırlıklı Reçinelerden Meydana Gelen Besleme Stoklarının Reolojik Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 39-42, 53-60 (2003).
6. Polatkan, Z.D., "Suda Çözünebilir Bağlayıcı Steatit Besleme Stokundan TEK ile Üretilmiş Ham Parçalardan Bağlayıcı Alma İşleminin Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 3-13, 24-35, 40-46 (2004).
7. Diehl, W., "Injection moulding of superalloys and intermetallic phases", *Metal Powder Report*, 45 (5): 243-269 (1990).
8. Bakan, H.İ., Eroğlu, Ş., Baykara, Y., Davies, H., "Suda Çözünen Bağlayıcı Sistemi kullanılarak 316L Tozunun Enjeksiyonla Kalıplanması", *Uluslar arası 2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, ODTÜ, 703-708 (1999).
9. Kupperblatt, G.B., Chung, C.I., "Evaluation of solubility in powder injection molding binders", *The Int. J. Powder Metallurgy*, 29 (3): 229-237 (1993).
10. Thomas, Y., Marple, B.R., "Partially water-soluble binder formulation for injection molding submicrometer zirconia", *Adv. Perform. Mater.*, 5: 25-41 (1998).
11. Lee, S.H., Jeung, W.Y., "Anisotropic injection molding of strontium ferrite powder using a PP/PEG binder system", *J. Magnets. And Magn. Mater.*, 226 (30):1400-1402 (2001).

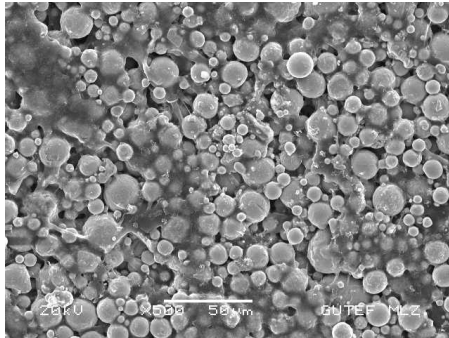
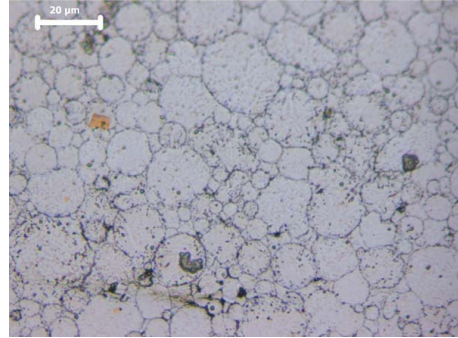
12. Yang, W.W., Yang, K.Y., Wang, M.C., Hon, M.H., “Solvent Debinding Mechanism for alumina injection molded compacts with water-soluble binders”, *Ceramics International*, 29:745-756 (2003).
13. German, R.M., Bose, A., “Injection Molding of Metals and Ceramics”, *Metal Powder Industries Federation*, New Jersey, 99-132, 148-174 (1997).
14. Karataş, Ç., “Toz Enjeksiyon Kalıplamada Karışımın Reolojisi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 212-239 (1997).
15. German, R.M., “Theory of thermal debinding”, *Int. J. Powder Metallurgy*, 23 (4): 237-245 (1987).
16. German, R.M., “Sintering theory and practice”, *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, New Jersey, 1-20 (1996).
17. Moral, F.R., “Wrought Superalloys”, Superalloys Source Book, 1st ed., *Matthew, J., Donachie, Jr.*, Ohio, 20-40 (1984).
18. Türker, M., “Ni Easlı Süperalaşımda MA süresinin Toz Boyutu ve Mikroyapısı ve Sertliğine Etkisi”, *Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi*, İstanbul, 930-936 (2006).
19. ASTM Standard, D 3835-79., "Standard test method for Rheological Properties of Capillary Rheometer", *Philadelphia, PA*, ABD, 188-194 (1983).
20. Yücel, İ., “Toz Enjeksiyon Kalıplamış aluminanın mekanik özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 16-24, 30-59 (2007).
21. Hens, K.F., “Tooling and Injection Molding Powder Injection Molding”, *Proceeding the 1995 International PIM Symposium*, Pennsylvania, USA, 96-112 (1995).

EKLER

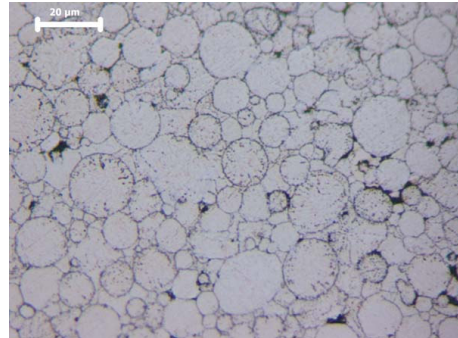
EK-1 Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası numune SEM mikrografları



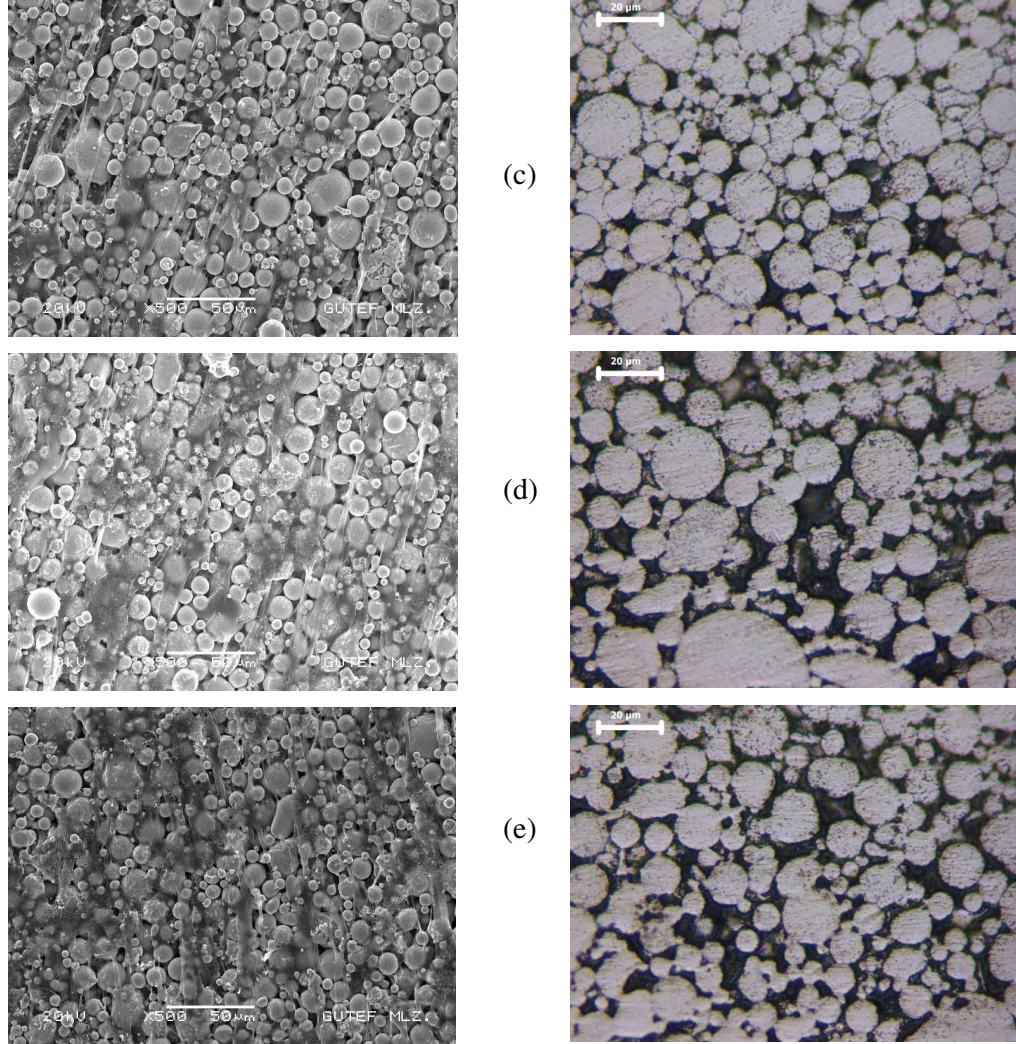
(a)



(b)



EK-1(Devam) Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası numune SEM mikrografları



Şekil 1.1 Sinterleme öncesi ve sonrası numune SEM mikrografları

- a) Birinci kademe sinterleme öncesi (sol), sinterleme sonrası (sağ)
- b) İkinci kademe sinterleme öncesi (sol), sinterleme sonrası (sağ)
- c) Üçüncü kademe sinterleme öncesi (sol), sinterleme sonrası (sağ)
- d) Dördüncü kademe sinterleme öncesi (sol), sinterleme sonrası (sağ)
- e) Beşinci kademe sinterleme öncesi (sol), sinterleme sonrası (sağ)

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : UPRAK, Şükrü
 Uyuğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 12.05.1979 İzmir
 Medeni hali : Evli
 Telefon : 0 535 821 66 92
 e-mail : sukruprak@gmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Gazi Üniversitesi Makine Eğitim Kalıpcılık	2001
Lise	Çınarlı Teknik	1997

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2008-	Ostim Kalıpcılık	Kalıphane Sorumlusu
2007-2003	Fırat Plastik	Kalıp&ürün sorumlusu
2002-2003	Müsan Makina	Teknik Proje Tasarımcısı
2001-2002	Serdar Plastik	CAD/CAM Operatörü

Yabancı Dil

İngilizce

Hobiler

Yüzme, Bilgisayar teknolojileri, Basketbol, Motosiklet