

**TOZ ENJEKSİYON YÖNTEMİYLE KALIPLANMIŞ MgO
TAKVİYELİ ALÜMİNANIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Oğuz ERDEM

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

EKİM 2010

ANKARA

Oğuz ERDEM tarafından hazırlanan "TOZ ENJEKSİYON YÖNTEMİYLE KALIPLANMIŞ MgO TAKVİYELİ ALÜMİNANIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI" adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. İbrahim USLAN

Tez Danışmanı, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

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

Prof. Dr. Can ÇOĞUN

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Doç. Dr. İbrahim USLAN

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Yrd. Doç. Dr. Çetin KARATAŞ

Makine Eğitimi Anabilim Dalı, G.Ü.

Tarih: 12/10/2010

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

Prof. Dr. Bilal TOKLU

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 bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Oğuz ERDEM

TOZ ENJEKSİYON YÖNTEMİYLE KALIPLANMIŞ MgO TAKVİYELİ ALÜMİNANIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

(Yüksek Lisans Tezi)

Oğuz ERDEM

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Ekim 2010

ÖZET

Bu çalışmada MgO takviyeli ve takviyesiz alümina tozları toz enjeksiyon yöntemiyle kalıplanmıştır. Bağlayıcı olarak ağırlıkça %65 PEG8000 (polietilenglikol) + %30 PP (polipropilen) + %5 SA (stearik asit) kullanılmıştır. Başlangıçta dört farklı oranda besleme stoğunun reolojik özellikleri incelenerek en iyi toz-bağlayıcı oranı hacimce %53/%47 olarak bulunmuştur. Bu karışımdan oluşan (MgO ilavesiz (takviyesiz) ve ağırlıkça %0,5, %1, %1,5 oranlarında MgO içeren) besleme stoklarının reolojik özellikleri incelenmiş ve tüm besleme stoklarının erime davranış indeksi, erime akış indeksi ve akıcılığı ayrı ayrı bulunmuştur.

Bu orana göre hazırlanan besleme stokları granül hale getirilmiştir. Enjeksiyonda çekme ve eğme numuneleri kalıplanmıştır. Kalıplanan numunelere çözücü ve ısıl bağlayıcı giderme (ön sinterleme) işlemleri uygulanmıştır.

Yapılan sinterleme çalışmaları sonucunda 1775 °C sıcaklık ve 8 saat sinterlenen numunelerde mekanik özellikler kötüleşmiştir. 1775 °C sıcaklık ve 6 saat süre optimum sinterleme parametreleri olarak bulunmuştur.

En iyi mukavemet ve yoğunluk deęerleri ktlece %1 MgO takviyeli almina besleme stoklarında elde edilmiřtir. ekme numunelerinde 69 MPa maksimum ekme mukavemeti deęeri, %86,8 teorik yoğunluk ve % 18,5 bzlme oranı elde edilmiřtir. Eęme numunelerinde ise 158 MPa maksimum eęme mukavemeti deęeri, %88,1 teorik yoğunluk ve % 16,2 bzlme oranı elde edilmiřtir.

SEM ile yapılan incelemelerde ktlece %1 MgO takviyeli numuneler daha az gzenekli ve dzgn sinterlenmiř grnm sergilemiřtir.

Bilim Kodu : 914.1.140
Anahtar Kelimeler : Toz enjeksiyon kalıplama, reoloji, almina, sinterleme
Sayfa Adedi : 117
Tez Yneticisi : Do. Dr. İbrahim USLAN

**INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF POWDER
INJECTION MOULDED ALUMINA BY ADDING MgO**

(M.Sc. Thesis)

Oğuz ERDEM

**GAZİ UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY**

October 2010

ABSTRACT

In this study, MgO added alumina and pure alumina powders were molded by powder injection molding method. 65% PEG8000 (polyethyleneglycol) + 30% PP (polypropylene) + 5% SA (stearic acid) in weight was used as the binder. First, the rheological properties of four different feedstocks were examined and the optimum powder/binder ratio was determined as 53%/47% in volume. Rheological properties of feedstocks (pure and in weight for 0,5%, 1%, 1,5% MgO added alumina) which contain 53% alumina+ 47% binder in volume, were investigated and flow behavior index, melt flow index and flow rate of the feedstocks were determined seperately for all the feedstocks.

The feedstocks prepared using this ratio, were granulated and then tensile and bending samples were molded by injection method. Solvent and thermal (pre-sintering) debinding of these molded samples were carried out.

As a result of sintering investigations, the samples sintered in 1775 °C for 8 hours had inferior mechanical properties. The temperature of 1775 °C and 6 hours of the holding time were determined as the optimum sintering parameters.

The highest strength and density values were obtained for 1% (wt.) MgO added alumina feedstocks. In tensile samples 69 MPa maximum tensile strength, 86,8% of theoretical density and 18,5% of shrinkage ratio were achieved. In bending samples 158 MPa maximum bending strength, 88,1% of theoretical density and 16,2% of shrinkage ratio were also achieved.

SEM analysis showed that 1% (wt.) MgO added alumina feedstock samples have less pore and those have good sintering.

Science Code	: 914.1.140
Key Words	: Powder injection moulding, rheology, alumina, sintering
Page Number	: 117
Adviser	: Assoc. Prof. Dr. İbrahim USLAN

TEŞEKKÜR

Tez danışmanım Doç. Dr. İbrahim USLAN'a çalışmalarım aşamasında göstermiş olduğu sabır, özveri ve fedakârlıktan dolayı teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında bana her türlü desteği sağlayan değerli büyüğüm Eftal TURAN'a ve toz boyutu ölçüm cihazını kullanmayı öğreten Yrd. Doç. Dr. Levent URTEKİN'e teşekkür ederim.

Enjeksiyon tezgâhının kullanılmasını öğreten ve her türlü teknik desteği sağlayan değerli arkadaşım Şükran KATMER'e teşekkür ederim. Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesinde yapılan sinterleme çalışmalarında sağladığı imkanlardan dolayı değerli hocam Prof. Dr. Ramazan ÇITAK'a ve öğrencileri Ulaş MATİK, Halil KARAKOÇ ve Hasan KARABULUT'a teşekkür ederim.

Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesinde yapılan SEM çalışmalarında sağladığı imkanlardan dolayı Prof. Dr. Süleyman TEKELİ, Yrd. Doç. Dr. Ahmet GÜRAL ve öğrencisi Alper Melih ATAÇ'a teşekkür ederim.

Son olarak benim bugünlere gelmemi sağlayan, maddi ve manevi her türlü desteği esirgemeyen, yaptığım ve yapacağım her işte beni cesaretlendiren ve bana daima güvenen en büyük destekçim ve varlığım olan aile fertlerime: babam Kerem ERDEM, annem Gülnur ERDEM, ağabeyim Onur ERDEM, yengem Kübra ERDEM ve biricik yeğenim Gülnur ERDEM'e teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	xiii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xviii
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	4
3. SERAMİK MALZEMELER VE ŞEKİLLENDİRİLMESİ	13
3.1. İleri Teknoloji Seramikleri.....	14
3.2. Alümina	15
3.2.1. Alüminanın genel özellikleri	16
3.2.2. Alümina çeşitleri.....	16
3.2.3. Alüminanın kullanım alanları.....	18
3.2.4. Alüminanın sinterlenmesi	22
3.3. Magnezyum Oksit	23
3.4. Seramiklerin Şekillendirilmesi.....	24
4. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA	26
4.1. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Tozlar ve Özellikleri.....	28
4.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Bağlayıcılar ve Özellikleri	29
4.3. Reoloji	30

Sayfa

4.3.1 Kılcal reometre	31
4.4. Besleme Stoğu.....	36
4.4.1. Karıştırma.....	36
4.4.2. Granülleme	36
4.5. Kalıplama.....	37
4.6. Bağlayıcı Giderme.....	39
4.7. Sinterleme	40
4.7.1. Sinterleme mekanizması	42
4.7.2. Sinterlemede yoğunlaşma	43
4.7.3. Sinterleme yönteminin sınıflandırılması.....	44
5. DENEYSEL ÇALIŞMA	47
5.1. Malzeme.....	47
5.1.1. Alümina tozu (Al_2O_3)	47
5.1.2. Magnezyum oksit (MgO).....	49
5.2. Bağlayıcı Malzemeler.....	49
5.3. Boyut Analizi	51
5.4. Kılcal Reometre Deneyleri	52
5.5. Besleme Stoğu Hazırlama.....	56
5.5.1. Karıştırma.....	57
5.5.2. Granülleme (Taneleme)	57
5.6. Toz Enjeksiyon Kalıplama İşlemi.....	58
5.7. Bağlayıcı Giderme.....	60
5.8. Sinterleme	62

Sayfa

5.9. Sinterlenmiş Parçaların % Büzülme ve Yoğunluklarının Belirlenmesi	63
5.10. Çekme ve Üç Nokta Eğme Deneyleri.....	64
5.11. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Çalışmaları.....	65
6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	66
6.1. Boyut Analizi ve Öğütme	66
6.2. Kılcal Reometre Deney Sonuçları.....	68
6.3. Kullanılan Besleme Stoklarının Reolojik Özellikleri.....	76
6.3.1. Erime davranış indeksi hesabı.....	76
6.3.2. Erime akış indeksi hesabı.....	78
6.3.3. Akıcılık.....	80
6.4. Granülleme.....	80
6.5. Enjeksiyon Makinesinde Kalıplama.....	81
6.6. Bağlayıcı Giderme.....	83
6.6.1. Çözücüde bağlayıcı giderme	83
6.6.2. Isıl bağlayıcı giderme.....	83
6.7. Sinterleme	84
6.8. Mekanik Testler.....	88
6.8.1. Çekme testi sonuçları.....	88
6.8.2. Eğme testi sonuçları.....	91
6.9. Sinterlenmiş Numunelerin Yoğunluk ve % Büzülme Değerleri.....	93
6.9.1. Yoğunluk değerleri	93
6.9.2. % Büzülme değerleri.....	96
6.10. Mikroskopik İncelemeler	97

Sayfa

6.10.1. Ham ve bağlayıcısı giderilmiş numuneler.....	97
6.10.2. Çekme numuneleri.....	98
6.10.3. Eğme numuneleri.....	100
7. SONUÇ VE ÖNERİLER	102
7.1. Sonuçlar	102
7.2. Öneriler	105
KAYNAKLAR.....	106
EKLER.....	113
EK-1 Alüminanın ilk tane boyutunun analiz değerleri.....	114
EK-2 24 saat öğütülmüş alüminanın analiz değerleri.....	115
EK-3 MgO'nun analiz değerleri	116
ÖZGEÇMİŞ.....	117

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıklar	25
Çizelge 4.1. Tipik bağlayıcı örnekleri.....	30
Çizelge 4.2. Çözülebilir bağlayıcı giderme örnekleri.....	40
Çizelge 4.3. Sinterleme parametrelerinin etkileri.....	42
Çizelge 4.4. Sinterleme yöntemlerinin taşınım mekanizmaları ve itici güçleri	45
Çizelge 5.1. Kullanılan toz ve alüminanın genel özellikleri	48
Çizelge 5.2. Magnezyum oksitin özellikleri.....	49
Çizelge 5.3. PEG8000'in özellikleri	50
Çizelge 5.4. PP'nin özellikleri.....	50
Çizelge 5.5. SA'nın özellikleri	51
Çizelge 5.6. Farklı hacim oranlarındaki besleme stoklarının özellikleri	53
Çizelge 5.7. Çekme ve eğme numunelerinin ham yoğunluktaki boyutları.....	60
Çizelge 6.1. Dört farklı besleme stoğunun kılcal reometre sonuçları.....	69
Çizelge 6.2. %53 alümina+ %47 bağlayıcıya sahip MgO takviyeli besleme stoklarının teorik yoğunlukları	73
Çizelge 6.3. MgO takviyeli besleme stoklarının kılcal reometre sonuçları.....	74
Çizelge 6.4. Farklı karışımların erime davranış indeksi değerleri.....	78
Çizelge 6.5. Farklı karışımların erime akış indeksi değerleri	79
Çizelge 6.6. PEG esaslı bağlayıcı içeren farklı karışımların en iyi akıcılık değerleri	80
Çizelge 6.7. %53 Alümina+ %47 Bağlayıcı içeren besleme stoğunun TEK yöntemiyle kalıplanmasında yaşanan sorunlar.....	82
Çizelge 6.8. Optimum sinterleme parametrelerinin araştırılması.....	84
Çizelge 6.9. Belirlenen sinterleme işlemleri sonrası mukavemet değerleri.....	86
Çizelge 6.10. Çekme testi sonuçları.....	88

Çizelge	Sayfa
Çizelge 6.11. Eğme testi sonuçları	91
Çizelge 6.12. Küçük çekme numunelerinin yoğunluk ve % teorik yoğunlukları	94
Çizelge 6.13. Büyük çekme numunelerinin yoğunluk ve % teorik yoğunlukları	94
Çizelge 6.14. Eğme numunelerinin yoğunluk değerleri ve % teorik yoğunlukları	95

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. Alümina bujiler ve alümina kaynak makinesi uçları.....	19
Şekil 3.2. Alümina metal ergitme potaları ve alümina filtreler.....	19
Şekil 3.3. Tekstil Sektöründe ve öğütücülerde kullanılan alüminalar	20
Şekil 3.4. Turbo yükleyici şaft, türbin, türbin bıçağı, dişli	21
Şekil 3.5. Alümina kalça implantı ve alümina kalça implantı uygulaması.....	22
Şekil 4.1. TEK akış diyagramı	27
Şekil 4.2. İdeal toz parçacık şekli	29
Şekil 4.3. Kılcal reometrenin şematik görünümü	32
Şekil 4.4. Viskozite ve kayma hızı değişiminin gösterimi.....	33
Şekil 4.5. TEK besleme stoğunda kayma hızı-viskozite değişimi	35
Şekil 4.6. Bilgisayar kontrollü toz enjeksiyon tezgahı	37
Şekil 4.7. TEK işlemi.....	38
Şekil 4.8. Boyun bölgesinde muhtemel sinter mekanizmaları	44
Şekil 4.9. Sinterlemede tozlar arası bağ ve izole gözenek oluşumu	45
Şekil 5.1. Malvern Mastersizer lazerle boyut ölçme cihazı	51
Şekil 5.2. Kılcal reometre.....	56
Şekil 5.3. Karıştırma üniteleri	57
Şekil 5.4. Kraus-Maffei marka ekstrüder ve vakum bölgesi.....	58
Şekil 5.5. ARBURG Allrounder 220S marka enjeksiyon tezgâhı.....	59
Şekil 5.6. Çekme ve üç nokta eğme numunelerinin geometrileri.....	60
Şekil 5.7. Isıl bağlayıcı giderme işlemi.....	62
Şekil 5.8. Schimadzu marka çekme cihazı ve özel üretilmiş çekme testi aparatı	64
Şekil 6.1. Alüminanın ilk tane boyutunun grafiksel dağılımı	66

Şekil	Sayfa
Şekil 6.2. 24 saat öğütülmüş alüminanın toz boyut dağılımı	67
Şekil 6.3. MgO'nun tane boyutunun grafiksel dağılımı	68
Şekil 6.4. 0,6 MPa basınçta karışımların sıcaklık-viskozite grafiği	70
Şekil 6.5. 1 MPa basınçta karışımların sıcaklık-viskozite grafiği	70
Şekil 6.6. 0,6 MPa basınçta karışımların kayma hızı-viskozite grafiği	71
Şekil 6.7. 1 MPa basınçta karışımların kayma hızı-viskozite grafiği	71
Şekil 6.8. 0,6 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların sıcaklık-viskozite grafiği (Ana yapı: %53 alümina+ %47 bağlayıcı)	75
Şekil 6.9. 1 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların sıcaklık-viskozite grafiği (Ana yapı: %53 alümina+ %47 bağlayıcı)	75
Şekil 6.10. 0,6 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların kayma hızı-viskozite grafiği.....	76
Şekil 6.11. 1 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların kayma hızı-viskozite grafiği.....	76
Şekil 6.12. 0,6 MPa basınçtaki MgO takviyeli karışımların log kayma hızı- log viskozite grafiği.....	77
Şekil 6.13. 1 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların log kayma hızı- log viskozite grafiği.....	77
Şekil 6.14. Dört farklı besleme stoğu ve granül halindeki besleme stoğu.....	81
Şekil 6.15. Eksik dolum, çapaklanma ve tam dolum.....	83
Şekil 6.16. Ham çekme numuneleri ve sinterlenmiş çekme numuneleri.....	87
Şekil 6.17. Ham eğme numuneleri ve sinterlenmiş eğme numuneleri	87
Şekil 6.18. Küçük çekme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerindeki sinterleme işlemine göre ortalama çekme mukavemetleri..	89
Şekil 6.19. Büyük çekme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerindeki sinterleme işlemine göre ortalama çekme mukavemetleri..	89
Şekil 6.20. Eğme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerindeki sinterleme işlemine göre ortalama çekme mukavemetleri..	92
Şekil 6.21. Numunelerdeki boyutsal daralma	97

Şekil	Sayfa
Şekil 6.22. Ham ve bağlayıcısı giderilmiş numuneler	98
Şekil 6.23. %53 alümina+ %47 bağlayıcıya sahip çekme numunesi kırılma yüzeyleri.....	99
Şekil 6.24. Kütlece %1 MgO takviyeli çekme numunelerinin kırılma yüzeyleri	100
Şekil 6.25. %53 alümina+ %47 bağlayıcıya sahip eğme numunesi kırılma yüzeyleri.....	101

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simgeler	Açıklama
A_s/V	Yüzey alanı/hacim
L/W	Boy/genişlik
m	Erime davranış indeksi
Q	Hacimsel debi, [mm ³ /s]
t	Süre
η	Viskozite
$1/\eta$	Akıcılık
Kısaltmalar	Açıklama
EAI	Erime akış indeksi
EVA	Etilen vinil asetat
HEC	Hidroksilen selüloz
PVA	Polivinil alkol
PVB	Polivinil butüral

1. GİRİŞ

Toz enjeksiyon kalıplama (TEK), 1920’li yıllardan beri gelişmekte olan bir imalat yöntemidir. 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. TEK işlemi plastik enjeksiyon ve toz metalurjisinin birleşmesiyle ortaya çıkmıştır. 1979’lara gelindiğinde, uçakta kullanılan TEK ile üretilmiş vida tıkaçı ve niyobyum alaşımlı roket parçasının ödül alması gelişmeleri daha da hızlandırmıştır [1].

TEK işlemi, metal veya seramik tozlarından küçük ve karmaşık şekilli, işlenmesi zor parçaların üretimi için geliştirilmiş bir imalat metodudur. Metot toz metalurjisinin seri imalat için kullanılması olup bu yöntemle, 100 000’den fazla üretilen ve genellikle 100 gramdan küçük parçalar üretilmektedir. Parçaların yüzey ve boyut kaliteleri çok iyidir ve yoğunlukları %95’in üzerindedir. İşlem aşamaları; karıştırma, granülleme, enjeksiyon kalıplama, bağlayıcı ayrıştırma ve sinterlemeden oluşur. TEK, çok ince taneli metal ve seramik tozların, termoplastik bağlayıcılarla karıştırılması ve bu karışıma plastik enjeksiyon makinelerinde preslenerek şekil verme teknolojisidir. Bir başka ifadeyle TEK, alternatif yöntemlerle üretimin masraflı olacağı, küçük, karmaşık şekilli, kesin boyutlu ve hassas toleranslı, düzgün yüzeyli, işlenmesi güç ve fazla işlem gerektiren parçaları, uygun maliyette üretimi için toz işleme teknolojisidir [2].

İkinci Dünya Savaşından sonra gelişen teknolojiler, yoğunluğu düşük, fiziksel ve kimyasal ortamlarda dayanıklı, yüksek sıcaklıklarda da kullanılabilecek malzemelere olan ihtiyacı açığa çıkarmıştır. Bu ihtiyaca bağlı olarak, konvansiyonel metallerden daha yüksek sıcaklıklarda kullanılabilen sertlik ve aşınma direnci avantajına sahip seramik malzemeler önce çıkmıştır. İleri teknoloji ürünü seramikler, özellikle 20. yüzyılın sonlarına doğru geliştirilmiştir. Geleneksel seramiklerden hammadde,

üretim yöntemleri ve mikro yapısal açılardan farklılıklar gösterirler. Çok ince tozlardan üretilen bu seramikler üstün mekanik özelliklere sahiptirler [3].

Alümen kelimesi Romalıların kan durdurucu veya büzücü maddelere verdiği isim olup, 1786 yılında De Merveau, alüminyum oksite “alüminal” adını vermiştir. Bu kelime İngilizce’ye “alümina” olarak geçmiş ve günümüze kadar uzanan zaman diliminde ise aynen muhafaza edilmiştir [4]. Alümina ilk olarak 1887’de Dr. Karl. J. Bayer’in alüminat çözeltilerinin dekompozisyonunu ve 1892’de boksitlerin alümina içeriğinin sodyum hidroksit çözeltisi ile yüksek ısı ve basınçta çözünürleştirilmesini gerçekleştirilmesinden bu yana, dünya üzerinde alümina üretiminin %95 kadarı bu metotla yapılmaktadır. Bu prosesin uygulandığı ilk fabrika 1908 yılında Almanya’da kurulmuş ve çok hızla yaygınlaşmıştır [5].

Bugün dünyada büyük bir kullanım alanına sahip olan ileri mühendislik seramik malzemelerin başında mekanik, ısı, optik, elektrik, kimyasal ve nükleer özelliklerinden dolayı alümina ve alümina bazlı seramik malzemeler gelmektedir [6]. Mukavemet ve ergime sıcaklığının yüksek, elektrik iletkenliğinin düşük oluşu, alüminanın refrakterlerde, elektrik yalıtkanlarında, kesici uçlarda, ısı motorlarında, aşınmaya maruz parçalarda ve kompozit malzemelerde çok geniş kullanım alanı bulmasını sağlar [7]. Bunlara ek olarak alümina günümüzde elektronik endüstrisinde, zırh yapımında ve biomekanikte de kullanılmaktadır [8].

Coble’nin öncülüğü ile 1960 yıllarda başlatılan çalışmalardan; alüminanın şekillendirilmesinde MgO ilavesinin alüminadaki tane sınırı büyümesini bastırdığı bilinmekteydi. Bugün halen birçok araştırmacı MgO ilavesinin alüminanın tane büyümesini yavaşlatmadaki rolünü ve tane yapısı üzerindeki çeşitli mekanizmaları (ikinci faz, katı çözünme v.b) araştırmaktadır [9].

Bu çalışmada; ilk olarak alümina tozunun boyutunu küçültmek için öğütme işlemi yapılmıştır. Sonra ağırlıkça %65 PEG8000, %30 PP, %5 SA’dan oluşan polimer esaslı bağlayıcı sistemi ile alümina tozları karıştırılarak dört farklı oranda: hacimce %51 alümina+ %49 bağlayıcı, %53 alümina+ %47 bağlayıcı, %56 alümina+ %44

bağlayıcı ve %59 alümina+ %41 bağlayıcı karışımlarının kılcal reometre deneyleri sonucu kritik toz yükü hacimce %56 alümina olarak bulunmuş ve en iyi toz-bağlayıcı oranı hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcı olduğu tespit edilmiştir. Sonra hacimce %53 alüminadan ve %47 bağlayıcıdan oluşan (takviyesiz, ağırlıkça %0,5, %1, %1,5 oranlarında MgO içeren) dört farklı besleme stoğu oluşturulup reolojik özellikler incelenmiştir. Daha sonra oluşturulan besleme stokları granül hale getirilmiştir. Granül halindeki karışımlardan enjeksiyonda çekme ve eğme deneyi numuneleri üretilmiştir. Üretilen numuneler bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemlerine tabi tutulduktan sonra mekanik ve morfolojik özellikleri incelenmiştir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Yapılan literatür araştırmasında alüminanın TEK ile şekillendirilmesinde pek çok çalışmanın mevcut olduğu görülmüştür. Fakat MgO takviyeli alüminanın TEK ile yapılmış çalışmaları sınırlı sayıdadır. Her ne kadar bu tez çalışması kapsamına MgO takviyeli alüminanın diğer şekillendirme yöntemleriyle (slip döküm, sıcak presleme, izostatik presleme v.b.) yapılmış çalışmaları girmese de, yapılacak deneysel çalışmalara yol göstermesi açısından değinilecektir. Genel anlamda TEK ile şekillendirilmiş alüminanın literatürdeki çalışmaları şu şekildedir:

Hwang ve arkadaşları alüminanın enjeksiyon kalıplamasında kullandıkları bağlayıcı sistemine (PP/PW/SA) Mg-bileşikleri (Mg-stearat, Mg-asetat, Mg-karbonat ve Mg-nitrat) katarak sinterleme sonrası mekanik özellikleri incelemişlerdir [10]. Alüminaya MgO takviyesi anormal tane büyümesini bastırdığı ve sinterleme sonrası mekanik özellikleri iyileştirdiği görüşü bilinmektedir. Yazarlar bu çalışmalarında MgO'nun alümina içerisindeki katı çözünürlüğünü artırmak için Mg-stearat ve Mg-asetat'ı karıştırma sırasında besleme stoğuna katarak numuneler üretmişler; daha sonra bu numunelere heptanda 60 °C'de 3 saat bağlayıcı giderme ve 1650 °C'de 3 saat sinterleme işlemi uygulamışlardır. Sinterleme sonunda Mg-stearat katılarak elde edilen numunelerde %96 teorik yoğunlukla en iyi değer ulaşılmıştır. Yapılan SEM incelemelerinde Mg-stearatın homojen bir MgO dağılımı sağladığı görülmüştür.

Vielma ve arkadaşları alüminanın enjeksiyon kalıplanmasında polimer-mum esaslı bağlayıcı sistemi (HDPE/PW/SA) kullanarak ürettikleri numunelerin 1600 °C'deki sinterleme işlemi esnasında farklı bekleme sürelerinin yoğunluğa etkisini ve yapı üzerindeki morfolojik etkilerini araştırmışlardır [11]. Yapılan reoloji deneyleri sonucunda en ideal oran hacimce %58 alümina-%42 bağlayıcı olarak kabul edilip besleme stoğu oluşturulmuştur. Sonra enjeksiyonda üç noktadan eğme numuneleri üretilip numunelere heptanda 60 °C'de 5 saat bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Daha sonra numunelere 1600 °C'de sırasıyla 2, 4, 6 ve 8 saat sinterleme işlemi uygulanmıştır. En yüksek yoğunluk değerine (%99,6 teorik) ve en düzgün tane yapısına 1600 °C'de 2 saatte yapılan sinterleme işlemi ile ulaşılmıştır.

Yang ve arkadaşları PEG esaslı bağlayıcı sistemli alümina besleme stoğunda, PEG'in molekül ağırlıklarının reoloji üzerine etkilerini incelemişlerdir [12]. Bu çalışmada 0,6 µm alümina tozu ve bağlayıcı olarak yüzde ağırlıkça PEG:PE:SA=65:30:5 kullanılmıştır. Bağlayıcı sistemi içerisindeki PEG değiştirilerek (PEG1K, PEG1.5K, PEG4K ve PEG20K) ile hacimce %55 alümina-%45 bağlayıcıdan oluşan dört farklı besleme stoğu oluşturulmuştur. Yapılan incelemeler sonunda PEG'in molekül sayısı arttıkça karışımın viskozitesinin arttığı buna ek olarak yüksek kayma ve kesme gerilmesi oluşturduğu ortaya çıkmıştır. Ayrıca PEG' in molekül sayısı arttıkça aktivasyon enerjisi azalmakta ve viskozite artmaktadır. PEG'in molekül sayısının düşük olması karışımda daha iyi akış sağladığı sonucuna varılmıştır. PEG20K en düşük akış değerine sahip olması ve bütün çalışma sıcaklıklarında ve besleme stoklarında psedo-plastik özellik gösterdiği ve viskozitesinin 103 Pa.s'den küçük olduğu sonucuna varılmıştır. PEG20K'nın diğer PEG'lere göre adhezyonunun büyük olmasının daha iyi akış kararlılığı sağladığı belirtilmiştir.

Oliveira ve arkadaşları çözücü ile bağlayıcı gidermede sıcaklık ve yüzey alanı/hacim (A_s/V) oranının etkilerini araştırmışlardır [13]. Çalışmada, farklı A_s/V oranlarında; 0,8µm ortalama toz boyutlu alümina ile (PP/PW/SA) oluşan bağlayıcı sistemini kullanarak hacimce %60 alümina+ %40 bağlayıcıdan oluşan besleme stoğu hazırlanmıştır. Enjeksiyon kalıplama ile oluşturulan numuneler 20, 40 ve 60 °C sıcaklıkta hekzan çözeltisi içerisinde çözündürülerek bağlayıcı giderme işlemleri yapılmış, kütle kaybının zamanla değişimi incelenmiştir. Kütle kaybının, A_s/V oranını ve sıcaklığın artması ile arttığı görülmüştür. Sıcaklığın artması ile bağlayıcı giderme hızı da artmaktadır. Bağlayıcı giderme zamanı ve parça kalitesi endüstriyel maliyetlerle doğrudan ilgilidir. Bağlayıcı giderme işlemini optimize ederek diğer proseslerdeki hataların minimize edilebileceği sonucuna varılmıştır.

Wei ve arkadaşları alümina esaslı besleme stoğu kullanarak TEK yöntemiyle üretilmiş numunelere basınç parametrelerinin etkilerini araştırmışlardır [14]. Bu çalışmada 0,4 µm boyutta alümina tozu ve bağlayıcı olarak yüzde ağırlıkça PW:PP:SA=70:25:5 kullanılmıştır. Yapılan reoloji çalışmaları sonucu en ideal oran hacimce %56,6 alümina+ %43,4 bağlayıcı olarak kabul edilip besleme stoğu

oluşturulmuştur. Daha sonra farklı basınç değerlerinde kalıplanan numunelere heptanda 60 °C’de 2,5 saat bağlayıcı giderme ve 1580 °C’de 1 saat sinterleme işlemi uygulamışlar. Yüksek basınç ve uzun bekleme süresi sonunda kalıp içerisindeki kütlenin arttığı ve ham parçalarda yüzeyde meydana gelen çöküntülerin azaldığı görülmüştür. Sinterleme sonunda %97,98 teorik yoğunluğa, 390 MPa eğme mukavemetine ulaşıldığı görülmüştür. Ancak yüksek basma basıncı ve düşük basma basıncı ile kalıplanan numunelerin sinterleme sonrası mekanik özellikleri açısından birbirlerinden çok farklı olmadığı görülmüştür.

Loebbecke ve arkadaşları alümina esaslı besleme stoğu kullanılarak düşük basınçlı enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş numunelerin reolojik özelliklerini araştırmışlardır [15]. Yazarlar bu çalışmada ortalama boyutu 1,3 µm (MR52) ve ortalama boyutu 0,54 µm (RC-SP) olan iki farklı alümina tozu ile LP65 ve Brij 72 kodlu iki farklı ticari bağlayıcı sistemini kullanarak dört farklı besleme stoğu oluşturmuşlardır. Bu dört farklı besleme stoğunun reolojik özelliklerini inceleyerek kritik yükleme oranlarını bulmuşlardır. Sonra 90 °C’de 0,1 MPa basınçla kalıplama yaparak besleme stoklarının akıcılıklarını araştırmışlardır. Daha sonra besleme stokları için uygun olan bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemini gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada, LP65 ticari bağlayıcı sistemli besleme stokları daha iyi kalıplanma özelliği gösterirken Brij 72 ticari bağlayıcı sistemli besleme stokları diğerlerinden farklı psedo plastik davranış sergilediği sonucuna varılmıştır.

H. Bakan ve M. Güneş alümina esaslı gelişmiş suda çözünabilen besleme stoğu kullanılarak düşük basınçlı enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş numunelerin kalıplanabilirliklerini ve reolojik özelliklerini araştırmışlardır [16]. Yazarlar bu çalışmada 0,4 µm boyutta alümina tozu ve bağlayıcı sistemi olarak Poly (2-etilen-2-okzalin), LDPE ve SA kullanmışlardır. Yapılan reoloji deneyleri sonucunda kritik yükleme oranı hacimce %54 alümina+ %46 bağlayıcı olarak belirlenmiş, ancak besleme stoğu %54 alümina değerinden %2-5 daha aşağıda bir değerde oluşturulmuştur. Ayrıca kullanılan bağlayıcı sistemi kusursuz kalıplanabilme özelliği ve suda çok hızlı çözünbilme özelliği göstermiştir. Enjeksiyonda kalıplama işleminden sonra numuneler 60 °C suda 6 saat bağlayıcı giderme ve 1550 °C’de 1

saat sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Kullanılan gelişmiş bağlayıcı sisteminin geleneksel olanlara göre çok hızlı bir şekilde ayrışmasının üretim döngüsünde çok avantaj sağladığı sonucuna varılmıştır.

İ. Yücel TEK ile üretilmiş alüminanın mekanik özelliklerini araştırmıştır [17]. Bu çalışmada alümina tozu ve bağlayıcı olarak yüzde ağırlıkça PEG4000:PE:SA=65:30:5 kullanılmıştır. Yapılan reoloji çalışmaları sonucunda en ideal oranın hacimce %55 alümina+ %45 bağlayıcı olduğu tespit edilerek besleme stoğu oluşturulmuştur. Enjeksiyon makinesinde kalıplanan çekme ve eğme test numunelerine bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Farklı sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde en iyi mekanik özellikler 1800 °C’de elde edilmiştir.

M. Trunec ve J. Cihlar enjeksiyonda kalıplanmış parçalardaki bağlayıcıyı giderme esnasında gaz akış hızını ve basıncı kontrol ederek parçanın kütle kaybındaki değişiklikleri kaydedecek şekilde bir deney düzeneği tasarlamışlardır [18]. Isıl bağlayıcı giderme işlemi, enjeksiyonda kalıplanmış alümina tozları, EVA ve PW karışımı numuneler için farklı atmosferlerde (hava, azot, oksijen, CO₂ ve vakum) uygulanmıştır. Azot atmosferinde sıcaklık saatte 10 °C artırılarak bağlayıcılar uzaklaştırılmış ve kusursuz numuneler elde edilmiştir. 0-800 cm³/dk’lık azot debilerindeki kütle kayıplarında çok belirgin farklar gözlemlenmiştir. Numuneler 200 cm³/dk’dan daha hızlı bağlayıcı giderme döngüsüne tabi tutulduğunda yüzeyde çatlaklar meydana gelmiştir. CO₂ atmosferi içindeki bağlayıcı giderme işlemi azot atmosferine benzer sonuçlar vermiştir. Ancak bağlayıcı giderildikten sonra yapı parlaktır. Bu durum, hava ve oksijen atmosferi içerisinde de aynıdır. Azot atmosferinden geçirildikten sonra numuneler siyah-gridir, vakumdan sonra ise gridir. Daha yüksek sıcaklıklarda (>400 °C) CO₂ atmosferi içinde gaz üretime neden olan bağlayıcı atıkları karbon yanmasına neden olmuştur. Enjeksiyonla kalıplanmış numuneler oksijen atmosferinde ısıl bağlayıcı giderme işlemine tabi tutulduğunda kusursuz parça üretme olanağı olmamıştır. Oksitlenme, numunelerin yüzeyinde bozulma ile uçucu olmayan bir tabaka oluşturmuştur. Bu ise düşük molekül ağırlıklı parçaların yayılım akışını yavaşlatmış ve numune merkezinden yüzeye doğru bir bozulma meydana gelmiştir. Numune içinde oluşan bozulmaya, düşük molekül

ağırlıklı parçaların kaynamasının yol açtığı gaz üretimi sebep olmuştur. Azot ve CO₂ atmosferi ile bağlayıcı giderme işleminde kusursuz çekme numuneleri elde edilmiştir. Azot debisinin kütle kaybına belirgin bir etkisinin olmadığı görülmüştür.

Krauss ve arkadaşları alümina ve PEG içeren besleme stoğundan enjeksiyon kalıplamayla üretilmiş numunelerde oda sıcaklığında suda bağlayıcı giderme esnasında meydana gelen bozuklukları gidermek için matematiksel model geliştirmişlerdir [19]. Bu çalışmada en ideal oran hacimce %55 alümina-%45 bağlayıcı kabul edilmiş ve bağlayıcı sistemi PEG/PVB/SA'dan oluşturulmuştur. Üretilen besleme stoğundan, enjeksiyonda 175 °C'de 60 MPa basınçta numune parçalar üretmişler ve üretilen parçalar oda sıcaklığında, belirli karıştırma devri ve belirli bekleme süreleri ile suda bağlayıcı giderme işlemine tabi tutulmuştur. Bağlayıcısı giderilen numunelerin kütle kaybı hesabı için, civalı gözenek ölçer vasıtasıyla gözenek miktarı ölçümü ve yüzeyde oluşan çökmeleri analiz edilerek bir matematiksel model geliştirilmiştir.

Yang ve arkadaşları enjeksiyonla kalıplanmış seramik parçaların kısa bağlayıcı giderme döngüsünden dolayı endüstride yaygın olduğunu fakat çözücü bağlayıcı giderme için kullanılan organik çözücüler yanıcı, kanser yapıcı ve çevreye zararlı olduğundan yola çıkarak bu çözücüler yerine suda çözülen PEG bağlayıcıları kullanmışlardır [20]. Bu çalışmada hacimce %55 alümina+ %45 bağlayıcı kullanılmıştır. Kullanılan bağlayıcı sistemi ağırlıkça PEG4000:PE:SA=65:30:5 dir. Enjeksiyonla elde edilen deney numunelerindeki bağlayıcılar 30-50 °C'de sıcaklıkta su içinde çözülerek giderilmiştir. PEG uzaklaşma oranını ölçmek için numunelere farklı sürelerde (5 dk- 8 saat) bağlayıcı giderme işlemi uygulanmış ve numuneler 40 °C'de 48 saat süreyle kurutulmuşlardır. Numunelerin boy değişimi dilatometre ile ölçülmüştür. Çözücü bağlayıcı giderme sırasında günlük yapı değişimi analiz edilmiştir. Civalı gözenek ölçer kullanılarak farklı çözücü bağlayıcı giderme aşamalarında gözenek büyüklük dağılımı belirlenmiştir. SEM çalışmaları ile farklı sürelerde bağlayıcı uzaklaştırma işleminin numune yüzeyine etkileri incelenmiştir. Bağlayıcı giderme işlemi 2 ve 3 saat süre ile uygulandığında gözenek büyüklüğü ve gözenek hacmi artırmıştır.

Wong ve arkadaşları enjeksiyon kalıplanmış SiC takviyeli alüminanın aşınma özelliklerini incelemişlerdir [21]. Bu çalışmada ağırlıkça %85 alümina, %10 PS, %1,7 SA ve %3,3 yağlayıcıdan oluşan besleme stoğuna SiC takviyesi (takviyesiz, hacimce %5, %15, %30) yapılarak dört farklı besleme stoğu oluşturulmuştur. Hazırlanan besleme stoklarıyla enjeksiyonda üretilen numuneler aşınma testine tabi tutulmuş ve SEM analizleri yapılmıştır. En iyi sonuçlar hacimce %30 SiC takviyeli numunede elde edilmiştir.

Mannschatz ve arkadaşları enjeksiyon kalıplanmış ham parça üzerindeki kalıplama esnasında kayma gerilmesinden dolayı oluşan toz-bağlayıcı ayrışmasının nedenleri üzerine araştırma yapmışlardır [22]. Bu çalışmada 0,8 µm alümina ve ağırlıkça %7 sertleştirilmiş 0,02 µm boyutta alümina-zirkonyadan oluşan iki farklı toz kullanılmıştır. Ayrıca EK583 kodlu PE ve PEG içerikli ticari bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Alümina tozu ve EK583 ile hacimce %55,6-%56,7-%59,7 alümina yükleme oranları ile üç farklı besleme stoğu oluşturulmuştur. Alümina-zirkonya tozu ve EK583 ile de, hacimce %55,7-%57-%60,5 alümina-zirkonya yükleme oranına sahip üç farklı besleme stoğuyla toplam altı farklı besleme stoğu oluşturulmuştur. Bu altı besleme stoğuyla üretilen parçaların mikroskopik ortamda eş zamanlı yayılmış argon iyonları vasıtasıyla yapıya zarar vermeden toz-bağlayıcı ayrışması incelenmiştir. Artırılan katı yükleme miktarı ve düşürülen aşırı bağlayıcı miktarı, toz-bağlayıcı ayrışmasının önüne geçtiği belirlenmiştir.

M. Trunec ve J. Cihlar çok bileşenli bağlayıcı kullanılarak enjeksiyonda kalıplanmış alümina parçaların ısıtma işlemi esnasında yaşanan şekil ve boyutsal değişikliklerini araştırmışlardır [23]. Bu çalışmada 0,57 µm boyutta alümina tozu ve bağlayıcı olarak yüzde ağırlıkça EVA:PW:SA=50:34:16 kullanılmıştır. Hacimce %60 alümina+ %40 bağlayıcıdan besleme stoğu oluşturulmuştur. Sonra enjeksiyonda 42 mm çapında 2,1 mm et kalınlığında silindir şeklinde, 5,9 mm çapında 60 mm uzunluğunda silindir şeklinde ve 15 mm çapında küre şeklinde olmak üzere üç farklı parça kalıplanmıştır. Daha sonra farklı debi, farklı son sıcaklık ve farklı ısıtma hızlarında azot gazı altında bağlayıcı giderme işlemi yapılarak parçaların bağlayıcı kütle kayıpları, boyutsal değişiklikler ve gözeneklilik karşılaştırılmıştır.

Karşılaştırmalar sonucunda aktive olmuş karbonun düşük molekül ağırlıklı bağlayıcı sistemlerinin ayrışma hızını artırdığı ve bundan dolayı gözenekliliğin arttığı görülmüştür. Bunların doğal sonucu olarak parçalarda boyutsal değişim ve homojen olmayan yapılar gerçekleşmiştir. Bu etkilerden sakınmanın yolunun, parçanın şekline ve boyutuna uygun ısıtma hızı ve ısıtma hızı optimize edilmesi olduğu belirtilmiştir.

Wei ve arkadaşları enjeksiyon kalıplama işleminin besleme stoğu hazırlama aşamasında alümina içerisine katılan bağlayıcıların karışıma eklenme ve karıştırma sırasının kopma gerilmesi ve sinterlemeye etkisini incelemişlerdir [24]. İki farklı besleme stoğunda da aynı bağlayıcı sistemi (yüzde ağırlıkça PW:PP:SA=70:25:5) kullanılmış fakat karışıma eklenme zamanları değiştirilmiştir. İlk hazırlanan karışımda alümina içerisine önce SA daha sonra PW ve PP katılarak besleme stoğu oluşturulmuştur. İkinci karışımda ise alümina içerisine PP eklenmiş ve karıştırılmış, daha sonra SA ve PW katılarak besleme stoğu oluşturulmuştur. Her iki karışımdan ayrı ayrı numuneler basılmış ve 1550 °C'de 1 saat sinterlenmiştir. Sinterleme sonunda birinci karışımda %98,6, ikincisinde ise %98,2 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Kopma mukavemetleri, birinci karışımda 307 MPa, ikinci karışımda ise 375 MPa olarak ölçülmüştür.

Say ve arkadaşları alümina parçaların sinterleme sonrası yoğunluklarının optimizasyonu üzerine araştırma yapmışlardır [25]. Sinterleme süresi, sinterleme sıcaklığı, ısıtma hızı ve değişik bağlayıcı sistemlerinin alümina parçalarının sinterleme sonrası yoğunluklarına etkisini istatistiksel metotlar kullanarak modellemişlerdir. Bu çalışmada geleneksel bağlayıcı sistemi olan PVA/PEG400 (daha küresel halde granül olmuş şekliyle) ve PEG20000, PEG20000/HEC'den oluşan üç farklı bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Bütün bağlayıcı sistemleri ile elde edilen karışımlardan numuneler üretilerek 1600 °C, 1650 °C ve 1700 °C sıcaklıklarda, 0,5, 4, 8 saat bekleme zamanlarında ve 300 ile 600 °C/saat sıcaklık artış hızlarında deneyler yapılmıştır. Bu deney sonuçları istatistiksel metotlarla değerlendirilmiştir. Bu istatistikler sonunda PEG20000 bağlayıcılı besleme stoğundan yapılan numunelerde %87,5 yoğunluğa, PEG20000/HEC bağlayıcılı

sistemde %88,1 yoğunluğa ve PVA/PEG400 bağlayıcılı sistemde %90,3 yoğunluğa ulaşılmıştır. SEM’de yapılan incelemelerde PVA/PEG400 bağlayıcı sistemli karışım diğer sistemlere göre daha küresel morfolojide olduğundan dolayı sinterleme sonunda yoğunlukların daha yüksek olduğu belirlenmiştir. 1600 °C sıcaklık, 600°C/saat sıcaklık artış hızı ve 8 saat bekleme süresinde en iyi sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca bu çalışmada kullanılan HEC/PEG bağlayıcı sisteminin alümina parçalara hiçbir faydası olmadığı sonucuna varılmıştır.

Genel anlamda MgO takviyeli alüminanın diğer şekillendirme yöntemleri ile yapılan çalışmaları şu şekildedir:

C. Park ve D. Yoon alüminadaki anormal tane sınırı büyümesinde anortit ve MgO ilavesinin etkilerini araştırmışlardır [26]. Bu çalışmada farklı oranlarda anortit ve MgO oluşan karışımlar hazırlanıp izostatik presleme yöntemiyle numuneler üretilip, farklı sıcaklık ve sürelerde sinterleme işlemi yapılmıştır. Optik mikroskop ve SEM’de yapılan incelemeler, anortit ilaveli numunelerin MgO ilaveli numunelere yakın özellikler göstermesine rağmen ara yüzeyinde engebeler (tepe, çukur, v.b) bulunması ve yapıdaki boşluklar yönünden MgO ilaveli numunelere nazaran zayıf kaldığını göstermiştir. Ayrıca MgO ilaveli numunelerin serbest enerji salınımını da azalttığı gözlemlenmiştir. Tüm numuneler için sinterleme sıcaklığı ve süresi arttığı zaman tane sınırı büyümesi görülmüştür.

Chang ve arkadaşları sıcak preslenmiş nano boyuttaki alümina tozlarının mekanik özelliklerini ve MgO ilavesi yaparak optimum sinterleme şartlarını araştırmışlardır [27]. Bu çalışmada gama alümina tozları 1300 °C’de 8 dakika ısıtılarak alfa alümina tozlarına dönüştürülüp sonra ağırlıkça %0,05-2 farklı oranlarda MgO ilavesi yaparak karışımlar elde edilmiştir. Bu karışımlar, 1250 °C ve 1450 °C’de 60 MPa basınçta sıcak preslenerek, farklı MgO içeriğine sahip numuneler üretilmiştir. Mekanik özellik (çekme mukavemeti, sertlik) açısından ağırlıkça %0,1 MgO ilaveli numuneler en iyi değerleri vermiştir.

Heraiz ve arkadaşları kaolen ve alümina karışımına MgO ilavesinin etkileri ve sinterleme esnasında mullit dağılımının parametrelerini araştırmışlardır [28]. Mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), alümina ve silika içeren tüm seramik ürünlerde normal atmosfer basıncı altında oda sıcaklığından yüksek sıcaklıklara çıkıldığında oluşan tek kararlı fazdır. Refrakter ve porselen ürünlerde özellikle istenilen bir fazdır. Bu çalışmada ağırlıkça farklı oranlarda alümina ve kaolen karışımlarına ağırlıkça yüzde 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 oranlarında MgO ilavesi yaparak hazırladıkları karışımlarından tek eksenli presleme işlemi ile numuneler üretilmiştir. Daha sonra bu numuneler farklı sıcaklık (1500-1550-1600-1650 °C) ve sürelerde (2-4-6-8 saat) sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Ağırlıkça %1 oranında MgO ilavesi olan numuneden, tüm sinterleme sıcaklık ve tüm sinterleme sürelerinde en yüksek yoğunluk değeri ve en iyi tane yapısı özelliği elde edilmiştir. Yüksek miktarlarda MgO ilavesinde, yüksek sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemi düşük yoğunluğa sebep olurken, düşük sıcaklıklardaki sinterleme işleminin yüksek yoğunluğa sebep olduğu belirtilmiştir.

H. Zeming ve J. Ma alüminanın sinterleme esnasında tane büyümesinin yoğunlaşma mekanizması üzerine etkisini modelleme yapmışlardır [29]. Bu çalışmada %99,9 saflıkta 0,9 µm ve 7,0 µm boyutlarında alfa-alümina tozları kullanılmıştır. Tozlarla 200 MPa basınçta kuru presleme yöntemiyle numuneler elde edilmiştir. Sinterleme işleminde 600 °C'ye kadar 2 °C/dk hız ile çıkılmış daha sonra sinterleme sıcaklığına kadar 15 °C/dk hız ile çıkılarak sinterlenme tamamlanmıştır. 0,9 µm tozlardan oluşan numuneler 1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıkta, 7 µm tane boyutundaki tozlar ise 1600, 1650 ve 1700 °C sıcaklıkta sinterlenmiş ve 20 °C/dk hızla oda sıcaklığına soğutulmuştur. 0,9 µm boyutlu alüminalarla %80'lerde teorik yoğunluğa, 7 µm alüminalarla ise %70'lerde teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Tane boyutu büyük olan alüminaların sinterlemesinde tane sınırı difüzyonu mekanizmasının meydana geldiği, tane boyutu küçük olan alüminalarda ise yüzey enerjisi reaksiyonlarının meydana geldiği belirtilmiştir. Tane sınırı difüzyonu tane büyümesine yol açmaktadır. Yoğunlaşma için gerekli aktivasyon enerjileri ince tanelilerde 342 kJ/mol, kaba tanelilerde 384 kJ/mol olarak hesaplanmıştır.

3. SERAMİK MALZEMELER VE ŞEKİLLENDİRİLMESİ

Seramik, büyük oranda inorganik, metal olmayan malzemelerden oluşan katı parçaların yapım sanatı ve bilimi olarak tarif edilmektedir. Bu tarife çanak-çömlek, porselen, refrakter, yapı malzemeleri, aşındırıcılar, porselen, emaye, çimento ve camın yanı sıra metal olmayan manyetik malzemeler, piezoelektrik malzemeler ve son yıllarda geliştirilen mühendislik seramikleri de girmektedir.

Seramik kelimesi, Yunanca, pişirilmiş eşya anlamına gelen “keramos” kelimesinden gelmektedir. Önceleri toprak eşya anlamında kullanılmakta iken bugün üretim yöntemlerinin ve hammaddelerinin geliştirilmesi sonucu yukarıdaki malzemeleri de kapsayan daha geniş bir anlam kazanmıştır. Günümüzde seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir.

- Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık
- Kimyasal kararlılığın yüksek olması
- Çok sert olmaları
- Metallerden hafif olmaları (%40 mertebesine varan)
- Hammadde olarak bol miktarda ve genellikle metallere kıyasla ucuz olması
- Pahalı ve stratejik metallere ihtiyaç göstermemesi
- Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları
- Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması
- Sürtünme katsayısının düşük olması
- Basma kuvvetinin yüksek olması

Tüm bu avantajlarına karşılık seramiklerin en istenmeyen özelliği ise gevrek olmalarıdır [5].

Seramik üretiminin geçmişi eski çağlara dayanmasına rağmen, seramik endüstrisindeki gelişmeler tarih boyunca devam etmiştir. Geleneksel seramikleri üretiminde gerek miktar ve gerekse satış açısından önemli bir hacim tutmakla beraber son çeyrek asırda yeni seramikler geliştirilmiştir ki bu seramiklerin önemi,

bir takım süper özelliklere sahip olmalarındandır. İşte bu seramikler, günümüzde “ileri teknoloji seramikleri” olarak tanınmaktadır [30].

3.1. İleri Teknoloji Seramikleri

İleri seramik malzemelerin önemi, sahip oldukları süper özelliklerden kaynaklanmaktadır. İleri seramikler geleneksel seramiklere göre yapılarının daha ince olması nedeniyle tercih edilmektedir. Geleneksel seramikler doğal hammaddelerden üretilirken, ileri seramiklerin hammaddeleri sentezleme yöntemiyle yapay olarak hazırlanmaktadır.

Yapay olarak hazırlanan hammaddeler istenmeyen maddelerden arındırılmış, saf halde ve istenen fiziksel özelliklerdedir. Yapay hammaddelerin üretiminde çoğu zaman ileri teknoloji yöntemleri kullanılmaktadır. İleri seramikleri geleneksel seramiklerden ayıran en önemli özellik, ince seramiklerin çok ince tozlardan üretilmeleridir. Günümüzde üretilen ileri seramiklerde, 1 mikronun altında tozlar kullanılmakta ve böylece tamamen yoğun seramikler üretilmektedir [30,31].

İleri teknoloji seramiklerin sınıflandırılması

İleri seramikler saf oksitlerden ve oksit olmayan seramiklerden oluşmaktadır. Bu genelleme aşağıdaki şekilde gruplandırılabilir:

1. Oksitler : Alümina (Al_2O_3), Magnezya (MgO), ZrO_2 , SiO_2 , TiO_2
2. Karbürler : SiC, ZrC, WC, B_4C
3. Nitrürler : Si_3N_4 , BN, AlN, TiN, ZrN
4. Sülfürler : MoS_2 , CdS, ZnS
5. Silisitler : Mo_2Si , WSi_2
6. Borürler : TiB_2 , ZrB_2
7. Diğerleri : Fosfürler (BP)

Oksit seramiklerin genel özellikleri

Seramik oksitler, yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya müsait metal veya metaloid elementlerin oksijenle yaptıkları bileşiklerdir. Birçok seramik oksitler iyonik bağlı olup, iyonik bağlı malzemelerin genel karakteristiklerine sahiptir. Bu özellikler, saydamlık, elektrik ve ısı iletimine direnç, diamanyetizma ve kimyasal kararlılıktır. Bu özelliklerin yanı sıra oksit seramikler, yüksek elastik modül ve sertlik, gevreklik, refrakterlik, düşük termal genleşme ve korozyona karşı direnç göstermektedirler. Oksit seramiklerin mekanik özellikleri mikro yapıya, gözenekliliğe, safsızlık miktarına ve bazı hallerde ısı geçişine, numunenin şekline ve yüzeyinin düzgünlüğüne bağlıdır.

Oksit olmayan seramiklerin genel özellikleri

İleri teknoloji malzemelerinin önemli bir bölümünü de bor kabür, silisyum nitrür, sialon, silisyum karbür gibi oksit olmayan seramikler teşkil etmektedir. Bu malzemelerden bor karbür, ülkemizin dünya bor rezervinin %70'ine sahip olması nedeniyle ayrı bir önem taşımaktadır. Diğer taraftan savunma, uzay ve havacılık sanayinin yanı sıra nükleer teknolojide kullanılan, grafit ile bu malzemenin türevi olan ve geleceğin malzemesi olarak tanımlanan karbon-karbon kompozitlerde yine oksit olmayan seramikler arasında yer almaktadır. Genel olarak bu malzemeler yüksek ergime sıcaklığı, yüksek sertlik ve düşük yoğunluğa sahiptirler [30].

3.2. Alümina

Alüminanın bilimsel keşfi geçen yüzyılla tarihlenir. Bununla birlikte, ticari olarak kullanımı, 1907 yılında yüksek alümina seramik üretimine ait bir patentle başlamıştır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı ise 1920'lerin sonu ile 1930'ların başlarına rastlar [30].

Alümina, yerkürede doğal olarak en fazla bulunan minerallerden olan boksit içinde bulunur. Dünya alümina üretiminin yaklaşık %92'si alüminyum metal üretiminde

kullanılırken, geriye kalan %8'lik kısım ise ısıya dirençli dolgu malzemeleri, pigment, katalist, refrakterler, aşındırıcılar ve seramik malzemelerin üretiminde kullanılırlar [32].

3.2.1. Alüminanın genel özellikleri

Alümina, kristaloğrafik olarak oksijen iyonlarının alüminyum iyonları tarafından sıkı hegzagonal olarak sarılması ile ifade edilebilir. Dış görünüş olarak beyaz bir tozudur. Ergime sıcaklığı 2050 °C, kaynama noktası ise 2080 °C, olan alümina yüksek sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden biridir. Alüminanın molekül ağırlığı 101,96 g/mol, reaktif indeksi ise 1,765, oluşum serbest enerjisi ise 1582,4 kJ/mol'dür. Alümina suda ve şayet iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hem de bazlarda çözünmezler. Alümina, HF'ye karşı da dayanıklıdır. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum peroksit saf alümina potalarda az tahribatla eritilebilir. 1700-1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C'ye kadar kullanılabilir [3].

3.2.2. Alümina çeşitleri

Alüminyum hidroksit

Alüminyum en bol bulunan metal ve en bol bulunan üçüncü element olmasına rağmen, alüminyum içeren maddelerin sadece bir kısmı (örneğin boksit) alüminyum hidroksit üretimi için kullanılmaktadır. Alüminyum hidroksit deyimini $Al(OH)_3$ kimyasal formülüne dayanmasına rağmen, alümina trihidrat (ATH) veya hidratlanmış alümina, $(Al_2O_3 \cdot 3H_2O)$ olarak da kullanılmıştır. Bu üç terim de literatürde geçmektedir. Alüminyum, anortit ($CaAl_2Si_2O_8$), alunite ($KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$) gibi kaynaklardan da üretilebilse bile, yapay olarak tüm alüminalar, alümina hidratlı cevher yani boksitten Bayer Prosesi ile üretilir [33].

Kalsine alüminalar

Kalsine alüminalar, soda içeriklerine ve toplam empüritelere göre üç ana gruba ayrılırlar. Normal sodalı ve düşük sodalı (termal reaktif) kalsine alüminalar Bayer Prosesi ile üretilirken, yüksek saflığa sahip alüminalar ise alüminyum esaslı tuzların parçalanmasıyla elde edilirler. Kalsinasyon normal olarak döner fırınlarda veya sabit kalsine edicilerde yapılır. Bazı topaklanmış alüminalar, nihai kristal boyutları ile eşit olması için öğütülürler. Alüminalardaki süper öğütme sonuçları, yüksek sinterleme karakteristiğinin ortaya çıkmasına sebep olur. Kalsine alüminalar, aşındırıcılarda, parlatmada, elektronik ve mekanik seramiklerde, camlarda, beyaz eşyada ve refrakterlerde olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Gelecekteki gelişmeler, mukavemet, daha üniform ve ince kristal boyutu, alfa yayıcı partiküllerin uzaklaştırılması ve daha düşük empürite değerleri üzerinde yoğunlaşacaktır [33].

Yüksek saflıkta alümina

%99,9'luk yüksek saflıklı alüminalar Bayer hidratından üretilmektedir. %99,99 saflıktaki alümina üretimi için birçok metot bulunmaktadır. Bunlar çoğunlukla yeniden kristallendirilmiş alüminyum tuzlarının (sülfatlar, koritler, nitratlar) veya alüminyum metalinin yüksek saflıktaki formlarının parçalanmasıyla elde edilmektedir. Yaygın bir metot, öncelikle Bayer hidratının sülfürik asit içerisinde çözündürülmesiyle alüminyum sülfatın hazırlanması şeklinde uygulanmaktadır. Sülfat sonra susuz amonya ile reaksiyona sokularak, saf yeniden kristallendirilmiş amonyum alum elde edilmektedir. Kalsine edildiğinde, %99,99 saflıkta ve ince kristalli alümina elde edilmektedir. Partikül morfolojisi ve topaklanma Bayer alüminalarından farklıdır. Kalsinasyon zamanı ve sıcaklık, çeşitli yüzey alanlı alüminaların üretimi için değiştirilebilmektedir [34].

Kesme (Tabular) alümina

Tabular (kesme) alümina çok yüksek saflıkta alüminyum oksittir ve alüminanın 1700-1850 °C'lere ısıtılmak suretiyle korund durumuna getirilerek elde edilmektedir.

Tabular alümina çok serttir, kesiftir ve tablet gibi kristaller halindedir. Tabular alümina, iyi bir ısı geçirici, ısı şoklarına dayanıklı ve yüksek ısıda dielektrik gücüne sahip bir maddedir [35].

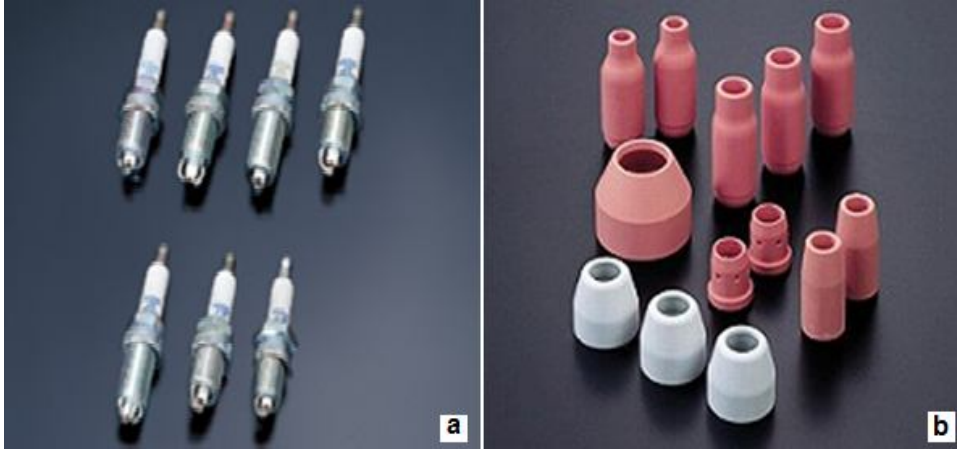
Ergimiş (Fused) alümina

Boksit veya alüminaların 2000 °C üzerine kadar elektrik ark fırınlarında ısıtılarak eritilip, bir haftadan daha fazla bir zaman diliminde soğutularak elde edilen alüminyum oksit ignotlarının kırılıp elenmesi ile elde edilir. Kahverengi, pembe, kırmızı, beyaz, olmak üzere değişik renklerde imal edilebilmektedir. Çok yüksek sertliğe ve mükemmel kimyasal kararlılığa sahiptir [36].

3.2.3. Alüminanın kullanım alanları

Alümina seramik alanındaki araştırma, geliştirme ve üretim teknolojisi yıllardır gelişmekte ve sonuç vermektedir. Malzeme maliyeti ve güvenilirliği, malzeme hacmi, kaybolmayacak lider pozisyonu alüminayı güvenilir bir şekilde üretmektedir. Alümina doğasındaki çeşitlilik ciddi şekilde kristal formuna, emprüte içeriğine ve partikül çapına bağlıdır. Kullanıma göre arzulanan fiziksel özellikler ayrıca birçok ticari alümina toz çeşitlerini uygun görmektedir.

Düşük sodalı tabular alüminalar buji imalatçıları tarafından en çok kullanılan alümina tipleridir. Alümina seramik dielektriklerin güç iletim servislerinde kullanım avantajları üstün elektriksel özellikler, yüksek mekanik mukavemet, çevresel değişimlerde üstün dayanım gibi özelliklerdir [37]. Şekil 3.1.a'da alümina seramikten yapılmış çeşitli otomotiv bujileri, Şekil 3.1.b'de ise alüminadan üretilmiş termal şoka dayanıklı kaynak makinesi uçları (nozzle) görülmektedir.

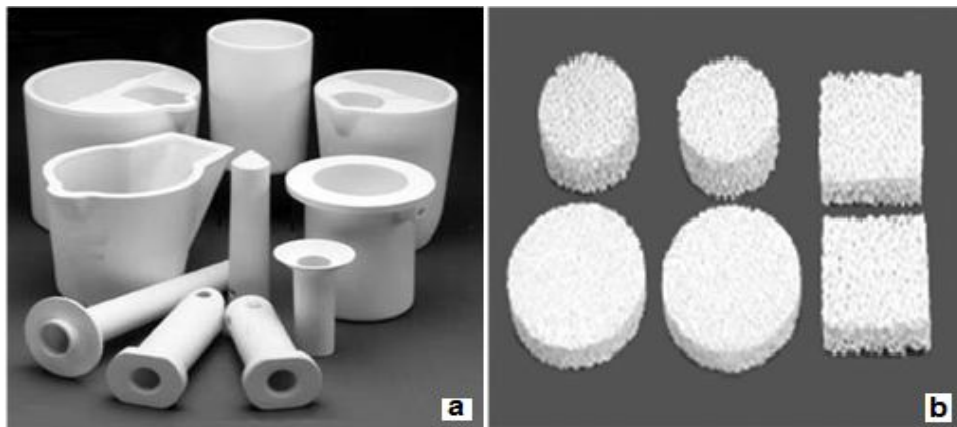


Şekil 3.1. a) Alümina bujiler [38] ve b) Alümina kaynak makinesi uçları [39]

Alümina, yüksek sıcaklıklarda ($>1800\text{ }^{\circ}\text{C}$) kullanılabilen saf refrakter oksitlerden birisidir. Alümina refrakterler,

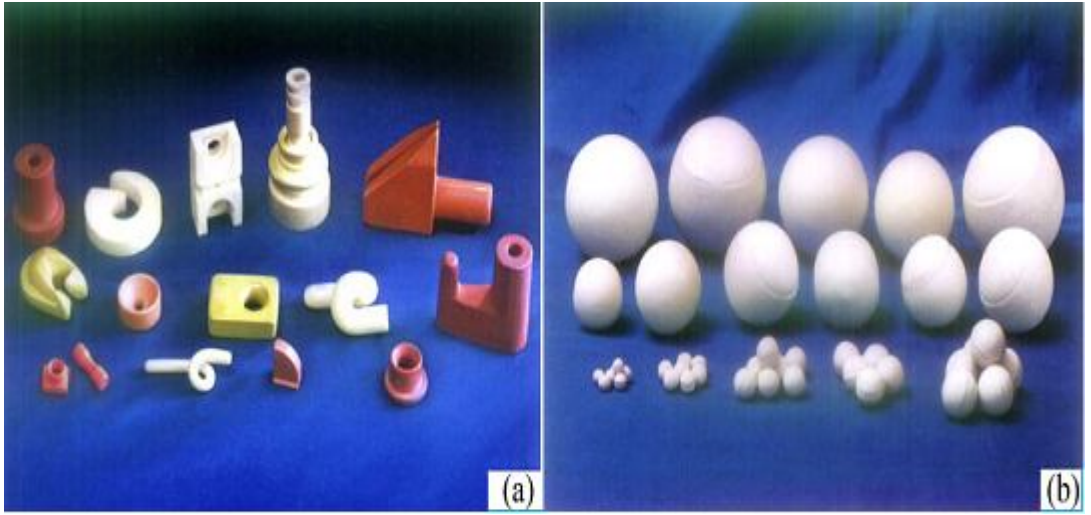
- Yüksek alüminalı,
- Fused döküm alümina refrakterleri,
- Mullit refrakterleri,
- Spinel ve alümina-kromit refrakterleri

olarak sınıflandırılırlar [37]. Metal ergitilmesinde kullanılan yüksek safiyetteki bazı alümina potalar Şekil 3.2.a'da, döküm filtresi olarak kullanılan alümina filtreler ise Şekil 3.2.b'de gösterilmiştir.



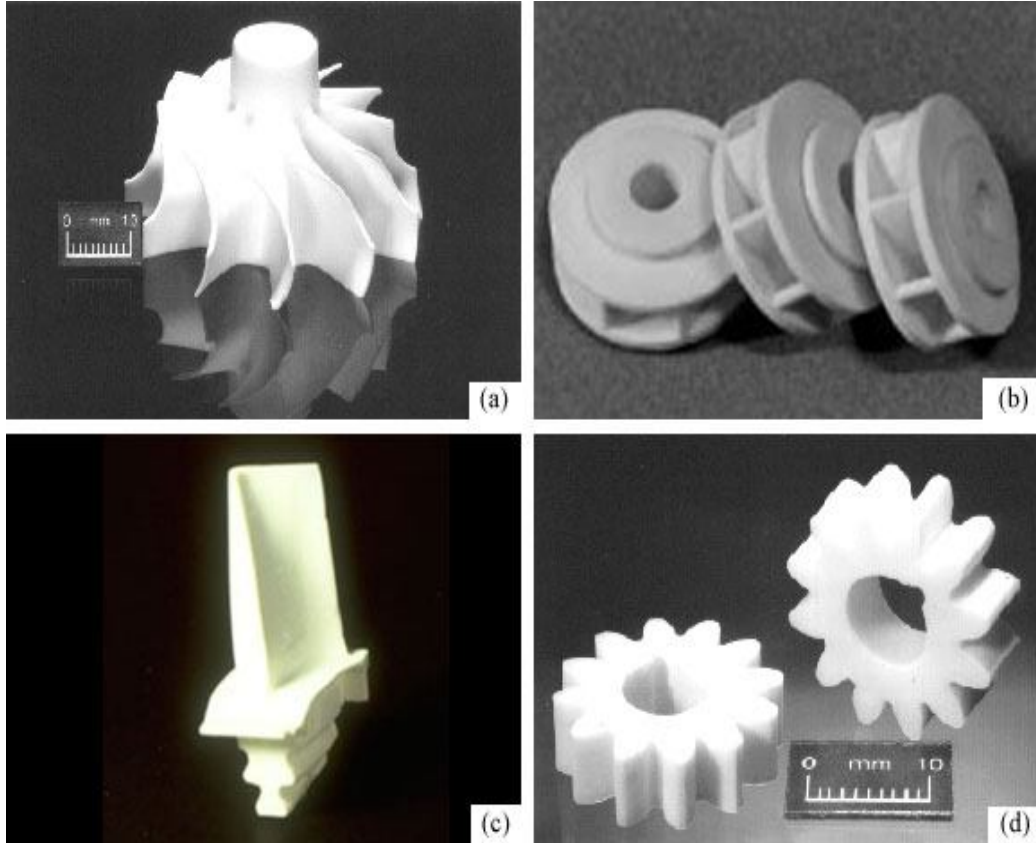
Şekil 3.2. a) Alümina metal ergitme potaları [37, 40] ve b) Alümina filtreler [41]

Aşındırıcı uygulamalarda en önemli özellik sertliktir. Sertlik, bünyenin sınırlandırılmış bir alanında konsantre olmuş dış mekanik güçlerin etkisi altındaki penetrasyona bünyenin yüzey katmanlarının direnci olarak tanımlanabilir. Alüminanın aşındırıcı uygulamaları oldukça fazladır. İnce gevşek taneli aşındırıcılar optik cilalama, ince öğütme ve camın cilalanmasında, kullanılır. Kaba taneli olanlar ise granit ve mermer kesilmesinde, yol kompozitleri gibi alanlarda kullanılır [37]. Tekstil sektöründe iplik aşındırmalarına karşı kullanılan alümina seramikler Şekil 3.3.a’da, öğütücülerde kullanılan alümina bilyalar ise Şekil 3.3.b’de gösterilmiştir.



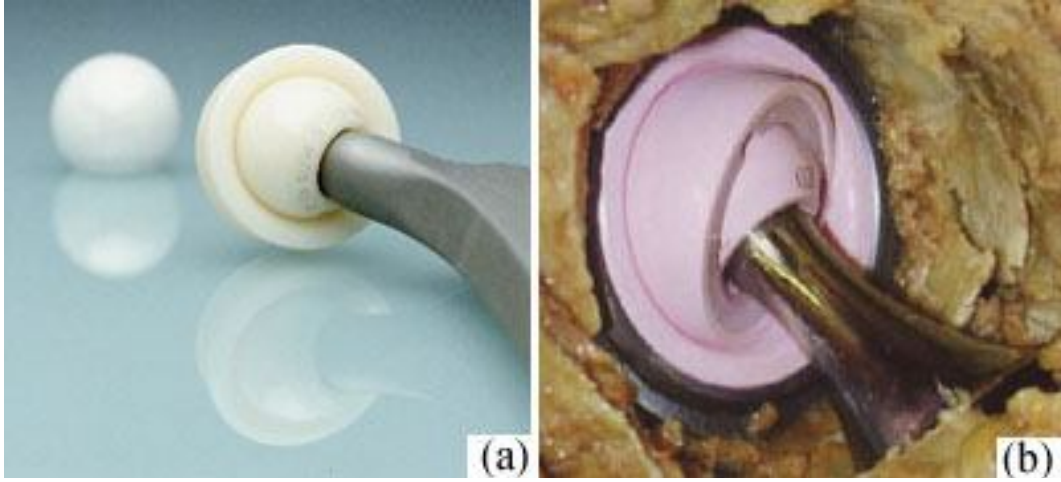
Şekil 3.3. a) Tekstil Sektöründe ve b) Öğütücülerde kullanılan alümina [37, 42]

Alümina; metaller, seramikler, camsı sırlar, emayeler ve kimyasal kaplamalar gibi diğer malzemelerde kaplama olarak uygulama alanı bulur. Kaplamanın birçok sebebi vardır. Bunlar dekorasyon, korozyonun önlenmesi, açık gözeneklerin (porların) kapatılması ve erozyona, aşınmaya, ısınmaya ve mekanik eylemlere karşı korumadır. Kaplamalar yüksek ısıli kullanımlarda, jet motorlarında ve roket motorlarında ilgi alanı bulmaktadır. İkinci Dünya Savaşıyla sinterlenmiş alüminalar havacılık sanayisinde ilgi çekici olmaya başlamıştır [37]. Şekil 3.4’de havacılık sanayisinde kullanılan yüksek mukavemetli çeşitli alümina seramikler gösterilmiştir.



Şekil 3.4. a) Turbo yükleyici şaft, b) Türbin, c) Türbin bıçağı, d) Dişli [37, 43]

Alümina seramiklerin tıbbi amaçlı uygulamaları son 10 yılda görülmektedir. Daha önceki ilgisizliğin nedeni seramik parçaların kırılgan karakteridir. Kemik plaka veya ortopedik kalça gibi parçalar kırılmaya karşı dirençli olmalıdır. Sonuçta metaller ve plastikler bu alanda egemen olmuşlardır. Ancak uygun poroziteye sahip alümina, hidroksiapatit, trikalsiyum fosfat gibi seramiklerde kemik dokusunun geliştirilmesi keşfinde yeni kullanımlar oluşturmuştur. Bunların en önemlisi olağan polimetilmetakrilat çimentoya ihtiyaç duymaksızın, gelişmekte olan kemiğin içinden sabitliliği sağlayan poröz bir seramik malzeme ile kaplanmış suni bir kalça veya diş implantasyonu muhtemelliğidir. Seramik ve polimerlerin kompozitleri doku artırması ve kemik yeniden yapılanması için yeni imkânlara sebep verirler (Şekil 3.5). Alümina bütün bu gelişmeler içinde önemli bir yer edinmiştir [37].



Şekil 3.5. a) Alümina kalça implantı, b) Alümina kalça implantı uygulaması [40, 44]

3.2.4. Alüminanın sinterlenmesi

Alüminanın sinterlenmesi konusunda 1960'lı ve 70'li yıllarda yoğun araştırmalar yapılmıştır. Bu araştırmalarda başlıca, sinterlenme mekanizması ve kinetiği ile katkı maddelerinin etkisi gibi konular araştırılmıştır. Yapılan araştırmalara göre, alüminanın sinterlenmesi başlıca üç aşamada gerçekleşmektedir. İlk aşamada, alümina tozları arasında sadece boyun teşekkülü yer almakta ve yoğunluk %10 kadar artmaktadır. Yapılan araştırmalarda, taşınım mekanizmasının; latis difüzyonu olduğu ve sinterlemede, yüzey gerilmesinin itici güç oluşturduğu anlaşılmıştır. Sinterlemenin ara kademesi tane büyümesi ile başlamakta ve üç tanenin kenarları boyunca oluşan silindirik kanallar birbiri ile bağlanmaktadır. Nihai aşama ise, %95 yoğunluktan sonra başlamaktadır. Bu aşamada, silindirik gözenekler küreselleşerek, dört tanenin birleştiği köşelerde, birbiri ile bağlantısız gözenekler yer almaktadır. Sinterlemenin ara ve nihai aşamasında gözenek miktarı zamanın logaritması ile lineer olarak azalmaktadır [30].

Alüminanın sinterlenmesinde teorik yoğunluğa ve mukavete ulaşabilmek için birçok katkı kullanılmaktadır. Bunlardan bazıları MgO, CaO, BaO, TiO₂, MnO, Cr₂O₃, ZrO₂, SiC, TiC gibi katkılardır [37].

Alüminanın sinterlenmesinde kullanılan katkıları ve etkileri

1960'lı yılların başından beri alüminanın sinterlenmesine çok sayıda katkı maddesinin etkisi araştırılmıştır. Alümina seramiklere çeşitli katkı maddelerinin ilave edilmesinin amacı sinterleme sırasında yoğunlaşmayı arttırmak/geciktirmek ve mekanik özellikleri geliştirmektir. Genellikle MgO , Cr_2O_3 , Fe_2O_3 , NiO , TiO_2 ve MnO_2 gibi katkıları tek başına veya birkaçı bir arada olacak şekilde kullanılan en yaygın katkılarıdır [32].

Katkıların ilavesi sonucu şu dört etki oluşur;

- 1) Katkı yoğunlaşmayı artırır, tane büyümesini önler (MgO)
- 2) Katkı yoğunlaşmayı artırır, tane büyümesini kolaylaştırır (TiO_2)
- 3) Katkı yoğunlaşmayı zorlaştırır, tane büyümesini önler (Ni_2O_3)
- 4) Katkı yoğunlaşmayı zorlaştırır, tane büyümesini kolaylaştırır (SiO_2)

Yapılan katkıların etkisi detaylı olarak incelenirse birçok değişik katkı maddesi içerisinde MgO en etkili olanlardan bir tanesidir. MgO katı hal sinterlenmesinde tane büyümesini bastırmak için katılmaktadır. MgO gözenekleri tane sınırlarına bağlayarak, tane sınırı hareketini zayıflatıp tane büyümesini önlemektedir. Böylelikle daha küçük tane yapıları alümina elde edilmektedir [10, 26, 27, 28, 32].

3.3. Magnezyum Oksit

Magnezyum, sülfat hâlinde ilk olarak 1695 yılında bulunmuştur. Epsom'da bir maden suyunun kaynatılması sonucu bulunan bu tuz, ilaç olarak uzun yıllar kullanılmıştır, 1808'de Sir H. Davy ilk olarak saf olmayan magnezyum; 1829'da Antoine Bussy çok miktarda saf magnezyum elde etmiştir. Bussy, başlangıç maddesi olarak susuz magnezyum klorür kullanmıştır. 1852'de erimiş magnezyum klorürün elektrolizinden saf magnezyum elde edilmiştir. 1866 yılında Almanya'da geliştirilmiş "Bunsen elektrolitik hücresi" ile ticarî ölçülerde elde edilmiştir.

Magnezyum oldukça aktif olduğu için tabiatta daima bileşikleri hâlinde bulunur. En önemli mineralleri üç grupta toplanır:

Karbonat mineralleri: Magnezit, Dolomit,

Çift tuz mineralleri: Karnalit, Kizerit, Kainit, Langbain, Şönit, Epsomit,

Silikat mineralleri: Krizotil Alivin, Serpantin, Talk [45].

3.4. Seramiklerin Şekillendirilmesi

İleri teknoloji seramiklerinin şekillendirilmesinde, metal parçalarda olduğu gibi değişik yöntemlerden yararlanılır. Kullanılacak şekillendirme yönteminin seçiminde, üretilecek parçanın boyutları, miktarı ve fiziksel özellikleri göz önüne alınır.

Seramik parçalar çeşitli şekilde biçimlendirilebilmektedir. Bunlar; slip ve şerit döküm, kuru ve sıcak presleme, soğuk ve sıcak izostatik presleme, ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplamadır.

Kusursuz bir ürün için üniform olarak tozların hazırlanması gereklidir. Şekillendirme prosesine bağlı olarak tozlara bir takım katkı maddeleri ilave edilir. Bunlar;

1. Bağlayıcılar, pişmemiş, ham ürüne mukavemet kazandırmak amacı ile ilave edilir.
2. Yağlayıcı ilavesi, presleme esnasında tozlar arasındaki sürtünmeyi azaltır.
3. Sinterleme amacı ile ilave edilen katkı maddeleri yoğunluğu artırır.

Çizelge 3.1’de çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıkları göstermektedir. Bağlayıcılar, organik ve inorganik esaslı olarak iki grupta toplanır. Organik bağlayıcılara örnek olarak bal mumu ve reçineyi gösterebiliriz. Bu maddeler suda çözünmedikleri için ıslak proseslere uygun değildir. Erime veya enjeksiyonla şekillendirmede kullanılır. İşlem sonunda organik bağlayıcı yanar. İnorganik bağlayıcılar ise nihai işlem sonunda yapıda kalır ve seramiğin bir bileşeni haline gelir [30].

Çizelge 3.1. Çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıklar [30]

Presleme	Slip döküm	Enjeksiyonla kalıplama
-Bağlayıcı ilavesi -Yağlayıcı ilavesi -Sinter kolaylaştırıcı ilavesi	-Çamur hazırlama -Bağlayıcı ilavesi -Deflokulan ilavesi -pH kontrolü -Viskozite kontrolü -Katı miktarı kontrolü -Havayı emme	-Termoplastik ilavesi -Plastisite artırıcı ilaveleri -Islatıcı ilavesi -Yağlayıcı ilavesi -Sinter kolaylaştırıcı ilavesi -Havayı emme -Granüller veya paket haline getirmesi

4. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA

Toz enjeksiyon kalıplama (TEK), alternatif yöntemlerle üretiminin masraflı olacağı düşünülen, küçük ve karmaşık şekilli, kesin boyutlu ve hassas toleranslı, düzgün yüzeyli, işlenmesi güç ve fazla işlem gerektiren parçaların uygun maliyetle üretimi için kullanılan bir üretim teknolojisidir [46, 47]. Talaşsız parça üretim tekniklerinden TEK, çok ince taneli metal veya seramik tozların, termoplastik organik bağlayıcılarla karıştırılması ve bu karışımın toz enjeksiyon kalıplama makinelerinde preslenerek şekil verilmesi teknolojisidir [48].

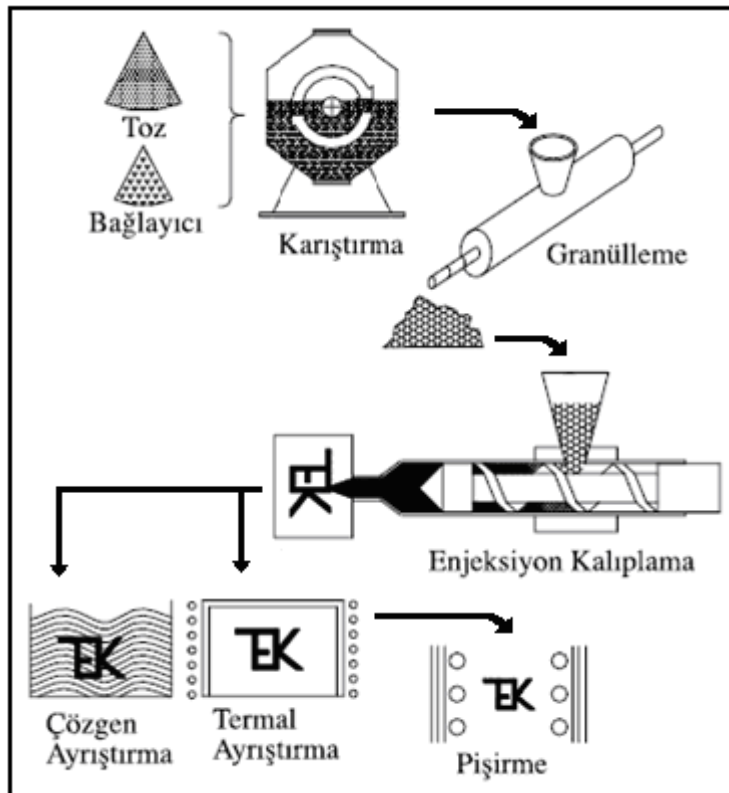
TEK işlemi son derece küçük boyutta tozların (metaller için $<20\ \mu\text{m}$, seramikler için $<10\ \mu\text{m}$) kullanılmasını gerektirmektedir. TEK dört ana işlemde; karıştırma, enjeksiyon kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterlemeden (pişirme) oluşmaktadır. Toz/bağlayıcı karışımlarına besleme stoğu adı verilmektedir. Besleme stoğu oluşturmak için metal ve seramik tozları termoplastik bağlayıcı veya mum esaslı polimerik malzemeler ve yağlayıcılarla homojen bir şekilde karıştırılmaktadır. Besleme stoğunun başlangıç özellikleri, sinterleme sonrası son ürünün özelliklerine çok yakındır. Dolayısıyla besleme stoğu bileşimi çok önemlidir. Reoloji çalışmasıyla istenilen akış tipi sağlandıktan sonra optimum oranlarda toz ve bağlayıcı karıştırılarak granül (tane) haline getirilmektedir. Granül haldeki besleme stoğu, enjeksiyon makinesine konularak belirlenen bir silindir sıcaklığında, uygun bir enjeksiyon basıncı (ütüleme basıncı da uygulanır) ile kalıp boşluğuna enjekte edilir. Kalıbın soğumasıyla birlikte kalıp şeklini almış ham parçalar (ön-ürün) elde edilir. Bir sonraki aşama ham parçalardan bağlayıcıların kontrollü şartlar altında giderilmesidir. Bağlayıcı giderme işlemi iki şekilde yapılmaktadır: Isıl olarak ve çözücü ortamında. Daha sonra sinterleme işlemi ile parçada arzu edilen yoğunlaşma ve mukavemet artışı sağlanmaktadır. Sinterleme işleminin sonunda ortaya tam yoğunluğa oldukça yakın ve göreceli olarak düşük gözenekli bir parça çıkmaktadır. TEK ile üretilen tam yoğun parça dövme ve döküm parçalarla karşılaştırıldığında, yakın mekanik özellikler göstermektedir [49]. Şekil 4.1'de TEK akış diyagramı görülmektedir [1].

TEK'in avantajları

1. Geleneksel TM ile üretilemeyecek karmaşıklıkta şekilli parçaların üretilmesi
2. Parçaların tümünde sinterleme sonrası eşit yoğunluğa ulaşılabilmesi
3. Geleneksel TM ile üretimi çok zor olan küçük parçaların üretimi
4. Geleneksel TM işlemine göre daha iyi yüzey kalitesine sahip olunması

TEK'in dezavantajları

1. Düzgün parça üretimi için toz boyutlarının küçük ($20\ \mu\text{m}$ 'nin altı) ve toz şeklinin (küresel) uygun olması [50].
2. Geleneksel TM işleminde yer almayan bağlayıcı giderme işleminin zorluğu
3. Bağlayıcı çıkarma ve sinterleme aşamalarında ön görülmeyen hataların çok sayıda üretilmiş ön ürünün firesine sebep olması
4. Geleneksel TM'ye göre daha pahalı kalıp, tezgâh ve operatör maliyeti [51, 52].



Şekil 4.1. TEK akış diyagramı [46, 47]

4.1. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Tozlar ve Özellikleri

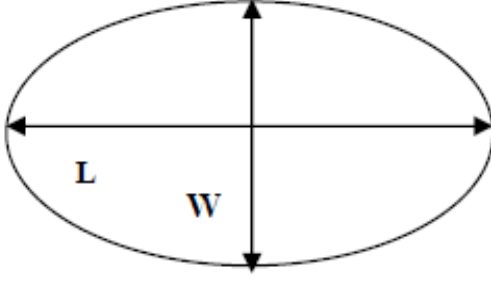
Günümüzde TEK’de sade ve düşük alaşımlı çelikler, yüksek hız çelikleri, paslanmaz çelikler, süper alaşımlar, manyetik alaşımlar, intermetalikler, sert metal tozları ve seramik tozları oldukça sık kullanılır [46, 49]. TEK’de kullanılan toz karakteristiklerini belirlemek için birçok çalışma yapılmıştır. Sinterlenen parçanın son özelliklerini tozun başlangıç özellikleri belirlemektedir [1, 53].

TEK için ideal toz özellikleri

1. Yüksek paketleme yoğunluğu, düşük maliyet için uygun parçacık büyüklüğü dağılımı (0,5-20 µm arasında tozlar)
2. Çok geniş veya çok dar toz boyut dağılımının sağlanması
3. Vurgu yoğunluğu %50’nin üzerinde olması
4. Topaklanma olmaması
5. Toz şekli küresele yakın olmalı
6. Bağlayıcının ayrışmasından sonra parçanın bozulmasını önlemek için toz taneleri arasında yeterli sürtünmenin olması
7. Kapalı, gözeneksiz, yoğun parçacık, temiz parçacık yüzeyi, minimum segregasyon

Sinterleme davranışı üzerinde toz boyutu ve yüzey alanı etkilidir. Yüzey enerjisi, yüzey alanı ile orantılıdır ve bunun artması da sinterlemeyi kolaylaştırır [1, 17].

Enjeksiyon kalıplama için ideal parçacık, Şekil 4.2’de tanımlanmıştır. İdeal tozlarda L/W oranı 1,2-1,5 olup Amerikan futbol topuna benzemektedir. Bu parçacık şekli tanecikler arası bağı küresel parçacıklardan daha iyi sağladığı için daha yüksek bir paketleme yoğunluğu sergiler. Yüksek paketleme yoğunluğu da besleme stoğunda bağlayıcı miktarını en aza indirirken optimum toz yüklemesini en yüksek seviyeye çıkarır [49].



Şekil 4.2. İdeal toz parçacık şekli [47, 49]

4.2. Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Bağlayıcılar ve Özellikleri

Bağlayıcılar; TEK’de tozların homojenliğini sağlayan ve sinterleme başlangıcına kadar parçayı bir bütün halinde tutan geçici bir araçtır. Bağlayıcılar TEK’in son ürününde olmamasına rağmen, TEK’in sorunsuz bir şekilde tamamlanması için önemli etkisi vardır [17].

Seçilecek olan bağlayıcılardan biri; bağlayıcı giderme aşamasında buharlaştırma, katalitik konvektör veya çözücü ile uzaklaştırılabilir özellikte olması gerekmektedir ki bunlara ana bağlayıcı denir. Diğer bağlayıcılar ise bağlayıcı giderme aşamasından sonra şekli koruması amacıyla parçadan ayrılmayacak kimyasal özellikte olmalıdır ki bunlara da iskelet bağlayıcı denmektedir ve sinterleme aşamasında yok edilir [1].

Bağlayıcıdan, tozları istenilen şekilde paketlenmesi ve sinterlemeye kadar ön-ürün şeklinin korunmasına yardımcı olması ve bitmiş üründen ise tamamen uzaklaşması istenir. Bağlayıcılar besleme stoğunun kolay enjekte edilmesi için düşük viskoziteye sahip olmalı, homojen bir besleme stoğu hazırlamak için kalıba yapışmamalı ve uçucu olmamalı, kademe kademe sistemden ayrılmalı, kolayca uzaklaştırılabilmeli, uzun raf ömrüne sahip olmalı, ucuz olmalı, düşük ısı genleşme katsayısına sahip olmalı, kalıplama ve karışım sıcaklığında bozulmamalı ve akış esnasında tozdan ayrılmamalıdır. Ayrıca toz ile kimyasal tepkimeye girmemelidir. Bağlayıcılar mum veya yağ esaslı bağlayıcılar, su esaslı bağlayıcılar, polimer çözelti esaslı bağlayıcılar olmak üzere üç ana gruba ayrılır [1, 49]. Endüstriyel uygulamalarda bağlayıcının

niteliği ve bileşimi bir sır olarak saklanmaktadır [54]. Tipik bağlayıcılar Çizelge 4.1’ de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Tipik bağlayıcı örnekleri [47, 52, 55]

BAĞLAYICI SİSTEMLERİ	BAĞLAYICI BİLEŞENLERİ
Bağlayıcı Sistemi 1	%70 parafin mum, %20 mikrokristal mum, %10 metil etil keton
Bağlayıcı Sistemi 2	%67 polipropilen, %22 mikrokristal mum, %11 stearik asit
Bağlayıcı Sistemi 3	%33 parafin mum, %33 polietilen, %33 balmumu, %1 stearik asit
Bağlayıcı Sistemi 4	%69 parafin mum, %20 polipropilen, %10 carnauba mum
Bağlayıcı Sistemi 5	%45 polistiren, %45 nebati yağ, %5 polietilen, %5 stearik asit
Bağlayıcı Sistemi 6	%25 polipropilen, %75 fıstık yağı
Bağlayıcı Sistemi 7	%65 epoksi reçine, %25 parafin mum, %10 bütıl stearat
Bağlayıcı Sistemi 8	%4 hint tutkalı, %3 liserin, %93 su
Bağlayıcı Sistemi 9	%65 PEG, %30 Polipropilen, %5 Stearik asit
Bağlayıcı Sistemi 10	%50 polietilen, %50 carnauba mum
Bağlayıcı Sistemi 11	%35Polietilen, %55Parafin mum, %10stearik asit
Bağlayıcı Sistemi 12	%65 parafin mumu, %30 polipropilen, %5 stearik asit

4.3. Reoloji

Reoloji terimi, Prof. Bingham tarafından ortaya atılmıştır. Reolojinin maddenin akışı ve deformasyonunun araştırılması olduğu tanımı 1929’da kurulan Amerika Reoloji Topluluğu tarafından kabul edilmiştir [47, 49].

En genel tanımla reoloji; cisimlerin gerilme altında zamana bağlı şekil değişimini (deformasyon) inceleyen bilim dalıdır [56]. Bu tanım toz metalurjisinde özelleştirilirse; çeşitli toz şekillendirme teknolojilerinde kullanılan polimerler ve besleme stoklarının mukavemet, elastik, plastik ve viskoz akışlarını inceleyen bilim dalıdır [46, 57].

TEK işleminde besleme stoğunun kalıp boşluğuna akışı viskoziteyle ilişkilidir [49]. TEK’de en önemli reolojik özellik, kayma gerilmesi ve kayma hızı ile ilgili olan viskozitedir. Yüksek viskoziteye sahip besleme stokları kalıplanabilirliği zorlaştırdığı bilinmektedir [58, 59]. Toz boyut dağılımı, toz şekli ve toz yoğunluğu da TEK’de reolojiyi etkileyen diğer unsurlardır [59, 60]. TEK’de viskozite, sodyum stearat ya da stearik asit ve plastikleştirici gibi katkılarla düşürülür [6, 59, 61]. TEK’de karıştırma işlemi esnasında topaklanmanın minimum seviyelerde tutulmasına çalışılmalıdır. Eğer bu sağlanmazsa ise düzensiz akış viskozitesine bunun sonucunda da düzensiz kalıplamaya ve sinterlemede problemler yaşanmasına neden olur [49].

4.3.1 Kılcal reometre

Kılcal reometre (Şekil 4.3), ergimiş besleme stoğuna basınç uygulayarak viskozitenin ölçülmesinde kullanılan bir cihazdır. Besleme stoğu kılcal tüpten geçerken akma hızının uygulanan basınca bağlılığı belirlenir. Besleme stoğunun akıcılığını ve homojenliğini belirlemek için kullanışlıdır [57].

Cihaz bir ekstrüzyon plastometresidir. Cihazın çalışma ilkesi dik bir silindir içerisinde bulunan besleme stoğunun veya plastiğin, kontrol edilen sıcaklık koşullarında yüklenmiş bir pistonla ekstrüde edilmesidir [47, 49].

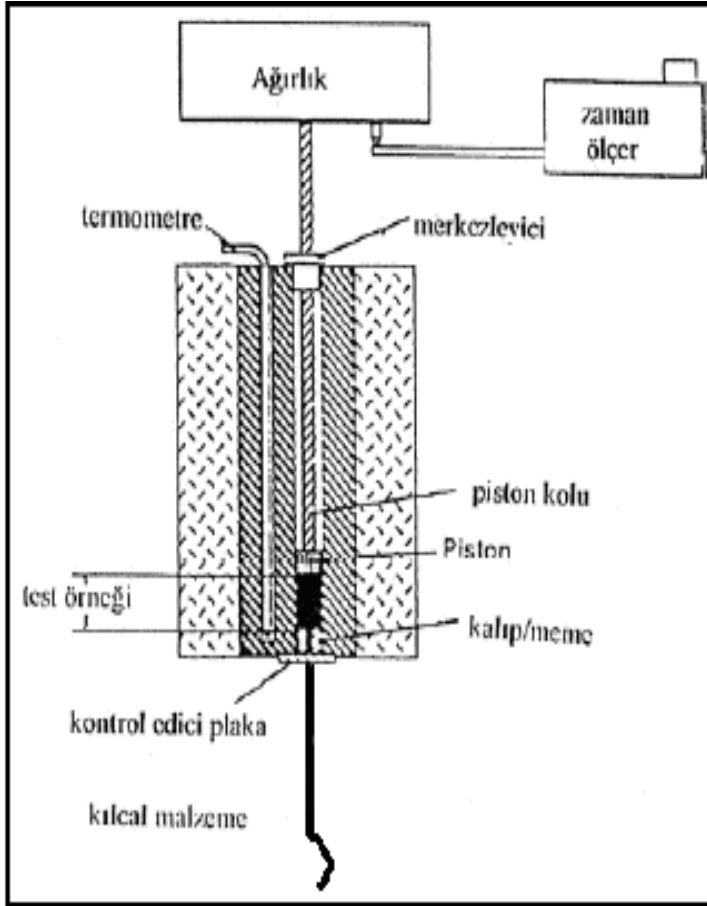
Kılcal reometrenin avantajları

- Kılcal reometre mekanik olarak basit ve ucuzdur,
- Yüksek kayma hızlarına ulaşılabilir,
- Çapa bağlı etkiler ölçülebilir.

Kılcal reometrenin dezavantajları

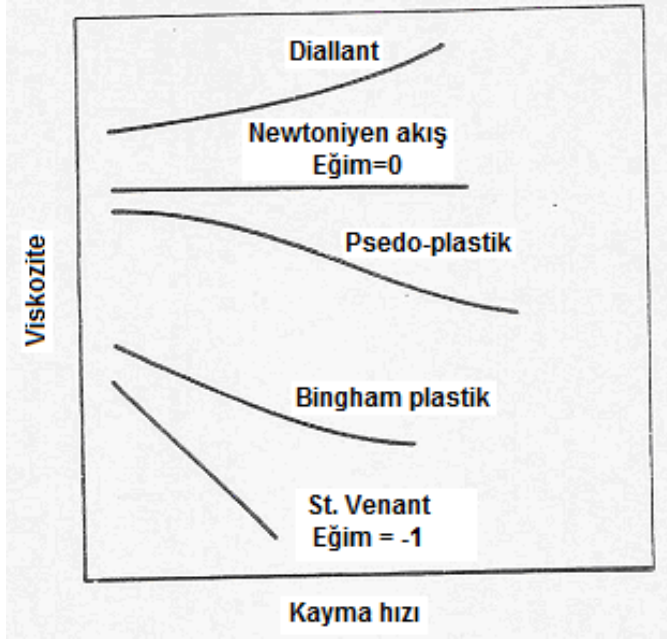
- Numunenin, tüpün kesiti üzerinde değişen kayma oranlarına ve kayma gerilmesine maruz kalması,

- Numunenin, tiksotropi gibi zamana-bağılı etkileri ölçmek amacıyla sürekli akışa maruz bırakılamaması,
- Oldukça yüksek numune hacimlerinin gerekli olması olarak sıralanabilir [47, 62].



Şekil 4.3. Kılcal reometrenin şematik görünümü [47]

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 [1, 63]. Şekil 4.4'de viskoz akış karakteristikleri gösterilmektedir. Besleme stoğu psedo plastik bir akış karakteristiği göstermelidir [17, 63].



Şekil 4.4. Viskozite ve kayma hızı değişiminin gösterimi [17, 63]

Psedo plastik akışta viskozite kayma hızı arttıkça azalmaktadır. Viskozite toz oranının artması ile artar ve kritik yükleme oranında karışım akmaz, besleme stoğu katılır. Viskozite sıcaklığa karşı da duyarlıdır. Düşük sıcaklıklarda viskozite çok yüksekken, yüksek sıcaklıklarda viskozite düşüktür. Kalıplama sırasında kayma hızı genellikle 10^2 ve 10^5 s^{-1} arasındadır. Bu aralıkta kalıplama sıcaklığında karışımın maksimum viskozitesi 10^3 Pa.s olmalıdır [17, 46, 64].

Viskozite ve kayma hızı arasındaki bağıntılar Robert Hooke tarafından ortaya konan Hooke kanunu ve Isaac Newton tarafından ortaya konan Newton kanunu ile açıklanabilir.

Bunlar:

$$\tau_w = \frac{\Delta P.R_c}{2.L} \quad (4.1)$$

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4.Q}{\pi.R^3} \quad (4.2)$$

$$\eta_a = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_a} \quad (4.3)$$

Burada:

τ_w : Duvardaki (wall) kayma gerilmesi, [Pa]

$\dot{\gamma}_a$: Görünür (apparent) kayma hızı veya Newton akışkanı için kayma hızı, [1/s]

η_a : Görünür (apparent) viskozite, [Pa.s]

R_c : Kılcal kanalın (channel) yarıçapı, [mm]

ΔP : Kılcal kanal boyunca basınç (Pressure) düşmesi, [Pa]

L : Kılcal kanalın boyu (Length), [mm]

Q : Hacimsel debi, [mm^3 / s]

olarak belirlenir [46, 47].

Newton kuralına uymayan akışkanlar için hız profili parabolik olmayıp, duvar üzerindeki kesme hızı aşağıdaki gibi düzeltme işlemi gerektirir.

$$\dot{\gamma}_w = \dot{\gamma}_a \left(\frac{3m+1}{4m} \right) \quad (4.4)$$

Burada $\dot{\gamma}_w$ kılcal duvar üzerindeki gerçek kesme hızıdır ve m, erime davranış indeksi olup aşağıdaki formülden hesaplanabilir.

$$m = \frac{d(\log \tau_w)}{d(\log \dot{\gamma}_a)} \quad (4.5)$$

m değerini belirlemek için sabit sıcaklıkta, değişik kayma hızlarında çok sayıda ölçüm yapmak gereklidir. Newton kuralına uyan akışkanların viskozitesi kayma hızı

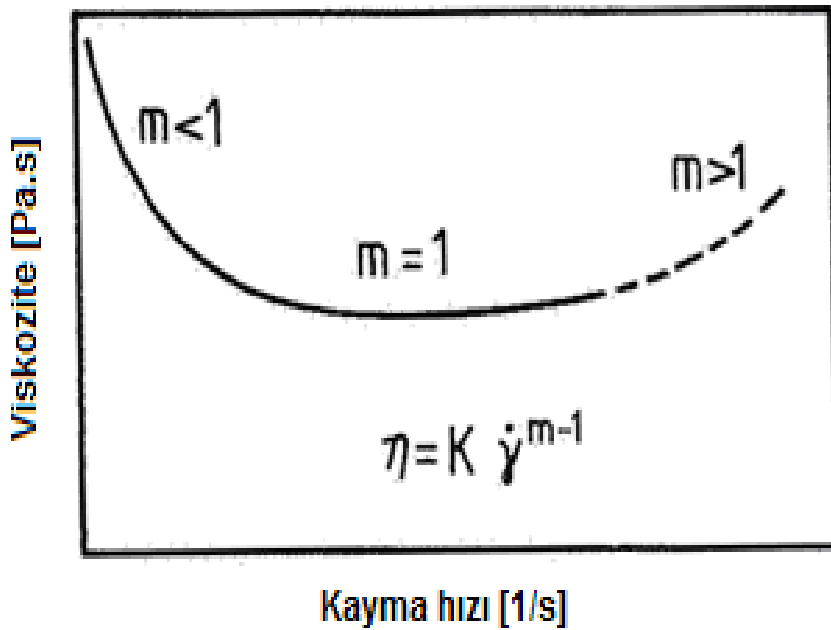
ile değişmeyip, $m=1$ 'dir. Newton kuralına uymayan akışkanların viskoziteleri ise kayma hızı arttıkça azalır ve $m<1$ olur. m değerindeki sapmanın miktarı kayma hassasiyetinin göstergesidir [47].

Kayma hızı-kayma gerilmesi arasındaki ilişki aşağıdaki gibi verilmektedir:

$$\tau - \tau_y = K \cdot \dot{\gamma}^m \quad (4.6)$$

$m<1$ ise akış tipi psedo plastik, $m=1$ için Newtonien, $m>1$ ise dilatant akış söz konusudur (Şekil 4.5) [1, 47, 57].

Birçok plastik, akış şartlarına bağlı olarak karmaşık davranış gösterir. TEK sistemlerinde ise, önce bir psedo plastik, daha sonra da Newtonien bölge mevcuttur. Kayma hızının 10 s^{-1} 'den sonra kaymadan bağımsız olarak Newtonien davranış söz konusudur. Farklı sıcaklıklarda akış önce psedo plastik iken ($m<1$), daha sonra Newtonien ($m=1$) akışa yaklaşmaktadır. Çok yüksek kayma hızlarında ise dilatant akış ($m>1$) meydana gelmektedir [1, 47].



Şekil 4.5. TEK besleme stoğunda kayma hızı-viskozite değişimi [1, 47]

4.4. Besleme Stoğu

Toz ve bağlayıcının karıştırılması ile besleme stoğu oluşturulur. Besleme stoğunun yapısını ve bütünlüğünü karıştırma işlemi belirler. Bu yüzden daha sonraki kalıplama, bağlayıcı giderme, sinterleme işlemlerindeki verimlilik karıştırma işlemine bağlıdır. Karıştırma işleminin amacı, toz parçacıklarını bağlayıcı ile kaplamak, topaklanmaları dağıtmak, besleme stoğunun her yerinde homojen bir dağılım elde etmektir [65, 66].

4.4.1. Karıştırma

Yapılan reoloji çalışmasıyla toz ve bağlayıcı oranları belirlendikten sonraki ilk işlem bunları karıştırmaktır. Karışımın ilk adımı kalıplama için besleme stoğu hazırlamaktır. Besleme stoğunda toz fazla, bağlayıcı az olursa viskozite aşırı artar ve kalıplanmada zorluklar yaşanır [1]. Bağlayıcının fazla olması sinterleme sırasında parçada aşırı bir boyut küçülmesine, kalıplama sırasında bağlayıcı ayrışmasına, homojensizliğe ve bağlayıcı giderme sırasında çökmeye neden olur [1, 49].

İki türlü karıştırma yöntemi vardır. Birincisi malzemeleri kuru toz olarak karıştırma diğeri ise bağlayıcıları eritip tozu ekleme şeklinde yapılır. Kuru karıştırmada bağlayıcılar oda sıcaklığında katı olarak bulunması gerekmektedir [1, 17, 49]. Karıştırıcı cihazlar kimyasal reaksiyonları engellemek amacıyla düzgün, sert ve kararlı yapıdaki malzemelerden yapılması gerekmektedir ve homojen bir karışma için genelde üç boyutlu karıştırıcılar tercih edilir [17, 53].

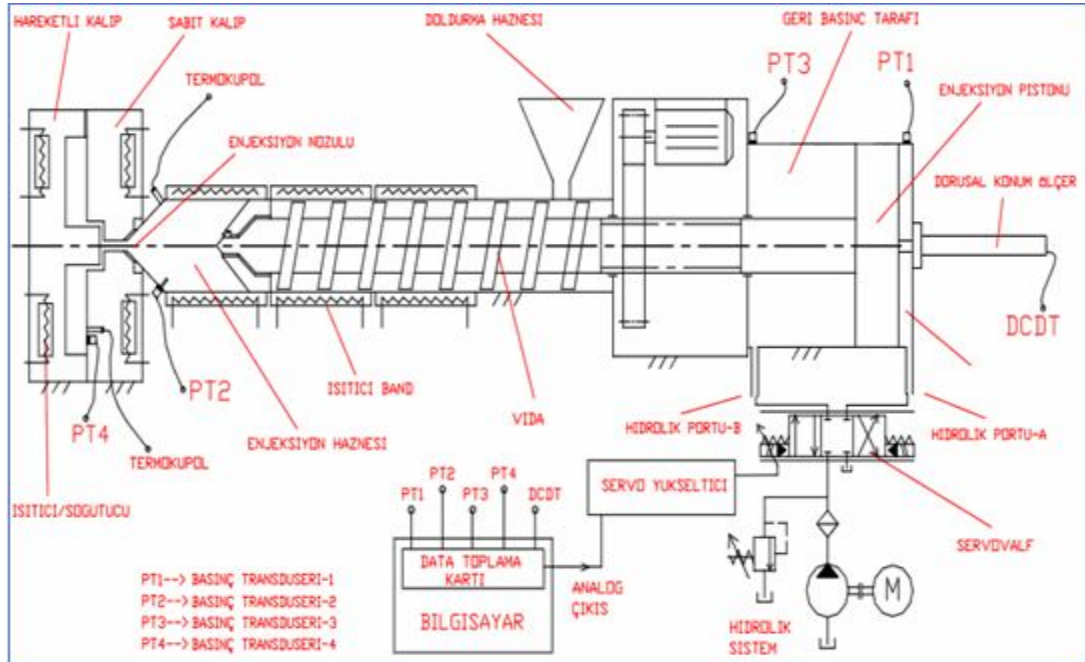
4.4.2. Granülleme

Taneleme işlemi bir taneleme makinesiyle (ekstrüder) yapılır. Ekstrüdere konulan malzeme ekstrüder içinde karıştırılır ve çıkarken dönen bir kesici ya da kıyıcı ile kesilerek tane haline getirilir [1, 21].

TEK malzemesinin granül yapılmasının iki amacı vardır. Birincisi, enjeksiyon makinesini otomatik olarak doldurabilecek şekilde toz ve bağlayıcının kolayca taşınabilecek kümelerin hazırlanması, ikincisi de kalıplama işlemi için hurda malzemeyi (eksik dolum, yolluk v.b.) tekrar kullanabilmektir. Malzemenin geri dönüşümün sağlanması TEK’de ekonomiklik sağlar [1, 49, 53, 63]. Taneleme aynı zamanda ön plastikleştirme işlemidir. Enjeksiyon makinesinde vida ile bu plastikleşme gerçekleştirilir [1, 47].

4.5. Kalıplama

TEK, yeterli bir sıcaklığa kadar ısıtılan besleme stoğu içindeki bağlayıcının eritildikten sonra kalıp boşluğu içerisine belli bir basınç altında doldurulması işlemidir [47]. Şekil 4.6’da bilgisayar kontrollü toz enjeksiyon tezgahı gösterilmiştir.

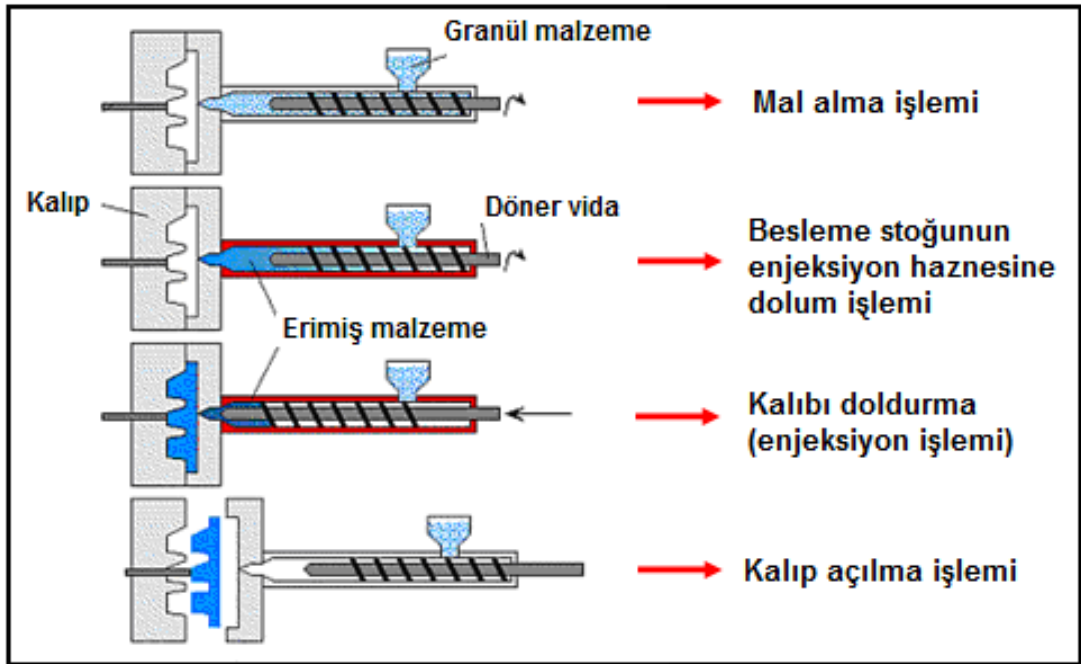


Şekil 4.6. Bilgisayar kontrollü toz enjeksiyon tezgahı [67]

Tane haline getirilmiş besleme stoğu toz enjeksiyon kalıplama makinesine alınarak enjeksiyon basıncı, silindir sıcaklığı ve akış hızı kontrol edilerek kalıplanır. Bu üç parametre oldukça önemlidir. Enjeksiyon basıncı ve ütüleme basıncı hem kalıp

dolumunda hem de parça şeklinin korunmasında, silindir sıcaklığı ise besleme stoğunun bozulmaması ve akıcılık bakımından önemlidir [1, 47, 53].

Kalıplama çevrimi kalıpların kapatılıp kilitlenmesi ile başlar. Besleme hunisinden (doldurma haznesi) konulan granüller silindir bloğunda bulunan ısıtıcılar tarafından eritilir ve helisel vida yardımıyla kalıba aktarılır. Kalıba aktarılan besleme stoğu bir süre basınç altında tutulur ve katılaşması sağlanır. Makinenin enjeksiyon kısmı uzaklaşır ve kalıp açılarak parça çıkarılır. Bu çevrim asgari maliyette en kısa sürede tamamlanmalıdır. Helisel vidanın görevi karışımı homojenleştirme, sıkıştırma ve karışımı kalıba iletmektir [1, 17]. Şekil 4.7’de TEK işlemi gösterilmiştir [47].



Şekil 4.7. TEK işlemi [47, 68]

Kalıplama işleminde tozun homojen dağılması, hatasız ve boşluksuz bir parçanın elde edilmesi amaçlanmaktadır. Bu nedenle ergimiş madde asgari zorlanma ile kalıbın içerisine akacak bir viskoziteye sahip olmalıdır [47, 68].

Kalıplamada sıcaklık, basınç ve zaman önemli faktörlerdir. Karışımın viskozitesi sıcaklıkla kontrol edilir. Sıcaklık akma için yeterli viskoziteyi sağlayacak şekilde

olmalıdır. Viskozitenin yüksek olması durumunda karışımın kalıba aktarılması için yüksek basınç gerekir. Bu durumda ayrışmalar meydana gelir [1, 17].

4.6. Bağlayıcı Giderme

Kalıplanmış (ham parçadan) bağlayıcının çıkarılması, TEK işleminin en önemli aşamasıdır. Bağlayıcının ham parçadan çıkarılması için ısıtma, kimyasal çözücülerde çözme, besleme stoğunda kullanılan tozdan daha küçük tane boylu tozlar içine gömerek ısıtma (kılcal çekim ile bağlayıcıyı ayrıştırma: fitilleme) ve suda çözme gibi işlemler tek başına veya ardışık olarak uygulanabilmektedir. Tüm işlemler kendi içinde bazı zorluklar içermekte ve üretilen ham parçanın firesine yol açabilmektedir. Bağlayıcı çözündürme işlemi ham parçanın ısıtılması, bağlayıcının ergitilip, bozundurulup veya buharlaştırılması ile uzaklaştırılmasını içerir. Bu işlem sırasında kalıplanmış parçanın çarpılmamasına özen gösterilmelidir [69, 70].

Bağlayıcı uzaklaştırmanın en uygun ve kolay yolu çok bileşenli bağlayıcı formülü kullanmaktır. Bağlayıcı bileşenlerinden ana bağlayıcı uzaklaştırılırken tozları bir arada tutacak olan iskelet bağlayıcı parçanın bozulmasını önleyecektir [47]. Bütün bağlayıcıların ayrıştırılması tozların dökülmesine ve böylece parçanın bozulmasına yol açacaktır.

İlk aşamada bağlayıcıların yaklaşık 3/4'ü ayrıştırılır. Geriye kalan bağlayıcılar tozları sinterleme sıcaklığına kadar taşırılır. Sinterleme sırasında bu bağlayıcılar da buharlaşarak atılırlar [52].

Bağlayıcı gidermenin ilk aşamasında çözücüler kullanılır. İkinci aşama ise sıcaklığın etkisi ile gerçekleştirilir. Bu nedenle biri herhangi bir çözücü içinde çözülebilen ve diğeri çözilemeyen olmak üzere en az iki farklı bağlayıcı kullanılması gerekir. Çizelge 4.2'de çözücü içinde çözülebilen ve çözilemeyen bağlayıcı tipleri görülmektedir [17, 30].

Çizelge 4.2. Çözülebilir bağlayıcı giderme örnekleri [30]

Çözülebilir bağlayıcı bileşeni	Çözülemez bağlayıcı bileşeni	Çözücü
Parafin mum	Polipropilen	Heptan
Yerfıstığı yağı	Polietilen	Etilen Diklorür
Polietilen glikol	Poliasetal	Su
Polietilen glikol	Polimetil metakrilat	Su
Asetanilid	Polistren	Su
Balmumu	Polietilen	Karbon tetraklorür

Çözücüyle bağlayıcı giderme işleminde çözücünün içerisine daldırılan parçada bağlayıcı ya sıvılaşarak ya da buharlaşarak parçadan uzaklaştırılır. Su bazlı bağlayıcıların ham parçadan yalnızca su ile uzaklaştırılabilmeleri önemli bir avantaj oluşturmaktadır. Bu işlemin gerek düşük maliyetli olması gerekse zehirsiz olması su bazlı bağlayıcıları ön plana çıkarmaktadır [1, 17, 53].

Isıtma (ısı) ile bağlayıcıların giderilmesi genellikle ikinci sırada yapılan bağlayıcı giderme işlemidir. Isıtma ile bağlayıcının uzaklaştırılmasında ise, bağlayıcı sıcaklığın etkisi ile ya eriyerek, ya bozularak ya da buharlaşarak parçadan ayrılır. Sıcaklık ile bağlayıcının uzaklaştırılmasında sıcaklık artış hızı ve kritik sıcaklık değerleri önemlidir. Bağlayıcının uzaklaştırıldığı sıcaklığa kadar sıcaklık artış hızının oldukça yavaş olması gerekmektedir [1, 17].

Bağlayıcının çıkarılması sırasında parçanın dayanımı önemli oranda azalır, bu yüzden bağlayıcı çıkarma işlemine tabi tutulmuş parça sinterleme aşamasına dikkatli bir şekilde taşınmalıdır [1, 49, 63].

4.7. Sinterleme

Sinterleme, toz halindeki malzemenin erime sıcaklığı altındaki bir sıcaklığa belli bir süre maruz bırakılarak tozların birbirlerine değdikleri noktalardan başlayarak kaynaşmasına denir [71]. Bağlayıcısı giderilmiş ham parça hiçbir yük taşıyamayacak şekildedir. Bu parça sinterleme işleminden sonra parçanın mukavemet ve sertliğinin

artmasının yanı sıra süneklik, iletkenlik, manyetik özellik, aşınma ve korozyon direnci gibi mühendislik özelliklerinde de artma meydana gelir [64].

Sinterleme işlemi, malzemenin erime sıcaklığının yaklaşık $3/4$ 'ü ile $4/5$ 'i arasında bir sıcaklıkta gerçekleşir [17, 72]. TEK ile üretilen parçaların sinterleme sıcaklığı erime sıcaklığına yakındır [64].

Seramik tozları, şekillendirme esnasında sıkışarak malzemedeki gözenek miktarı biraz azalır. Kuruma ile de tozlar tamamen birbirini ile temas haline gelir. Ancak malzeme henüz yoğun hale gelmemiştir. Tozlar arasında boşluklar mevcuttur. Seramik malzemenin cinsine, tane boyutuna ve şekillendirme prosesine bağlı olarak %25-60 mertebesinde gözenek içerir. Mukavemet, saydamlık, ısı iletkenliği gibi özellikler için yapıda mevcut gözeneklerin elimine edilmesi gerekir [30]. Sinterleme işlemindeki parametrelerin sinterlemeye etkileri Çizelge 4.3'de gösterilmiştir.

Sinterlemeden sonra %95-100 teorik yoğunluğa ulaşılır. Bu yoğunlaşma doğal olarak parçanın çekmesi ile meydana gelmektedir [17]. Boyutsal daralma TEK ile parça üretiminde tasarım aşamasında göz önünde bulundurulmalıdır.

Seramiklerde sinterleme kinetiğini artırmak veya sinterleme sıcaklığını düşürmek için genel olarak iki yaklaşım vardır:

1. Çok ince tozlar kullanmak veya ham form yapı içerisindeki aglomerasyonu elimine etmektir. Aglomerasyonlar, sinterleme sırasında, matriks içerisinde kendini çevreleyen tozlardan farklı şekilde sinterlendiği için çatlaklıklara, büyük boşlukların oluşmasına sebep olur ve bunlarda parçanın tam olarak sinterlenmesini engeller.
2. Sinterleme katkı maddeleri kullanmaktır. Bu katkı maddeleri, katı çözelti içerisinde tane sınırlarında oluşturdukları sıvı faz difüzyonu ile sinterleme kinetiğini artırır [17, 73].

Çizelge 4.3. Sinterleme parametrelerinin etkileri [74]

Parametreler	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 sınırlaması Yüksek özellikler Yüzey sınırlamaları Boşlukların kabalaşması
Ham yoğunluğun artması	Daha az çekme Daha küçük boşluklar
Katkıların artması	Daha yüksek son yoğunluk Üniform boyutlar Daha yüksek mukavemet Homojenlik problemleri Daha yüksek sinterleme sıcaklığı
Sinterleme katkılarının kullanılması	Daha hızlı sinterleme Daha düşük sinterleme sıcaklığı Gevreklik Çarpıklık Tane büyümesi kontrolü

4.7.1. Sinterleme mekanizması

Sinterleme, genellikle büzülme ve gözeneğin azalmasını (densifikasyon) içerir. Sinterleme sırasında ilerleme genellikle gerinim, büzülme veya parçaların yoğunluğunun ölçülmesi şeklindedir. Çok elemanlı sistemlerin sinterlenmesi kimyasal değişiklikler içermesine rağmen temelde fiziksel bir işlemdir. TEK ile üretilmiş parçaların tam yoğunluğa yaklaşması sinterleme ile olur.

Sinterleme sırasında birbirini takip eden birkaç aşama mevcuttur [1]:

Yağlayıcı ve bağlayıcıların giderilmesi: Enjeksiyonla kalıplaşan ve daha sonra bağlayıcı giderme işlemi sonucu çoğu giderilip az miktarda yapıda kalan yağlayıcı ve bağlayıcılar yaklaşık 300 °C sıcaklıklarda uzaklaştırılır. Bu durumda parçada kütle kaybı meydana gelir.

Oksit indirgenmesi: Fırın atmosferleri tozların yüzeylerindeki oksitleri indirger.

Difüzyon: Difüzyon ile tozlar arasında atomsal yayınma sonucu kaynaklaşma olur.

Gözeneklerin küreselleşmesi: Serbest enerjiyi en aza indiren kuvvetin etkisiyle gözenekler küreselleşir, küçük gözenekler kaybolur.

Yoğunlaşma: Birçok malzemede preslenmiş parçanın boyutlarında sinterleme sonucu daralma (küçülme) meydana gelir [64].

4.7.2. Sinterlemede yoğunlaşma

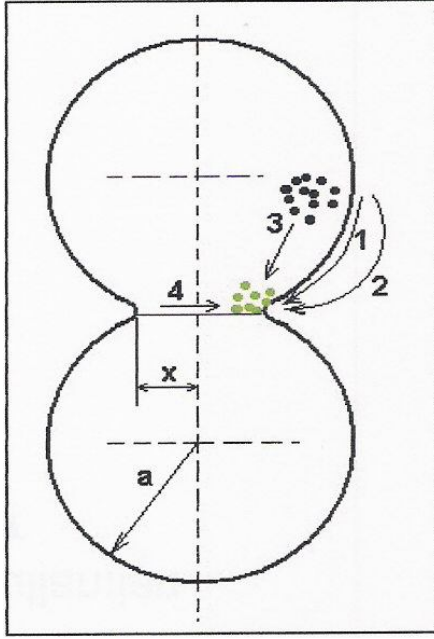
Şekil 4.8’de iki toz yüzeyi arasında oluşan boyun bölgesi görülmektedir. Sinterleme şartlarında temastaki iki küre arasında difüzyon bölgesi oluşur. Bu bölgeye “boyun” denir. Boyun oluşmasına kapiler (kılcal) faaliyetler yol açmaktadır [1].

Genellikle katı hal sinterleme işlemi için kabul gören sinterlemede yoğunlaşma üç ana alt grup altında toplanabilir.

1. Aşama: Partiküller arası temas boyun olarak adlandırılan sinter köprülerine dönüşür. Bu aşamada toz tanecikleri birbirinden bağımsızdır. İki tanecik arasındaki temas düzlemlerinde tane sınırı oluşumu başlar. Tane merkezleri çok küçük bir miktar birbirine yaklaşır. Hacimsel daralma sınırlıdır.

2. *Aşama:* Güçlü boyun oluşumuyla beraber eğer $x:a$ oranı belli bir değerin üstüne çıkacak olur ise tane şekli tanımlanabilirliğini kaybeder. Düzenli bir boşluk ağı oluşumu gözlenir ve yeni mikro yapı oluşumuna izin veren tane büyümesi meydana gelir. Gözenekler parça yüzeyine kadar birbiri ile bağlantılıdır. Boyutsal küçülmenin en fazla görüldüğü safha bu aşamadır.

3. *Aşama:* Kapalı gözenek oranı hızla azalır. Birbirinden izole edilen gözenekler küresel şekil kazanmaya başlar. Şayet gözenekler arasında gaz boşlukları kalmışsa bu sinterlenmiş yapıda teorik yoğunluğa çıkmak mümkün değildir [17, 69].



Şekil 4.8. Boyun bölgesinde muhtemel sinter mekanizmaları [17, 69]

- 1:Yüzey difüzyonu 2:Buharlaştırma ve yoğunlaşma
3:Kütle difüzyonu 4:Tane sınırı difüzyonu

4.7.3. Sinterleme yönteminin sınıflandırılması

Sinterleme yöntemlerinin sınıflandırılmasında basınç uygulanıp uygulanmaması durumu çok önemlidir. Yüksek yoğunlukta kaliteli parça üretim yöntemlerinin

çoğunda sıcak presleme, sıcak dövme, sıcak ekstrüzyon gibi yöntemler kullanılır. Bütün bu sinterleme işlemleri basınç altında yapılır.

Basıncsız sinterleme yöntemleri de katı-hal sinterlemesi, sıvı-faz sinterlemesi ve buhar-faz sinterlemesi olarak üçe ayrılır. Bu üç sinterleme yönteminin taşınım mekanizmaları ve itici güçleri Çizelge 4.4’de verilmiştir [30, 52].

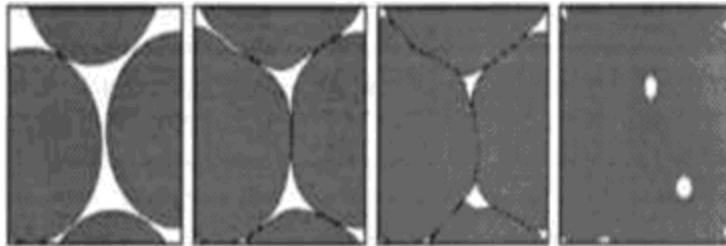
Çizelge 4.4. Sinterleme yöntemlerinin taşınım mekanizmaları ve itici güçleri [30, 52]

Sinterleme tipi	Taşınım mekanizması	İtici enerji
Buhar fazı	Buharlaşma/Süblümasyon	Buhar basıncındaki fark
Katı-hal	Yayınma	Serbest enerjideki fark
Sıvı faz	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi, kapiler basınç

Katı hal sinterlemesi

Katı halde sinterleme, yayınma ile malzeme taşınımını içerir. Bu işlem için gerekli itici güç, boyun bölgesi ile tozun yüzeyi arasında meydana gelen serbest enerji veya kimyasal potansiyel farkıdır. Atomların yayınması ile atom boşluklarının yayınması zıt yöndedir. Boyun bölgesi, atom boşlukları için kaynak ve tozların yüzeyleri de göç bölgesidir.

Katı hal sinterleme işleminde sıkıştırılmış tozlar arasında noktasal temas yüzeysel temasa dönüşür ve boşluklar kapanmaya başlar ve zaman içinde gözenekler izole hale gelir (Şekil 4.9) [47].



Şekil 4.9. Sinterlemede tozlar arası bağ ve izole gözenek oluşumu [47]

Sıvı faz sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesinde sıvı faz oluşumu için iki ana mekanizma vardır. Bunlardan birincisi, farklı kimyasal bileşimlerde toz kullanmak olup en yaygın olarak kullanılan yöntemdir. Sinterleme sırasında farklı bileşimdeki tozların etkileşimi ile sıvı faz oluşur. İkincisi ise sıvı fazın toz karışımında bulunan bileşenlerinden bir tanesinin ergimesi veya ötektik faz oluşumu ile oluşmasıdır.

Buhar faz sinterlemesi

Buhar fazı sinterlemesi sadece birkaç sistemde önem taşır. Bu işlemi iten güç, yüzey eğriliği nedeniyle buhar basıncında meydana gelen farktır. Tozların yüzeyi, pozitif eğrilik yarıçapına sahip olup buhar basıncı yüksektir. Diğer taraftan iki tozun birbirine temas ettiği boyun bölgesinde eğrilik yarıçapı negatif olup, buhar basıncı düşüktür [30].

5. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada; ilk olarak alümina tozunun boyutunu küçültmek için öğütme işlemi yapılmıştır. Sinterleme mekanizmasında ilk tane boyutunun etkisi oldukça önemlidir. Boyutu küçük olan tozlar sinterlemede kolaylık sağlar [29]. TEK ile seramik parçaların üretiminde çözücü bağlayıcı giderme zaman açısından avantaj sağlar fakat çözücü bağlayıcı giderme için kullanılan organik çözücüler: yanıcı, kanser yapıcı ve çevreye zararlı olduğundan yola çıkarak bu çözücüler yerine suda çözülen PEG bağlayıcıları kullanılmıştır. Çalışmada ağırlıkça %65 PEG8000, %30 PP, %5 SA'dan oluşan polimer esaslı bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Bağlayıcı sistemi ile alümina tozları karıştırılarak dört farklı oranda MgO takviyesi (takviyesiz, ağırlıkça %0,5, %1, %1,5 oranlarında) yapılmıştır. Toz+bağlayıcı karışımlarının kılcal reometrede farklı oranlarda reoloji deneyleri yapılarak, karışımların reolojileri belirlenmiştir. Çalışmada MgO takviyesinin amacı katı hal sinterlenmesinde alüminanın gözeneklerinin tane sınırlarına bağlanarak tane sınırı hareketini zayıflatıp tane büyümesini önlemektedir. Böylelikle daha küçük tane yapılı ve daha yüksek yoğunluğa sahip alümina elde edebilmektir [10, 26, 27, 28, 32]. En uygun reoloji deneyleri sonuçlarına göre oluşturulan granül halindeki besleme stoklarından enjeksiyonda çekme ve eğme numuneleri kalıplanmıştır. Numunelere önce bağlayıcı giderme işlemi, sonra sinterleme işlemi uygulanmıştır. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri ve büzülme miktarları belirlenmiştir. Numunelerin çekme ve eğme mukavemetleri belirlendikten sonra mikroskobik çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

5.1. Malzeme

5.1.1. Alümina tozu (Al_2O_3)

Deneylerde kullanılan alümina tozu Treibacher Schleifmittel firması tarafından üretilmiştir.

Kullanılan alüminanın kodu ALODUR WSK F500 fused alümina olup, tozun ve alüminanın genel özellikleri Çizelge 5.1’de görülmektedir.

Çizelge 5.1. Kullanılan toz ve alüminanın genel özellikleri [17, 46]

a) Kullanılan tozun genel özellikleri	
Saflık	%99,6
Yoğunluk [g/cm^3]	3,96
Molekül Ağırlığı [g/mol]	101,961
Sertlik Mohs	9
b) Alüminanın genel özellikleri	
Çekme Mukavemeti [MPa]	300
Elastik Modül [GPa]	370
Eğme Mukavemeti [MPa]	400
Poisson Oranı	0,22
Ergime Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]	2054
Kaynama Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]	3000
Termal İletkenlik [W/m.K]	28

Gazi Üniversitesi Makine Mühendisliği Prof. Dr. Süleyman Sarıtaş Toz Metalurjisi Laboratuvarında (SSTML) bulunan Malvern Mastersizer lazerle boyut ölçme cihazıyla (Şekil 5.1) ortalama toz boyutları belirlenmiştir.

TEK’de toz boyutu 20 μm altında olması ve özellikle seramiklerin karmaşık şekilli olmasından dolayı toz boyutu ortalamasının 10 μm altında olması gerekmektedir [1, 17].

Mevcut alümina tozunun boyutu ileri aşamalarda sorun çıkaracağı düşünüldüğünden SSTML’de bulunan Turbula marka üç boyutlu karıştırıcıda öğütme işlemi yapılmıştır. Öğütme işlemi 10 mm çapında zirkonya bilyalar ile yapılmıştır. 300 g zirkonya bilyalar ile 150 g alümina tozu 1000 ml hacminde kaba konularak 12 ve 24 saat öğütülmüştür.

5.1.2. Magnezyum oksit (MgO)

Deneylelerde takviye malzemesi olarak kullanılan magnezyum oksit tozu Merck Co. firması tarafından üretilmiştir. Magnezyum oksite ait özellikler Çizelge 5.2’de verilmiştir.

Çizelge 5.2. Magnezyum oksitin özellikleri

MgO	
Temin edilen yer	Aklar Kimya
Yoğunluk [g/cm ³]	3,58
Molekül Ağırlığı [g/mol]	40,30
Erime Sıcaklığı [°C]	2800
Kaynama Sıcaklığı [°C]	3600
Suda Çözünürlük	Çözünmez

5.2. Bağlayıcı Malzemeler

Bağlayıcı sistemi; enjeksiyon kalıplama yapılacak MgO takviyeli ve takviyesiz alümina tozlarını sinterleme aşamasına kadar bir arada tutacak olan iskelet bağlayıcı polipropilen (PP), kalıplama esnasında akışı kolaylaştıracak olan ana bağlayıcı PEG8000 ve toz-kalıp arası yağlayıcı (nemlendirici, kayganlaştırıcı) etkisi olan stearik asit (SA)’dan oluşmaktadır. Bu bağlayıcı sisteminin tercih edilmesinde literatürde daha önce yapılmış çalışmalar etkili olmuştur [12, 17, 46, 47, 51, 52, 53, 63].

Polietilenglikol (PEG)

TEK ile seramik parçaların üretiminde çözücü bağlayıcı giderme zaman açısından avantaj sağlar fakat çözücü bağlayıcı giderme için kullanılan organik çözücüler: yanıcı, kanser yapıcı ve çevreye zararlı olduğundan günümüzde yerini insan sağlığına ve çevreye zararsız olan suda çözünebilen bağlayıcı sistemlerine bırakmıştır [20].

PEG çizgisel yapıdaki polimerlerin suda çözünen bir ailesini meydana getirir ve etilenoksit'in ilave reaksiyonu ile elde edilir. $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$ genel kimyasal gösterimi olup n tekrarlanan oksietilen gruplarının ortalama sayısıdır. PEG'ler ortalama molekül ağırlıklarının numaralarıyla nitelendirilirler [17, 51, 63]. Bu çalışmada kullanılan PEG8000'in özellikleri Çizelge 5.3'de gösterilmiştir.

Çizelge 5.3. PEG8000'in özellikleri [47]

PEG8000	
Temin edilen yer	Alfa Aesar
Yoğunluk [g/cm^3]	1,204
Erime Sıcaklığı [$^{\circ}C$]	60-63
Bozulma Başlangıç Sıcaklığı [$^{\circ}C$]	304
Parlama Sıcaklığı [$^{\circ}C$]	240
Suda Çözünürlük	Çözünür

Polipropilen (PP)

Toz ve granül halinde bulunabilen bu hammadde, kimyasal formülü $CH_2CH(CH_3)$ olarak gösterilmektedir. Enjeksiyon kalıplamada toz halinde kullanılan bu termoplastik, bağlayıcı giderme işlemi esnasında suda çözünmediği için yapıda iskelet rolü oynar ve parçaları dağılmadan sinterleme aşamasına götürür. Bu çalışmada kullanılan PP'nin özellikleri Çizelge 5.4'de gösterilmiştir.

Çizelge 5.4. PP'nin özellikleri [47]

PP	
Temin edilen yer	Petkim A.Ş.
Yoğunluk [g/cm^3]	0,85
Erime Sıcaklığı [$^{\circ}C$]	189
Bozulma Başlangıç Sıcaklığı [$^{\circ}C$]	-
Parlama Sıcaklığı [$^{\circ}C$]	-
Suda Çözünürlük	Çözünmez

Stearik asit (SA)

Kimyasal formülü ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}_2\text{H}$) olan bu maddenin, bağlayıcı sistemlerinde yağlayıcı olarak kullanılması yaygındır. Bu çalışmada kullanılan SA'nın özellikleri Çizelge 5.5'te gösterilmiştir.

Çizelge 5.5. SA'nın özellikleri [47]

SA	
Temin edilen yer	Merck Co.
Yoğunluk [g/cm^3]	0,94
Erime Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]	68-70
Bozulma Başlangıç Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]	395
Parlama Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]	196
Suda Çözünürlük	Çözünmez

5.3. Boyut Analizi

Ortalama toz boyutları SSTML'de bulunan ve Şekil 5.1'de gösterilen Malvern Mastersizer lazerle boyut ölçme cihazıyla belirlenmiştir.



Şekil 5.1. Malvern Mastersizer lazerle boyut ölçme cihazı

5.4. Kılcal Reometre Deneyleri

Kılcal reometre deneyleri için oluşturulacak besleme stoklarının bileşim oranlarına karar verilirken alüminanın literatürdeki reoloji çalışmaları incelenmiştir. Yapılan inceleme sonucunda besleme stoğu bileşim oranının hacimce %50-%60 aralığında alümina ve %40-%50 aralığında bağlayıcı olduğu görülmüştür [11, 12, 13, 17, 22]. Bu çalışmalarda alüminanın hacimce %60'ı geçen ve bağlayıcının hacimce %50'yi geçen yükleme oranlarına rastlanmamıştır.

Bu çalışmalara dayanarak kılcal reometre deneyleri için dört farklı besleme stoğu oluşturulmuştur. Bunlar: hacimce %51 alümina+%49 bağlayıcı, %53 alümina+%47 bağlayıcı, %56 alümina+%44 bağlayıcı ve %59 alümina+%41 bağlayıcıdır.

Kılcal reometre deneyleri için çok büyük miktarlarda besleme stoğu oluşturmak anlamsızdır. Onun için deneylerde kullanılacak besleme stoklarının 25-30 g arasında olmasına özen gösterilmiştir. Besleme stoğundaki bağlayıcı sistemi ağırlıkça %65 PEG8000, %30 PP ve %5 SA'dan oluşmaktadır.

Bağlayıcı sisteminin yoğunluğu: 1,09 g/cm³

Alüminanın yoğunluğu: 3,96 g/cm³

Literatürde besleme stokları oluşturulurken yapılan uygulama; belirli hacime karşılık gelen kütle miktarlarının karıştırılması şeklindedir.

Örnek:

10 cm³ hacim için %51 Alümina+%49 Bağlayıcı sistemi oluşturulurken:

$10 \text{ cm}^3 \times 51/100 = 5,1 \text{ cm}^3$ alüminaya denk gelen kütle miktarı,

$10 \text{ cm}^3 \times 49/100 = 4,9 \text{ cm}^3$ bağlayıcı sistemine denk gelen kütle miktarlarının toplamı şeklindedir.

Hem alüminanın hem de bağlayıcı sisteminin yoğunlukları bilindiğine göre besleme stoğu oluşturulabilir.

$$\begin{aligned} \text{Alümina miktarı} &= d_{\text{alümina}} \times V_{\text{alümina}} & \text{Bağlayıcı sis. miktarı} &= d_{\text{bağ}} \times V_{\text{bağ}} \\ &= 3,96 \times 5,1 & &= 1,09 \times 4,9 \\ &= 20,19 \text{ g} & &= 5,34 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{Besleme stoğu teorik yoğunluğu} = \frac{20,19 + 5,34}{5,1 + 4,9} = 2,55 \text{ g/cm}^3 \text{ dür.}$$

Verilen örnekte 10 cm^3 hayali hacime karar verilirken besleme stoğunun 25-30 g arasında olması istendiği içindir. Zaten alümina ve bağlayıcı sisteminin kütleleri toplanırsa ($20,19 + 5,34 = 25,53 \text{ g}$) istenilen değer sağlanacaktır.

Bu örnekle yola çıkarak bu çalışmada kullanılacak farklı hacim oranlarında alümina-bağlayıcı sisteminden oluşan besleme stoklarının karışım miktarları ve teorik yoğunlukları Çizelge 5.6'da verilmiştir.

Çizelge 5.6. Farklı hacim oranlarındaki besleme stoklarının özellikleri

Besleme Stoğu	Alümina hacim oranı (%)	Bağlayıcı sis. hacim oranı (%)	Alümina kütle miktarı [g]	Bağlayıcı sis. kütle miktarı [g]	Teorik yoğunluk [g/cm^3]
1	51	49	20,19	5,34	2,55
2	53	47	20,98	5,12	2,61
3	56	44	22,17	4,79	2,70
4	59	41	23,36	4,46	2,78

Hassas terazi ile oluşturulan dört farklı besleme stoğu SSTML'de bulunan Turbula marka üç boyutlu karıştırıcıda 50 dakika süre ile karıştırılmıştır. Bu aşamada MgO takviyesi yapılmamıştır. Buradaki gerekçe ise takviyesiz alümina için en ideal karışım oranı yapılacak reoloji deneyleri sonucunda belirlenmesi ve bu orana ağırlıkça %0,5 , %1 ve %1,5 oranlarında MgO takviyesi yapılması ön görüşüdür. Çünkü MgO'nun yoğunluğu ($d_{\text{MgO}}=3,58 \text{ g/cm}^3$) alüminanın yoğunluğuna yakın olmasında dolayı, yapılacak takviyenin alüminanın reolojik özellikleri önemli

miktarda etkilemeyeceği düşünülmüştür. Yapılan deneyler sonucunda en uygun oranın %53 alümina+ %47 bağlayıcı olduğu görülmüş ve bu oranda MgO takviyeli (ağırlıkça %0,5 , %1, %1,5) olan üç farklı besleme stoğu oluşturulup, reoloji deneyleri yapılmış ve özellikleri belirtilmiştir.

Kılcal reometre deneylerinin yapılışı

Kılcal reometre deneyleri, SSTML’de bulunan kılcal reometre cihazıyla gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.2). Hazırlanan dört farklı besleme stoklarının reolojik özelliklerini belirlemek için yapılan reoloji deneyleri, ASTM D1238 ve TS 1675 [75] standartlarına uygun olarak yapılmıştır. Elde edilen besleme stoğu kılcal reometreden geçirilerek, değişen kayma gerilmelerinde viskozitesi ve kayma hızı belirlenmiştir. Reolojik çalışmalarda kullanılan kılcal reometrenin silindir uzunluğu 115 mm, iç çapı 10 mm’dir. Silindir boyunca çalışabilen pistonun boyu 6,35 mm’dir. Kalıp 8 mm uzunluğunda ve 2 mm çapındadır.

Besleme stoğu tane haline getirildikten sonra, cihaz temizlenmiştir. Deneylere başlamadan önce silindir ve piston sıcaklığı 15 dk süre ile $190 \pm 0,5$ °C’de tutulmuş, deney sırasında da bu sıcaklığın değişmezliği sağlanmıştır. Silindir, ağırlığı bilinen besleme stoğu ile doldurulmuş ve üzerinde yük bulunmayan piston, silindir üstünden içeri doğru sokulmuştur. Numune konulmasından 8 dk sonra besleme stoğunu ekstrude etmek için, piston üstüne yük konulmuştur. Numunenin silindire konulmasından belli bir süre sonra ilk akan kısımlar ve içinde hava kabarcığı bulunan kısımlar atılmıştır.

Bundan sonra akan miktar ve akış süresi ölçülmüştür. Her denemeden sonra silindir iç yüzeyi ve kalıp iç ve dış yüzeyleri aşındırıcı olmayan bir malzeme ile temizlenmiştir.

Deneylerde sırasıyla hacim olarak %51, 53, 56, 59 alümina tozu oranlı dört farklı besleme stoğunun 170, 180, 190, 200, 210 °C sıcaklıklarda 3 ve 5 kg ağırlıklarla akan kütle miktarı ve akış süresi ölçülmüştür.

Ölçülen bu değerler ile kayma gerilmesi, kayma hızı ve viskoziteleri hesaplanmıştır. Bu hesaplamalarda Eş.5.1- Eş.5.3 kullanılmıştır.

$$\tau_w = \frac{\Delta P.R_c}{2.L} \quad (5.1)$$

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4.Q}{\pi.R^3} \quad (5.2)$$

$$\eta_a = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_a} \quad (5.3)$$

Bu ifadeler sadeleştirildiğinde;

$$\text{Kayma gerilmesi [Pa]} = \frac{P.r}{2.L} = \frac{F.r}{2.\pi.R^2.L}$$

$$\text{Kayma hızı [s}^{-1}\text{]} = \frac{4.Q}{\pi.r^3} = \frac{4.V}{\pi.r^3.t}$$

$$\text{Viskozite [Pa.s]} = \frac{P.\pi.r^4}{8.L.Q} = \frac{F.r^4.t}{8.R^2.L.V}$$

Burada;

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),

t: Akış süresi [s]'dir.



Şekil 5.2. Kılcal reometre

Yapılan deneyler sonucunda en uygun oranın %53 alümina+ %47 bağlayıcı olduğu görülmüştür. Daha sonra bu oranda MgO takviyeli (ağırlıkça %0,5 , %1, %1,5) olan üç farklı besleme stoğu oluşturulup aynı şekilde 170, 180, 190, 200, 210 °C sıcaklıklarda 3 ve 5 kg ağırlıklarla akan kütle miktarı ve akış süresi ölçülmüştür.

Belirlenen kayma gerilmesi, kayma hızı ve viskozite değerleri çizelgeler halinde belirtilerek aşağıdaki grafikler çizilmiştir.

1. Viskozite [Pa.s]-Sıcaklık [°C] grafiği,
2. Viskozite [Pa.s]-Kayma hızı [s^{-1}] grafiği,
3. Log Viskozite [Pa.s]-Log Kayma hızı [s^{-1}] grafiği,

Ayrıca erime davranış indeksi hesabı (m), erime akış indeksi hesabı (EAI) ve akıcılık($1/\eta$) belirlenmiştir.

5.5. Besleme Stoğu Hazırlama

Besleme stoğu; karıştırma ve granülleme (taneleme) yöntemleri kullanılarak hazırlanmıştır.

5.5.1. Karıştırma

Besleme stoğu oluştururken karıştırma işlemi çok önemlidir. Çünkü toz ve bağlayıcı malzemenin birbirleriyle homojen karışımları ve hatta bağlayıcı sisteminin toz malzemeyi kaplaması beklenir.

Karıştırma işlemi SSTML’de bulunan Turbula marka üç boyutlu karıştırıcı (Şekil 5.3.a) ile yapılmıştır. Bağlayıcılar belli oranlarında yaklaşık 50 dk kuru ortamda karıştırılmış ve bu süre homojen bir karışım için yeterli olmuştur. Daha sonra alümina tozları bağlayıcı sistemi ile birlikte aynı şekilde 50 dk sürede karıştırılmıştır. Karışımın homojenliğini sağlamak ve küçük boyutlu tozların kabın kenar boşluğundan sızmasını engellemek için özel silikon kapaklı karıştırma kabı kullanılmıştır (Şekil 5.3.b).



Şekil 5.3. Karıştırma üniteleri: a) Turbula üç boyutlu karıştırıcı, b) Karıştırma kabı

5.5.2. Granülleme (Taneleme)

Granülleme işlemi SSTML’de bulunan çift vidalı Kraus-Maffei marka ekstrüder ile yapılmıştır (Şekil 5.4.a). Öncelikle ekstrüderin silindir ısıtıcıları ve kafa (uç) ısıtıcısı açılmıştır. Silindir sıcaklığı 165 °C’ye, kafa sıcaklığı ise 195 °C’ye ayarlanmıştır. Bu

sıcaklıkların belirlenmesinde ekstrüzyon edilecek besleme stoğu içerisindeki bağlayıcı malzemelerin en yüksek erime sıcaklığına sahip malzeme göz önüne alınmıştır. Kullanılan besleme stoğunda 189 °C ile en yüksek erime sıcaklığına sahip malzeme PP'dir. Silindir sıcaklığının arka kısımda düşük, kafa (uç) kısımda daha yüksek olmasının sebebi ise arka kısımda daha katı malzeme ile uç kısımdaki daha yumuşak malzemeyi öne doğru iterek daha kolay ekstrüzyon edilebileceği gerçeğidir.

Ekstrüder istenen sıcaklıklara ulaştığında, hazırlanan toz-bağlayıcı sistemi karışımı huni şeklindeki hazneye yavaşça boşaltılmıştır. Daha sonra 50 dev/dk'de tüm besleme stoğu granül edilmiştir.

Ekstrüzyon işlemi esnasında hava kabarcıklarının granül edilmiş malzemede kalmaması için uç kısım ile silindir arasında kalan bölgeden bir vakum pompasıyla hava çekilmiştir (Şekil 5.4.b).



Şekil 5.4. a) Kraus-Maffei marka ekstrüder, b) Vakum bölgesi

5.6. Toz Enjeksiyon Kalıplama İşlemi

Kalıplama işlemi SSTML'de bulunan ARBURG Allrounder 220S marka enjeksiyon makinesinde gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.5).

Besleme haznesiyle meme sıcaklığı arasındaki fark 20-30 °C'yi aşmayacak şekilde ayarlanmalıdır [76]. Buna göre besleme boğaz sıcaklığı 35 °C ve silindir içerisindeki ilk sıcaklık 170 °C'den başlatılarak birbirini takip eden sıcaklık bölgelerine 5-10 °C farklarla artışlar yapılmış ve en uç (meme) sıcaklığın en yüksek sıcaklık değeri olmasına özen gösterilmiştir.

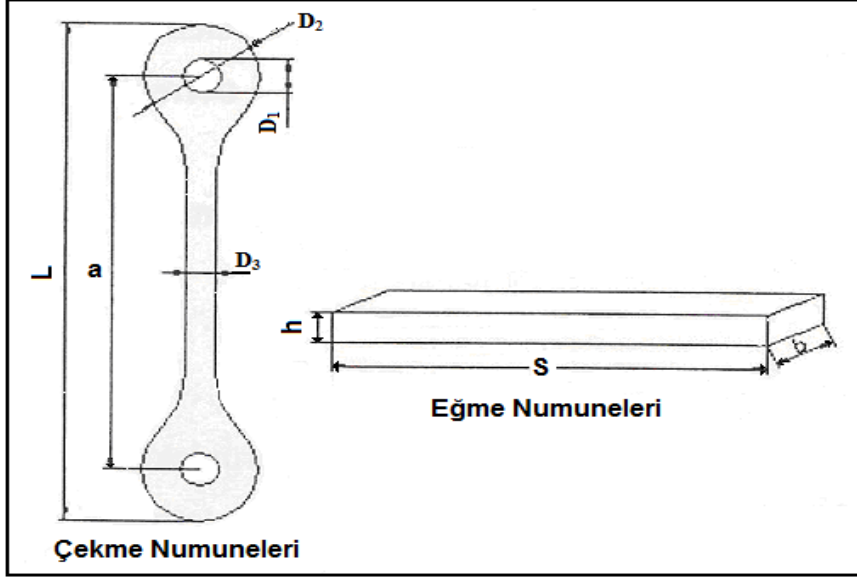
Kalıp ısıtması, besleme stoğunun viskozitesinin 1000 Pa.s üzerinde olduğu durumlarda gerçekleştirilmektedir. Yapılan reoloji çalışmalarında, viskozitenin 1000 Pa.s'nın altında olmasına önem verilerek kalıp ısıtma zorunluluğu giderilmiştir. Ayrıca yağlayıcı olarak kullanılan SA'nın erime sıcaklığının (68–70 °C) düşük olması nedeniyle kalıp ısıtması bu çalışma için zaten uygun değildir. Belli bir enjeksiyon sayısından sonra kalıp dolaylı olarak ısınmakta ve kalıp sıcaklığı kararlı hale gelmektedir. Bu da ilk kalıp doldurmaya göre besleme stoğunun daha rahat akmasını, kalıptan uzaklaştırılırken ise yüzeye yapışmamasını sağlamaktadır [47].



Şekil 5.5. ARBURG Allrounder 220S marka enjeksiyon tezgâhı

Enjeksiyonda iki farklı tip (büyük, küçük) çekme numunesi ile tek tip eğme numunesi kalıplanmıştır. Bu numunelerin geometrileri Şekil 5.6'da, ham yoğunluktaki boyut ölçüleri ise Çizelge 5.7'de görülmektedir. Numune geometrileri

ve ham boyutları aynı kalıplar kullanıldığı için Yücel'in [17] numuneleri ile aynı özellik ve değerlere sahiptir.



Şekil 5.6. Çekme ve üç nokta eğme numunelerinin geometrileri

Çizelge 5.7. Çekme ve eğme numunelerinin ham yoğunluktaki boyutları

Numune Tipi	Boyutlar	Ölçüler [mm]	
		Büyük	Küçük
ÇEKME	L	118	108
	a	93,6	85,3
	D ₁	7,88	5,85
	D ₂	24,5	22,75
	D ₃	5,85	3,82
EĞME	b	12,2	
	h	7,7	
	S	89,5	

5.7. Bağlayıcı Giderme

Bağlayıcı giderme işlemi, kullanılan bağlayıcı sistemine göre belirlenir. Bu çalışmada kullanılan bağlayıcı sisteminden (%65 PEG8000, %30 PP, %5 SA) dolayı iki aşamada gerçekleştirilmiştir.

İlk aşamada ana bağlayıcı PEG8000'in suda çözünmesi, iskelet bağlayıcı PP'nin ve yağlayıcı SA'nın suda çözünmemesinden faydalanarak PEG8000 uzaklaştırılmıştır. İkinci aşamada ise numuneleri sinterleme aşamasına kadar taşıyacak olan PP ve yağlayıcı SA sinterlemenin ilk aşamasında ısı ile uzaklaştırılmıştır.

Çözücüde bağlayıcı giderme işlemi çok kritik bir süreçtir. Bu işlem, gerekenden çok hızlı ve yüksek sıcaklıklarda yapılırsa ve gereken bekleme süresinden fazla süre beklenirse numunelerde çarpılma gözlenebilir. Bu yüzden literatürde aynı bağlayıcı sisteminin kullanıldığı çalışmalar [17, 20, 46, 47] incelenerek sıcaklık ve süreler belirlenmiştir. Tespit edilen sıcaklık ve bekleme süreleri denenerek uygunluğu araştırılmıştır. Öncelikle bir adet numune kullanılmış ve uygun sonuç alındıktan sonra diğer numuneler aynı şartlarda işleme tabi tutulmuştur.

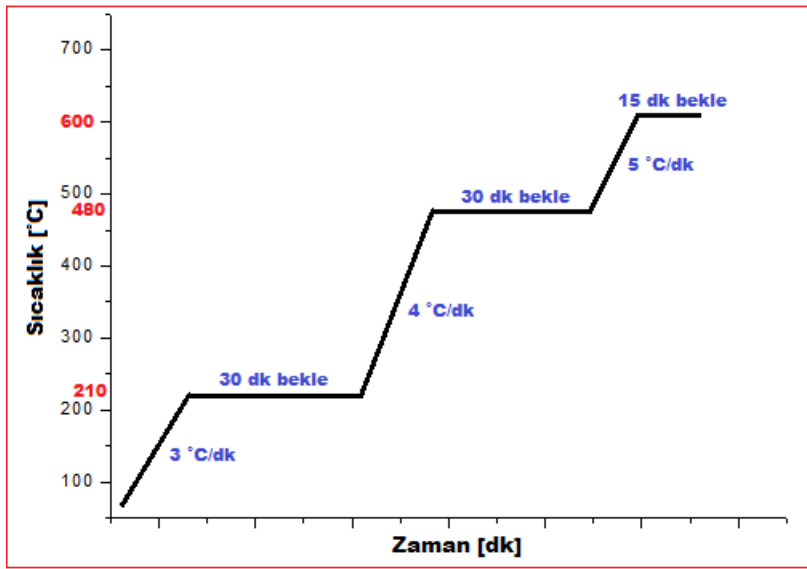
İlk aşama SSTML'de bulunan Protherm marka fırında gerçekleştirilmiştir. Tüm numuneler suyla dolu metal bir kap içerisine konularak fırın içerisine sürülmüş ve 60°C'de 24 saat bekletilmiştir. Su içinde çözünen PEG8000'nin erime sıcaklığının 60-63 °C olması sebebiyle, su sıcaklığı 60 °C seçilmiştir. Daha sonra numuneler, 50 °C'de 5 saat kurutulmuş ve soğumaya bırakılmıştır.

Su sıcaklığının 60 °C seçilmesinin diğer bir nedeni ise, çözücü bağlayıcı uzaklaştırmada optimum sıcaklık aralığının 50-90 °C arasında olmasıdır. Burada önemli olan çözücü ortam sıcaklığı ile bağlayıcının ergime sıcaklığının yakın olmasıdır. Yüksek (>90 °C) sıcaklıklarda çökme ve düşük (<50 °C) sıcaklıklarda çatlak görüldüğü aynı bağlayıcı sistemi kullanılan benzer çalışmalarda [46, 47] ifade edilmiştir.

Numunelerin bağlayıcısı giderilme işleminden önceki ve sonraki ağırlıkları 0,001 g hassas terazide tartılarak kütlece % bağlayıcı kaybı belirlenmiştir.

Isıl bağlayıcı giderme işlemi Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitim Bölümü Malzeme Laboratuvarında bulunan 1800 °C'de çalışabilen Carbolite marka fırında gerçekleştirilmiştir. Isıl bağlayıcı giderme işlemi, sinterleme işleminin

başlangıcında gerçekleştirilmiştir. Isıl bağlayıcı giderme işlemi ilk önce 210 °C'ye kadar 3 °C/dk ısıtma hızıyla çıkma ve bu sıcaklıkta 30 dk bekleme, sonra 4 °C/dk ısıtma hızıyla 480 °C'ye çıkma ve bu sıcaklıkta 30 dk bekleme, daha sonra 5 °C/dk ısıtma hızıyla 600 °C'ye çıkma ve bu sıcaklıkta 15 dk bekleme olarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.7). Böylece tamamlanan ısıl bağlayıcı giderme işleminin (ön sinterleme) ardından numuneler fırın içinden çıkarılmadan sinterleme işlemine devam edilmiştir.



Şekil 5.7. Isıl bağlayıcı giderme işlemi

5.8. Sinterleme

Sinterleme işlemi, literatürdeki çalışmalar referans alınarak gerçekleştirilmiştir. Ancak yapılan incelemelerde toz boyutu sinterleme parametrelerini etkilediğinden bu çalışmadaki toz boyutuna yakın olan çalışmalar göz önüne alınmıştır.

İlk deneme H. Bakan ve M. Güneş'in çalışması referans alınarak gerçekleştirilmiştir [16]. Bu çalışmada yazarlar 1550°C'de 1 saat sinterleme işlemi yapmışlardır. Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında bulunan 1600 °C'de çalışabilen Protherm marka fırında (1550-1570-1595 °C)'de farklı sürelerde yapılan ilk denemeler tatmin edici sonuçlar vermemiştir. Daha sonraki denemelerde toz

boyutu bu çalışmadakine yakın olan H. Zeming ve J. Ma [29] ve İ. Yücel [17]'in çalışmaları referans alınarak gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme işlemi Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitim Bölümü Malzeme Laboratuvarında bulunan Carbolite marka fırında gerçekleştirilmiştir. Isıl bağlayıcı giderme işleminden sonra fırın 600 °C'ye ulaşmıştır. Sonra 10 °C/dk ile 1200 °C'ye çıkılmış ve bu sıcaklıkta 15 dk beklenmiş daha sonra 15 °C/dk ile farklı numunelerde (1650-1700-1720-1740-1750-1775 °C)'ye çıkılmış ve burada 2-14 saat süre ile sinterleme işlemleri yapılmıştır.

5.9. Sinterlenmiş Parçaların % Büzülme ve Yoğunluklarının Belirlenmesi

Çekme ve eğme numunelerinin yoğunluk ve % büzülme oranları, TS 2305 [77] ve TS EN 623-2 [78] standartlarına uygun olarak yapılmıştır. Sinterlenmiş deney numunelerinin yoğunlukları Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. Numunelerin kuru haldeki ağırlıkları ölçülmüş ve gözeneklere suyun girmemesi için numune yüzeyi ağırlıkça %5 parafin ve %95 xylene çözeltisi içerisine daldırılarak kaplanmıştır. Kaplamanın ardından havada kurutulup tekrar tartılmıştır. Son olarak saf suyun içerisine daldırılıp ağırlıkları ölçülmüştür. Aşağıdaki bağıntı kullanılarak yoğunluk hesaplanmıştır.

$$\text{Yoğunluk} = \left(\frac{m_1}{m_2 - m_3} \right) \rho_w \quad (5.4)$$

% Teorik yoğunluk = (Sinterlenmiş parçanın yoğunluğu / Alümina yoğunluğu) x 100

m_1 = Kuru deney numunesinin havadaki kütlesi

m_2 = Numunenin çözeltiliye daldırılıp kaplandıktan sonraki kütlesi

m_3 = Numunenin sudaki kütlesi

ρ_w = Oda sıcaklığındaki saf su yoğunluğu, 0,997 g/cm³ olarak alınmıştır.

% Büzülme oranı ise parçaların sinterlenmeden önceki ve sonraki boyutları kumpasla ölçülerek yapılmıştır.

$$\% \text{ Büzülme} = \left(\frac{b - a}{b} \right) \times 100 \quad (5.5)$$

b = Sinterleme öncesi ölçülen boyut, a = Sinterleme sonrası ölçülen boyut,

5.10. Çekme ve Üç Nokta Eğme Deneyleri

Deneyler Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği laboratuvarında bulunan 5 kN kapasiteli bilgisayar kontrollü Schimadzu marka çekme cihazı (Şekil 5.8.a) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Cihazın alt ve üst tarafında sökülüp-takılabilen oynar çeneler bulunmaktadır.

Çekme deneyleri için bu çeneler sökülerek yerine özel üretilen aparat (Şekil 5.8.b) takılmıştır. Deneyde kafa hızı sabit olarak 0,5 mm/dk seçilip yükü artırmak suretiyle TS ISO 15490 [79] standartı esas alınarak yapılmıştır. Eğme deneyleri de aynı cihaz ile TS ENV 12789 [80] standartları esas alınarak yapılmıştır. Alt ve üst çeneler sökülüp yerlerine 4 mm çapındaki destek silindirleri takılmıştır. Alt kısmındaki iki destek silindir arası mesafe 40 mm olacak şekilde ayarlanmıştır. Deney, kafa hızı sabit olarak 0,5 mm/dk seçilip yükü artırmak suretiyle yapılmıştır.



Şekil 5.8. a) Schimadzu marka çekme cihazı, b) Özel üretilmiş çekme testi aparatı

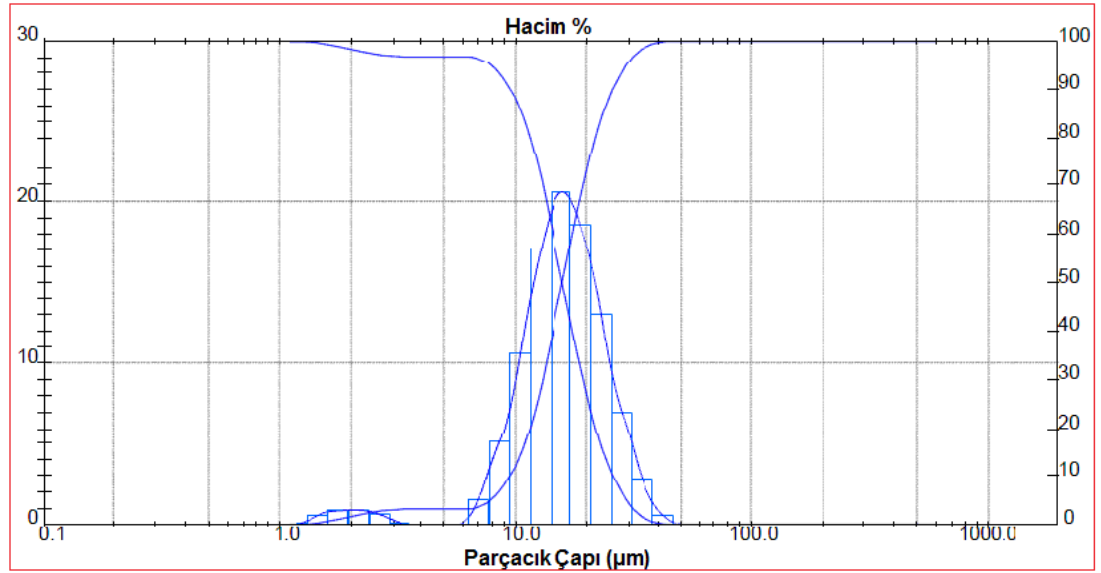
5.11. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Çalışmaları

Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitim Bölümü Malzeme laboratuvarında bulunan JEOL marka JSM-6060LV Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası yapısal durumları incelenmiştir.

6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

6.1. Boyut Analizi ve Öğütme

Öğütme işleminden önce ortalama alümina boyutu $d_{0,5}=15,88 \mu\text{m}$ olarak belirlenmiştir. Bu ölçümlerden elde edilen toz boyut dağılımları grafiksel olarak Şekil 6.1’de, analiz değerleri tablo olarak EK-1’de verilmiştir. Buna göre alümina tozlarının %10’u $9,54 \mu\text{m}$ ’den, %90’ı ise $25,70 \mu\text{m}$ ’den küçüktür.

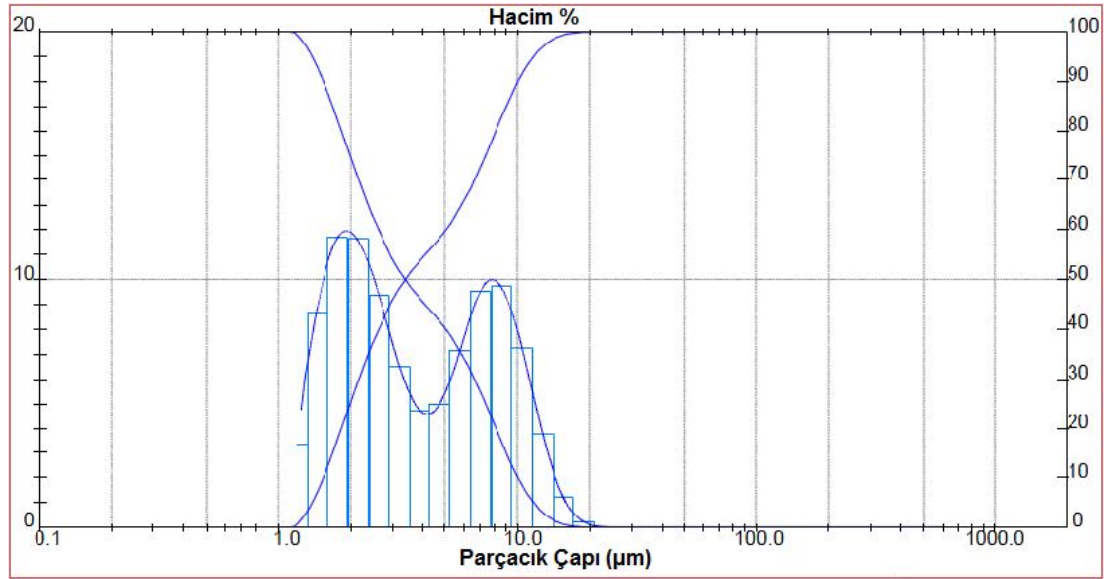


Şekil 6.1. Alüminanın ilk tane boyutunun grafiksel dağılımı

Sorunsuz bir TEK için toz boyutunun $20 \mu\text{m}$ ’nin altında, seramiklerde ise $10 \mu\text{m}$ altında olması gerekmektedir [1, 17]. Bu nedenle mevcut alümina tozuna 12, 24 ve 36 saat süre ile öğütme işlemi uygulanarak $15,88 \mu\text{m}$ olarak ölçülen ortalama boyut $10 \mu\text{m}$ ’nin altına indirilmiştir. 12 saatlik öğütme işleminin ardından yapılan ölçüm sonucunda ortalama toz boyutu $12,65 \mu\text{m}$ olarak belirlenmiştir. Bu sonuç yeterli görülmemiş ve 24 saat öğütme işlemi uygulanmıştır. 24 saatlik öğütme işlemi sonucunda ortalama toz boyutu $3,37 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Bu boyut TEK işlemi için ideal olmasına karşın 36 saatlik öğütme işlemi yapılmış ve bu işlem sonunda ortalama toz boyutu $3,04 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Boyutsal anlamda önemli bir

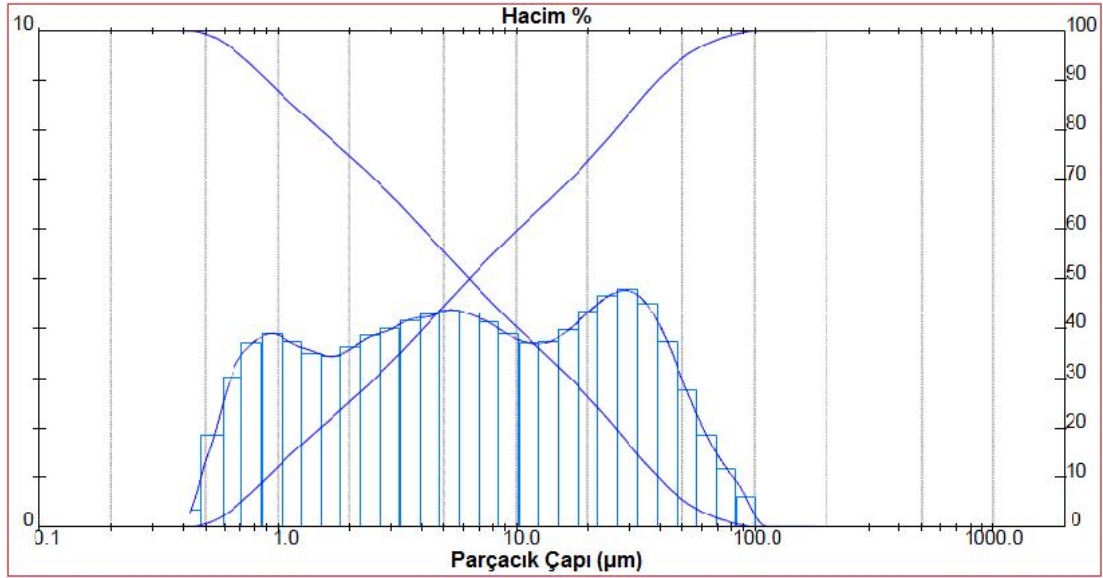
değişim olmadığı için, bu tez kapsamında kullanılan alümina tozuna 24 saatlik öğütme işlemi uygulanmıştır.

24 saat öğütülmüş alüminanın toz boyut dağılımları grafiksel olarak Şekil 6.2’de, analiz değerleri de tablo olarak EK-2’de verilmiştir. Buna göre alümina tozlarının %10’u $1,54 \mu\text{m}$ ’den, %90’ı ise $10,06 \mu\text{m}$ ’den küçüktür.



Şekil 6.2. 24 saat öğütülmüş alüminanın toz boyut dağılımı

Takviye malzemesi olarak kullanılan MgO tozu ortalama boyutu $d_{0,5}=6,37 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Bu boyutun TEK işleminde her hangi bir sorun çıkarmayacağı düşünülerek MgO tozu için öğütme işlemine gerek olmadığı kanaatine varılmıştır. MgO tozu boyut dağılımı grafiksel olarak Şekil 6.3’de, analiz değerleri tablo olarak EK-3’de verilmiştir. Buna göre MgO tozlarının %10’u $0,91 \mu\text{m}$ ’den, %90’ı ise $39,33 \mu\text{m}$ ’den küçüktür.



Şekil 6.3. MgO'nun tane boyutunun grafiksel dağılımı

6.2. Kılcal Reometre Deney Sonuçları

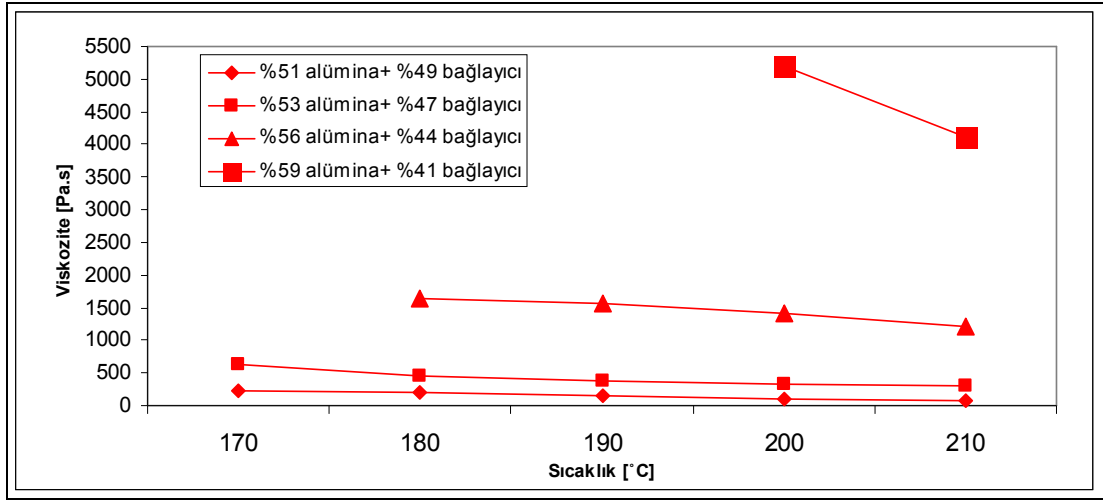
Oluşturulan dört farklı besleme stoğunun (hacimce %51 alümina+ %49 bağlayıcı, %53 alümina+ %47 bağlayıcı, %56 alümina+ %44 bağlayıcı ve %59 alümina+ %41 bağlayıcı) reoloji deneylerinin sonuçları Çizelge 6.1'de verilmektedir. Ayrıca 0,6 MPa ve 1 MPa basınç değerleri için viskozite-sıcaklık ve viskozite-kayma hızı grafikleri (Şekil 6.4-Şekil 6.7) verilerek besleme stoklarının TEK işlemi için uygunluğu araştırılmıştır. Kritik toz yükü (kritik yükleme oranı) bulunarak ve en uygun orana karar verilerek MgO takviyesi yapılmıştır.

Çizelge 6.1 incelendiğinde sıcaklık 170 °C'de iken %51 ve %53 alümina içeren besleme stoklarının viskozite değerlerinin diğer sıcaklıklara göre yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum, karışım içerisindeki PP'nin tam anlamı ile erimemesinden kaynaklanmaktadır (PP'nin erime sıcaklığı 189 °C'dir). Artan sıcaklık değerleri ile viskozite düşmekte, kayma hızı ise artmaktadır. %56 ve %59 alümina içeren besleme stoklarıyla yapılan reoloji çalışmalarında, 170 °C'de 3 kg ve 5 kg ağırlıklarla uzun süre beklenmesine rağmen karışımın akmadığı gözlenmiştir. %59 alümina içeren besleme stoğu için, 180 °C ve 190 °C sıcaklıklarda da akma gerçekleşmemiştir.

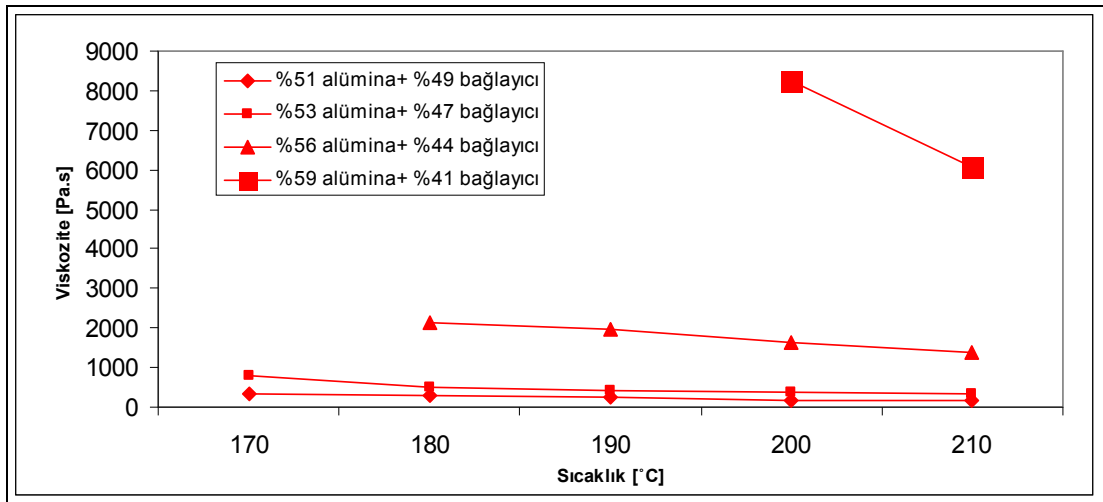
Bunun nedeni, karışım içerisindeki alümina oranının fazla olması ve bu sıcaklıkta bağlayıcının alümina tozlarını yeteri kadar ıslatamamasıdır.

Çizelge 6.1. Dört farklı besleme stoğunun kılcal reometre sonuçları

Besleme stoğu	Sıcaklık °C	Basınç MPa	Akış Süresi s	Akan Miktar g	Kayma Gerilmesi kPa	Kayma Hızı, s ⁻¹	Viskozite Pa.s
%51 Al ₂ O ₃ + %49 bağlayıcı	170	0,6	48,67	8,10	18,70	83,04	224,71
	180	0,6	42,14	7,68	18,70	90,94	205,20
	190	0,6	28,83	7,33	18,70	126,86	147,09
	200	0,6	18,91	7,85	18,70	207,14	90,09
	210	0,6	16,54	7,35	18,70	221,73	84,16
	170	1	44,59	8,64	30,60	96,68	321,67
	180	1	37,62	8,59	30,60	113,93	272,97
	190	1	28,74	7,65	30,60	132,82	234,16
	200	1	20,42	7,38	30,60	180,34	172,46
	210	1	14,18	6,00	30,60	211,13	147,30
%53 Al ₂ O ₃ + %47 bağlayıcı	170	0,6	54,45	3,35	18,70	30,02	621,66
	180	0,6	47,73	4,00	18,70	40,89	456,38
	190	0,6	36,50	3,70	18,70	49,46	377,30
	200	0,6	31,05	3,62	18,70	56,88	328,06
	210	0,6	20,02	2,48	18,70	60,44	308,75
	170	1	41,86	3,40	30,60	39,63	784,81
	180	1	29,13	3,60	30,60	60,30	515,80
	190	1	21,75	3,25	30,60	72,90	426,60
	200	1	20,47	3,45	30,60	82,23	378,22
	210	1	16,52	3,15	30,60	93,03	334,31
%56 Al ₂ O ₃ + %44 bağlayıcı	170	0,6	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	180	0,6	130,23	3,15	18,70	11,41	1635,14
	190	0,6	118,62	3,00	18,70	11,93	1563,84
	200	0,6	101,54	2,85	18,70	13,24	1409,12
	210	0,6	73,44	2,40	18,70	15,42	1210,25
	170	1	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	180	1	104,53	3,25	30,60	14,67	2120,12
	190	1	82,77	2,80	30,60	15,96	1948,58
	200	1	75,85	3,10	30,60	19,28	1612,86
	210	1	60,18	2,85	30,60	22,34	1391,91
%59 Al ₂ O ₃ + %41 bağlayıcı	170	0,6	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	180	0,6	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	190	0,6	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	200	0,6	173,62	1,36	18,70	3,58	5206,21
	210	0,6	166,77	1,65	18,70	4,53	4121,87
	170	1	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	180	1	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	190	1	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı	akmadı
	200	1	150,34	1,24	30,60	3,77	8240,66
	210	1	138,22	1,55	30,60	5,13	6061,06

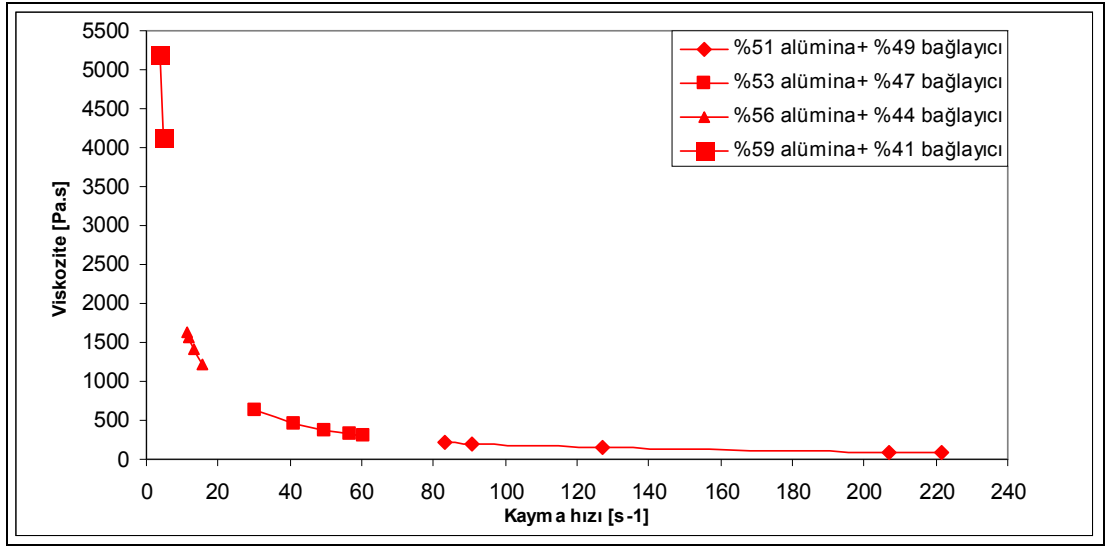


Şekil 6.4. 0,6 MPa basınçta karışımların sıcaklık-viskozite grafiği

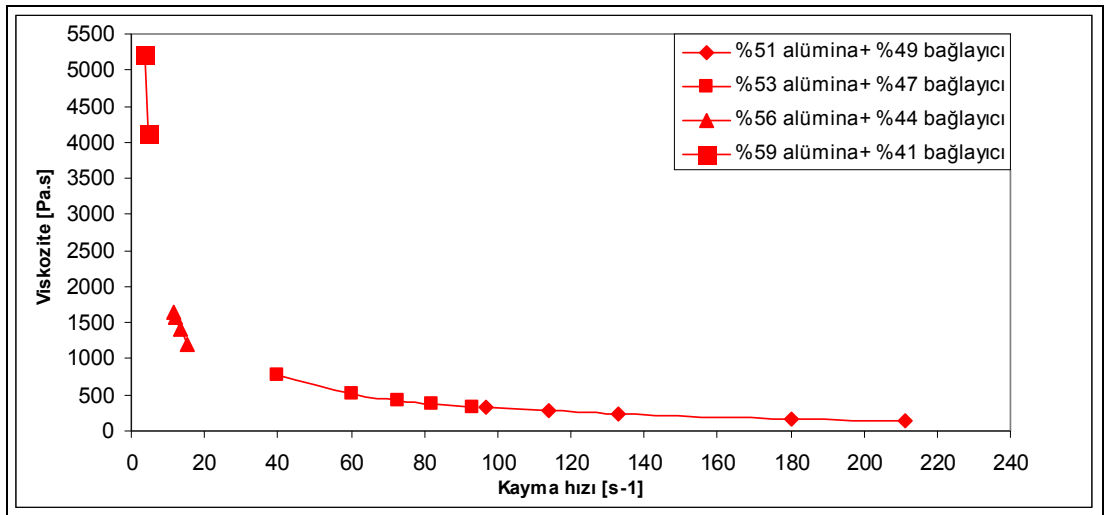


Şekil 6.5. 1 MPa basınçta karışımların sıcaklık-viskozite grafiği

Sıcaklık değerlerine karşılık gelen viskozite değerlerine bakıldığında, hacimce %51 alümina+ %49 bağlayıcı ve %53 alümina+ %47 bağlayıcı karışımları TEK işlemi için uygundur (Şekil 6.4 ve Şekil 6.5). Çünkü sorunsuz bir TEK işlemi için karışımın viskozite değerinin 1000 Pa.s'den küçük olması gerekmektedir [47]. Hacimce %56 alümina+ %44 bağlayıcı ve %59 alümina+ %41 bağlayıcı karışımlarının aynı nedenden dolayı TEK işlemi için uygun olmadığı açıkça görülmektedir (Şekil 6.4 ve Şekil 6.5).



Şekil 6.6. 0,6 MPa basınçta karışımların kayma hızı-viskozite grafiği



Şekil 6.7. 1 MPa basınçta karışımların kayma hızı-viskozite grafiği

Şekil 6.6 ve Şekil 6.7'yi Şekil 4.4 ile kıyaslırsak hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcı karışımının psedo plastik akışa benzerlik gösterirken diğer karışımlar psedo plastik akıştan tamamen farklı özellikler göstermektedirler.

Besleme stoklarının reolojik özellikleri incelendiğinde: hacimce %51 alümina + %49 bağlayıcı karışımının reolojik özellikleri ilk bakışta TEK işlemi için uygun görünmektedir. Fakat bu karışımın kayma hızı değerleri, diğer karışımların kayma

hızı değerlerine nazaran yüksek olduğundan; özellikle yüksek kalıplama basınçlarında düşük yoğunluklu bağlayıcıya göre daha yoğun alümina tozlarının bağlayıcıdan ayrışmasına neden olabileceği, tam dolmama sorununa yol açabileceği düşünülmüştür. Ayrıca TEK işlemi ile üretilmiş parçalarda tam yoğunluğa ulaşabilmek için mümkün olan azami katı yükleme oranına yaklaşılmalıdır. Bu bağlamda hacimce %51 alümina + %49 bağlayıcı karışımı tercih edilmemiştir.

Besleme stoklarının reoloji deneylerinde hacimce %56 alümina+ %44 bağlayıcı karışımının 170 °C’de akmadığı ve bundan sonraki sıcaklık değerlerindeki viskozite değerlerinin de TEK işlemi için uygun olmadığı görülmüştür. Buna göre; bu karışım için kritik toz yükü hacimsel olarak %56 alüminadır. Dolayısıyla besleme stoklarını oluştururken bu oranın altındaki değerlerde oluşturma sorunsuz bir TEK işlemi için gerekli olduğu tespit edilmiştir.

Bu konuda yapılan çalışmalara göre optimum yüklemenin, kritik yüklemenden %2-5 daha az olması gerektiği ifade edilmiştir [17, 46, 47]. Bu durumda karışım için optimum yükleme, hacimce %54-51 toz oranı olmalıdır.

Dört farklı besleme stoğunun reolojik özellikleri incelendiğinde TEK için en uygun karışımın hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcı olduğuna karar verilmiş ve MgO takviyesi bu orandaki karışımlara yapılmıştır.

Kritik yükleme oranı olan %56’nın üzerindeki alümina oranlarında 200 °C’ye kadar besleme stoğunda akma gerçekleşmemiş, 200 °C ve 210 °C’deki viskozite değerleri ise çok yüksek çıkmıştır. Bu değerlerle TEK işleminin gerçekleştirilemeyeceği çok açıktır. 210 °C’nin üzerindeki sıcaklıklarda bağlayıcıda bozulma (yanma) olduğundan, bu sıcaklığın üzerinde hiçbir karışım için reoloji çalışması yapılmamıştır.

Bu tez çalışmasında TEK işlemi için ideal sıcaklığın, PP’nin erime sıcaklığı göz önünde bulundurularak 190-210 °C arasında olması ön görülmüş ve karışımların bu sıcaklıklar aralığındaki özellikleri dikkate alınmıştır.

Daha önce de belirtildiği üzere, en uygun besleme stoğu karışım oranına karar verildikten sonra MgO takviyesi yapılması düşünülmüştür. Burada alümina ve MgO'nun yoğunluk değerlerinin birbirine çok yakın olması nedeniyle yapılacak MgO takviyesinin alüminanın reolojik özelliklerini TEK işleminde sorun teşkil edecek şekilde değiştirmeyeceği öngörülmüştür. Bir başka deyişle, takviyesiz alümina karışımı için geçerli olan en uygun oranın, takviyeli alümina karışımları için de geçerli olacağı kabul edilmiştir.

Bu sebepten dolayı hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcı karışımına sırası ile kütlece %0,5, %1 ve %1,5 oranlarında MgO takviyesi yapılarak üç farklı besleme stoğunun reolojik özellikleri araştırılmıştır.

Hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcı karışımına kütlece yapılan MgO takviyesi ile oluşturulan besleme stoklarının teorik yoğunlukları Çizelge 6.2'de verilmektedir.

Çizelge 6.2. %53 alümina+ %47 bağlayıcıya sahip MgO takviyeli besleme stoklarının teorik yoğunlukları

Besleme Stoğu	Alümina kütle miktarı [g]	Bağlayıcı kütle miktarı [g]	MgO takviye oranı (%)	MgO takviye kütle miktarı [g]	Teorik yoğunluk [g/cm ³]
1	20,98	5,12	0,5	0,13	2,62
2	20,98	5,12	1	0,26	2,63
3	20,98	5,12	1,5	0,39	2,65

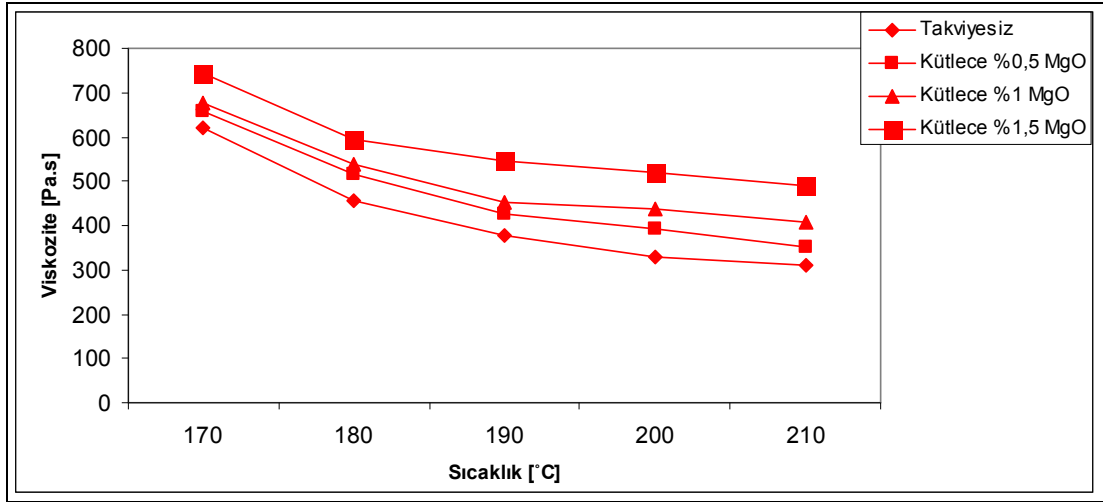
Hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcıdan oluşan üç farklı MgO takviyeli besleme stoğunun reoloji deneylerinin sonuçları Çizelge 6.3'de verilmektedir. Ayrıca 0,6 MPa ve 1 MPa basınç değerleri için viskozite-sıcaklık ve viskozite-kayma hızı grafikleri (Şekil 6.8-Şekil 6.11) verilerek, besleme stoklarının TEK işlemi için uygunluğu araştırılmıştır.

Çizelge 6.3. MgO takviyeli besleme stoklarının kılcal reometre sonuçları

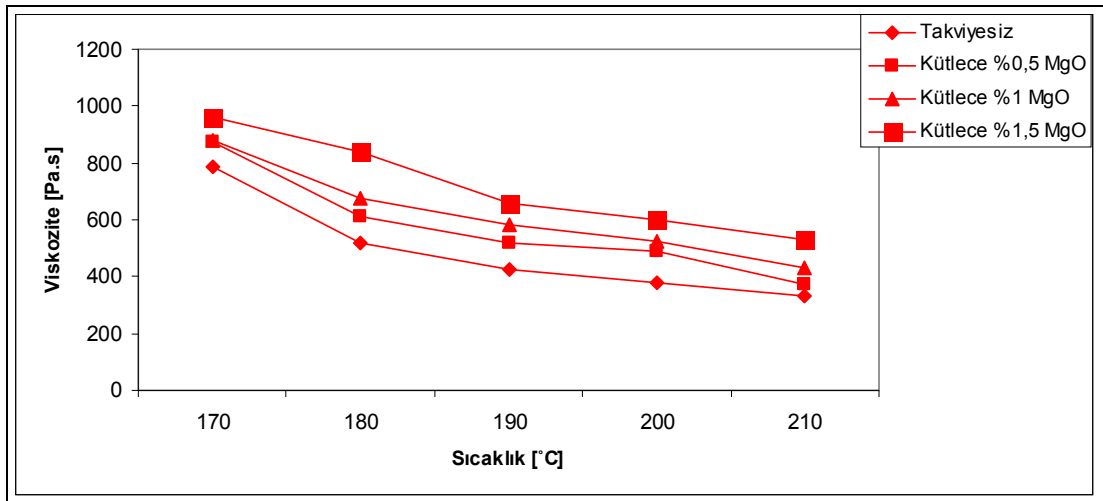
Besleme stoğu	Sıcaklık °C	Basınç MPa	Akış Süresi s	Akan Miktar g	Kayma Gerilmesi kPa	Kayma Hızı, s ⁻¹	Viskozite Pa.s
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağ. (%0,5 MgO Takviyeli)	170	0,6	56,05	3,27	18,70	28,43	656,33
	180	0,6	51,13	3,80	18,70	36,22	515,22
	190	0,6	39,53	3,55	18,70	43,76	426,38
	200	0,6	35,05	3,42	18,70	47,55	392,43
	210	0,6	21,47	2,34	18,70	53,11	351,33
	170	1	42,86	3,14	30,60	35,70	871,10
	180	1	32,13	3,36	30,60	50,96	610,26
	190	1	24,75	3,05	30,60	60,06	517,87
	200	1	23,88	3,12	30,60	63,67	488,46
	210	1	17,52	2,98	30,60	82,89	375,20
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağ. (%1 MgO Takviyeli)	170	0,6	60,15	3,40	18,70	27,50	678,45
	180	0,6	54,82	3,90	18,70	34,62	539,06
	190	0,6	42,71	3,62	18,70	41,24	452,46
	200	0,6	38,23	3,35	18,70	42,64	437,64
	210	0,6	23,88	2,25	18,70	45,85	407,02
	170	1	44,26	3,22	30,60	35,40	878,55
	180	1	35,03	3,30	30,60	45,84	678,48
	190	1	27,32	3,00	30,60	53,43	582,06
	200	1	25,11	3,06	30,60	59,30	524,49
	210	1	19,61	2,90	30,60	71,96	432,20
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağ. (%1,5 MgO Takviyeli)	170	0,6	63,44	3,27	18,70	25,04	745,14
	180	0,6	56,19	3,64	18,70	31,47	592,90
	190	0,6	48,08	3,38	18,70	34,15	546,35
	200	0,6	42,56	3,15	18,70	35,96	518,94
	210	0,6	27,10	2,13	18,70	38,19	488,67
	170	1	47,32	3,15	30,60	32,34	961,63
	180	1	40,56	3,10	30,60	37,13	837,55
	190	1	29,46	2,87	30,60	47,33	657,09
	200	1	27,63	2,96	30,60	52,05	597,53
	210	1	22,84	2,77	30,60	58,92	527,82

Daha önce de belirtildiği üzere, sıcaklık 170 °C’de iken viskozite değerinin diğer sıcaklıklara göre yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum, karışım içerisindeki PP’nin tam anlamı ile erimemesinden kaynaklanmaktadır. Artan sıcaklık değerleri ile viskozite düşmekte, kayma hızı ise artmaktadır (Çizelge 6.3).

MgO takviyeli besleme stoklarının 190-210 °C’deki viskozite ve kayma hızı değerleri 1000 Pa.s’nin altında olduğundan TEK işlemi için her hangi bir sakınca doğurmamaktadır (Çizelge 6.3).

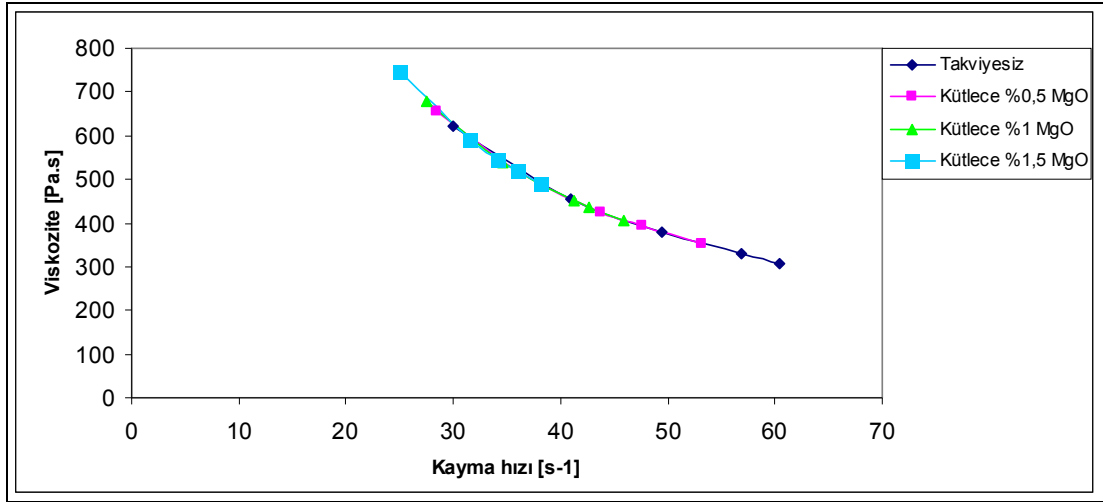


Şekil 6.8. 0,6 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların sıcaklık-viskozite grafiği (Ana yapı: %53 alümina+ %47 bağlayıcı)

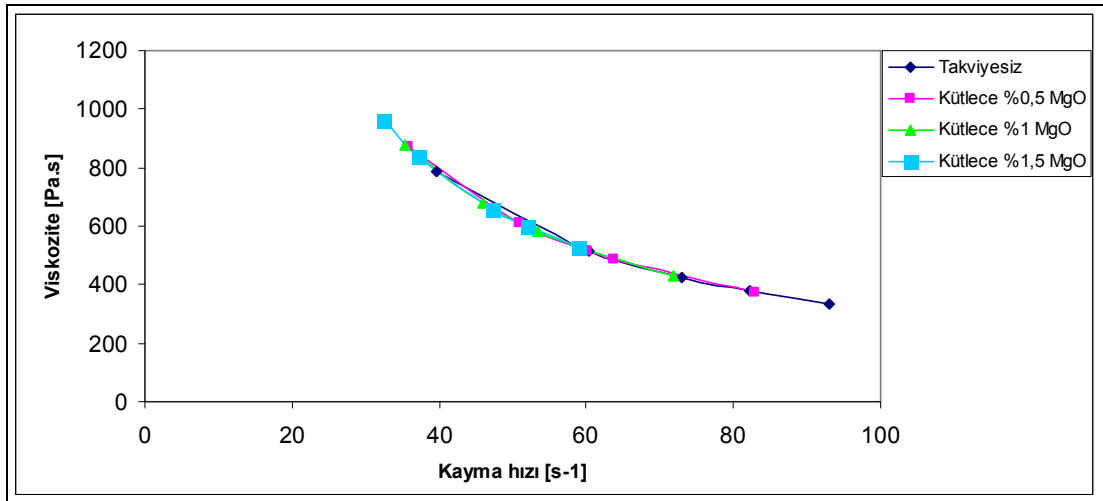


Şekil 6.9. 1 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların sıcaklık-viskozite grafiği (Ana yapı: %53 alümina+ %47 bağlayıcı)

Hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcıdan oluşan takviyesiz, kütlece %0,5, %1 ve %1,5 MgO takviyeli besleme stoklarının, 0,6 ve 1 MPa basınçlardaki sıcaklık-viskozite grafikleri (Şekil 6.8 ve Şekil 6.9) incelendiğinde viskozite değerlerinin tüm besleme stoklarında 1000 Pa.s'nın altında olduğu ve TEK işlemi için uygun oldukları rahatlıkla görülebilir. Besleme stoklarının birbirlerine benzer akış özelliği göstermesiyle (Şekil 6.10-Şekil 6.11), MgO takviyesinin reolojik özellikleri çok değiştirmeyeceği ön görüşü doğrulanmıştır.



Şekil 6.10. 0,6 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların kayma hızı-viskozite grafiği

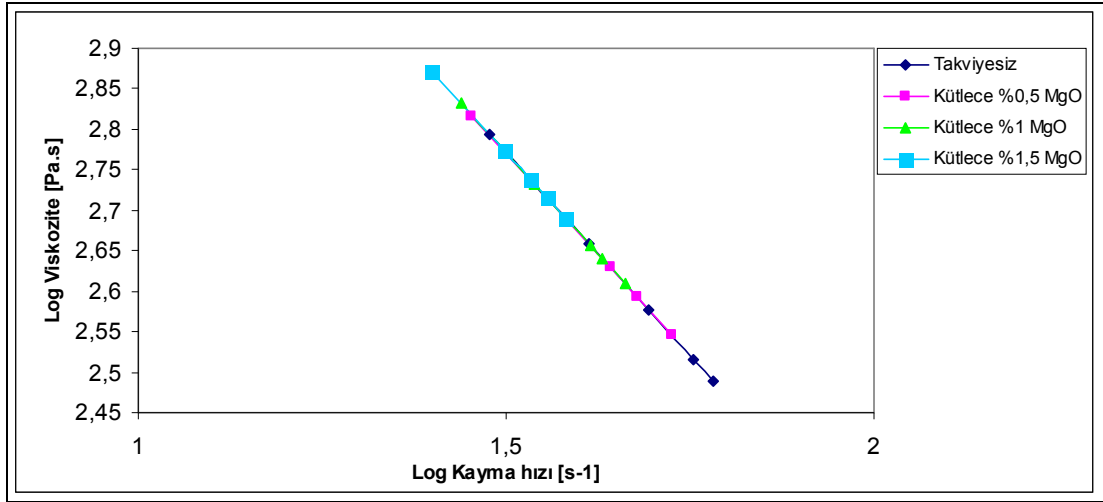


Şekil 6.11. 1 MPa basınçta MgO takviyeli karışımların kayma hızı-viskozite grafiği

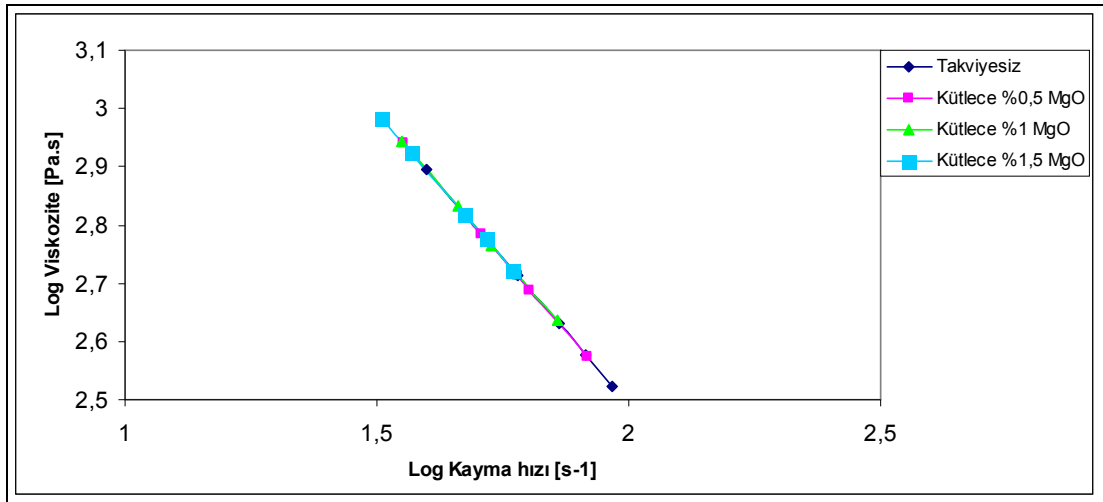
6.3. Kullanılan Besleme Stoklarının Reolojik Özellikleri

6.3.1. Erime davranış indeksi hesabı

PEG esaslı bağlayıcı içeren besleme stoklarına ait Log viskozite ve Log kayma hızı grafikleri farklı besleme stoğu karışımları için çizilecek olursa, Eş.3.5'e göre yapılacak hesaplamada bu grafiklerin eğimi erime davranış indeksini verecektir [46, 59]. Burada $m < 1$ olursa akış psedo plastiktir ve TEK için uygundur. $m = 1$ ise akış Newtonien, $m > 1$ ise akış dilatanttır.



Şekil 6.12. 0,6 MPa basınçtaki MgO takviyeli karışımların log kayma hızı- log viskozite grafiği



Çizelge 6.4. Farklı karışımların erime davranış indeksi değerleri

Karışım	Yük [g]	Erime davranış indeksi 'm'
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	3000	0,93
	5000	0,89
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %0,5 MgO Takviyeli)	3000	0,90
	5000	0,92
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %1 MgO Takviyeli)	3000	0,9
	5000	0,88
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %1,5 MgO Takviyeli)	3000	0,91
	5000	0,87

Çizelge 6.4'te görüldüğü üzere $m < 1$ olduğundan, kullanılan karışımların tamamı psedo plastik davranış göstermektedir. Ayrıca Şekil 6.10-6.11'deki grafikler incelendiğinde; hem 0,6 MPa hem de 1 MPa basınçta karışımların aynı karakterde olduğu ve eğimlerinin Şekil 4.5'teki grafikte birebir örtüştüğü görülmüştür.

Sorunsuz bir TEK işlemi için kullanılacak besleme stoğunun psedo plastik özellik göstermesi gerektiği bilinmektedir. Ayrıca takviyesiz alümina besleme stoğuna yapılan kütlece %0,5, %1 ve %1,5 MgO takviyesinin reolojik özelliklere önemli derece etki etmediği görülmüştür.

6.3.2. Erime akış indeksi hesabı

Erime akış indeksi (EAI), PEG esaslı bağlayıcı içeren karışımlar için 10 dakikada akan kütle miktarı olarak hesaplanır. Deneyler sırasında kullanılan karışımların farklı sıcaklıklarda ve yüklerde hesaplanmış EAI değerleri Çizelge 6.5'de gösterilmiştir. EAI değerleri incelendiğinde aynı karışım için sıcaklık ve yük arttıkça EAI değerlerinin arttığı, MgO takviye oranı arttıkça EAI değerinin azaldığı görülmektedir.

Çizelge 6.5. Farklı karışımların erime akış indeksi değerleri

Besleme stoğu	Sıcaklık [°C]	Basınç [MPa]	Erime akış indeksi (EAI) [g/10 dk]
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	170	0,6	36,92
		1	48,74
	180	0,6	50,29
		1	74,15
	190	0,6	60,82
		1	89,66
	200	0,6	69,95
		1	101,13
	210	0,6	74,33
		1	114,41
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %0,5 MgO Takviyeli)	170	0,6	35
		1	43,96
	180	0,6	44,6
		1	62,75
	190	0,6	53,88
		1	73,94
	200	0,6	58,55
		1	78,4
	210	0,6	65,4
		1	102,05
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %1 MgO Takviyeli)	170	0,6	33,92
		1	43,65
	180	0,6	42,69
		1	56,52
	190	0,6	50,85
		1	65,89
	200	0,6	52,58
		1	73,12
	210	0,6	56,53
		1	88,73
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %1,5 MgO Takviyeli)	170	0,6	30,93
		1	39,94
	180	0,6	38,87
		1	45,85
	190	0,6	42,18
		1	58,45
	200	0,6	44,41
		1	64,28
	210	0,6	47,16
		1	72,76

Literatürde steatit ve alümina gibi seramik tozları ile yapılmış benzer çalışmalarda da EAI değerleri düşük seyretmektedir. Bu çalışmada kullanılan besleme stoklarının EAI değerleri, Karataş ve arkadaşlarının çalışması [59] ile uyum göstermektedir.

6.3.3. Akıcılık

Deneylerde kullanılan karışımların hesaplanan akıcılık değerleri Çizelge 6.6'da verilmiştir.

Çizelge 6.6. PEG esaslı bağlayıcı içeren farklı karışımların en iyi akıcılık değerleri

Karışım	Sıcaklık [°C]	Kayma hızı [s ⁻¹]	Akıcılık, 1/ η [10 ⁻³ Pa ⁻¹ s ⁻¹]
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	210	60,44 (0,6 MPa yükte)	3,24
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %0,5 MgO Takviyeli)	210	53,11 (0,6 MPa yükte)	2,85
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %1 MgO Takviyeli)	210	45,85 (0,6 MPa yükte)	2,46
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (Kütlece %1,5 MgO Takviyeli)	210	38,19 (0,6 MPa yükte)	2,05

Bu çalışmada kullanılan besleme stoklarının akıcılık değerleri literatürdeki çalışmalar ile uyum göstermektedir [46, 59]. Ayrıca Çizelge 6.6 incelendiğinde besleme stoklarının en iyi akıcılığı 210 °C'de ve 0,6 MPa yükte gösterdiği görülmektedir. En iyi akıcılık viskozitenin en düşük olduğu durumda gerçekleşir. Akıcılık değerleri TEK işlemi için uygundur.

6.4. Granülleme

%53 alümina+ %47 bağlayıcı oranının en uygun karışım olduğu yapılan reoloji çalışmaları ile belirlenmiştir. Bu oranda dört farklı besleme stoğu (takviyesiz, kütlece %0,5, %1 ve %1,5 MgO takviyeli) oluşturulmuştur. Her bir besleme stoğu 3000 g'dır (Şekil 6.14.a).

Besleme stoğu oluşturulması aşamasında ilk önce bağlayıcı sistemi oluşturulmuş ve kuru ortamda 50 dk karıştırılarak homojenlik sağlanmıştır.

Granülleme işlemine başlamadan önce ekstruderden 190 °C'de 65 devir/dk ile PP geçirilerek temizlik yapılmıştır. Aynı şekilde bu işlem dört besleme stoğunun granül edilmesinden sonra da gerçekleştirilmiştir. Böylelikle besleme stoklarının birbirini etkilemesi engellenmiştir.

Granülleme işleminde silindir sıcaklığı 165 °C'ye, kafa sıcaklığı ise 195 °C'ye ayarlanmıştır. Ekstrüder istenen sıcaklıklara ulaştığında, hazırlanan toz-bağlayıcı sistemi karışımı huni şeklindeki hazneye yavaşça boşaltılarak 50 devir/dk'da tüm besleme stoğu granül edilmiştir (Şekil 6.14.b). Daha sonra granül, enjeksiyon makinesi için küçük parçalara bölünmüştür.



Şekil 6.14. a) Dört farklı besleme stoğu, b) Granül halindeki besleme stoğu

6.5. Enjeksiyon Makinesinde Kalıplama

Enjeksiyon makinesindeki kalıplama işleminde daha önceden hazırlanmış granül halindeki besleme stokları kullanılmıştır. Burada dört farklı besleme stoğu ile büyük çekme, küçük çekme ve eğme numuneleri kalıplanmıştır. Kalıplama parametrelerine

ait deęerler kılcal reometre alıřmalarında tespit edilen sıcaklık, basın ve erime akıř indeksi deęerleri gz nne alınarak belirlenmiřtir. Kalıplama iřleminde, ncelikle silindir sıcaklıęı belli aralıktaki sabit tutulmuř ve basın artırılarak iřlem gerekleřtirilmiř ve en uygun kalıplama basıncı tespit edilmiřtir. Daha sonra basın sabit tutulup, debi (enjeksiyon hızı), sıcaklık ve mal alma miktarı deęiřtirilmiřtir. Farklı enjeksiyon parametreleri sonucunda elde edilen bazı numunelerde basın, sıcaklık, debi ve mal alma miktarına baęlı olarak eksik dolum, apaklanma ve kme gzlenmiřtir. TEK’de eksik dolum, apaklanma ve kme istenmeyen durumlardandır. TEK’de standart numune oluřturma ancak uzun sren deneme-yanılmalar ile mmkndr (izelge 6.7).

izelge 6.7. %53 almina+ %47 baęlayıcı ieren besleme stoęunun TEK yntemiyle kalıplanmasında yařanan sorunlar

Numune Tipi	Basın [bar]	Debi [cm ³ /s]	Mal alma miktarı [cm ³]	Silindir sıcaklıęı [°C]	Gzlem	zm
ekme	1000	17	14,5	35-170-185-195-205	Eksik dolum	Mal almayı artır, basıncı artır.
ekme	1500	17	18	35-170-185-195-205	apak oluřumu	Mal almayı dřr, basıncı dřr.
ekme	1150	17	16	35-170-185-195-205	Tam dolum	—
Eęme	700	17	12	35-170-180-190-200	Eksik dolum	Mal almayı artır, basıncı artır.
Eęme	1200	17	16	35-170-180-190-200	apak oluřumu	Mal almayı dřr, basıncı dřr.
Eęme	900	17	13,5	35-170-180-190-200	Tam dolum	—

Eksik dolum, çapaklanma ve tam dolum örnekleri Şekil 6.15’de verilmiştir.



Şekil 6.15. a) Eksik dolum, b) Çapaklanma, c) Tam dolum

6.6. Bağlayıcı Giderme

6.6.1. Çözücüde bağlayıcı giderme

Yapılan çözücüde bağlayıcı giderme denemelerinde en iyi sonuç 60 °C sıcaklıktaki suda 24 saat bekleme süresinde elde edilmiştir. Çekme ve eğme numunelerine bu şartlarda bağlayıcı giderme işlemi uygulanmış sonra 50 °C’de 5 saat kurutulmuştur. Bu işlem sonunda PEG8000’in, çekme numunelerinden kütlece %84’ü, eğme numunelerinden ise kütlece %89’u uzaklaştırılmıştır. Bu işlem sonunda yapıda kalan PP ve SA numuneleri sinterlemeye kadar taşıyacaktır.

6.6.2. Isıl bağlayıcı giderme

Sinterlemenin başlangıç aşaması olarak planlanıp uygulanan ısıl bağlayıcı giderme işleminde her hangi bir soruna rastlanılmamış ve sinterleme işlemi sonunda numuneler gayet düzgün çıkmıştır.

6.7. Sinterleme

Bu tez çalışmasında optimum sinterleme parametrelerinin araştırılmasına karar verilmiştir. Bu kararlar mevcut tane boyutu ve alümina çeşiti için en uygun sinterleme şartları belirlendikten sonra bir defada çok sayıda numune sinterlenmiştir.

Optimum sinterleme parametreleri belirlenirken kütlece %1 MgO takviyeli büyük ve küçük çekme numuneleri kullanılmış ve sinterleme işlemi sonunda numunelerin çekme mukavemetleri belirlenerek yorumlanmıştır. Kütlece %1 MgO takviyeli numunelerin kullanılmasının sebebi, literatürde yapılmış benzer bir çalışmada [28] alüminaya yapılan kütlece %1 MgO takviyesinin en iyi mekanik özellikleri gösterdiği sonucudur. Bu öngörü ile çalışmalar yapılmış ve sonuçlar Çizelge 6.8’de belirtilmiştir.

Çizelge 6.8. Optimum sinterleme parametrelerinin araştırılması

Sinterleme Sıcaklığı [°C]	Sinterleme Sıcaklığında Bekleme Süresi [saat]	Çekme Mukavemeti [MPa]	
		Küçük çekme numunesi	Büyük çekme numunesi
1550	2	8	—
1550	4	9	—
1550	6	11	—
1550	8	12	—
1570	2	10	—
1595	2	14	—
1595	8	18	—
1650	2	15	—
1700	2	21	—
1720	14	40,1	—
1740	6	32	—
1750	2	37,1	—
1775	2	46,8	23,1
1775	4	52,1	25,9
1775	6	64,3	32,8
1775	8	Çarpıldı	19,6
1775	10	Çarpıldı	Çarpıldı

Çizelge 6.8 incelendiğinde 1550-1700 °C’ye kadar yapılan tüm sinterleme işlemlerinin çekme mukavemet değerleri düşüktür. Bunun nedeni ise bu sıcaklık

aralığında sinterleme işleminde sıcaklık değerinin, sinterleme süresine nazaran daha önemli olduğudur. Nitekim 1595 °C’de 2 saat sinterleme işlemi yapılan numunenin çekme mukavemeti 14 MPa iken 1595 °C’de 8 saatteki değer 18 MPa’dır.

1720 °C’de 14 saatte sinterleme işlemi uygulanmış numunenin çekme mukavemet değerleri ise bu sıcaklıktan sonra sinterleme süresinin de etkili olduğunu ortaya koymuştur. 1740 °C’de 6 saat ve 1750 °C’de 2 saatteki sinterleme işlemleri, 1720 °C’de 14 saat sinterleme işlemindeki numunelerin çekme mukavemet değerlerine ulaşamadığı için bu sıcaklık değerleri yetersiz görülmüştür.

1790 °C’de 2 saatte yapılan sinterleme işleminde, hem sinterleme sonunda numunelerin düzgün olmaması hem de fırını bu sıcaklıkta uzun süre beklemesi tehlikeli olacağı nedeniyle sıcaklığın düşürülmesine karar verilmiştir. 1775 °C’de yapılan 2 saatlik sinterleme işlemindeki numunenin çekme mukavemeti, 1720 °C’de 14 saatteki numuneden iyi olması ve numunelerin sinterleme sonrası zarar görmeden çıkması optimum sıcaklığın bulunmasını sağlamıştır.

Optimum sıcaklık olarak 1775 °C’nin tespitinden sonra optimum sinterleme süresinin bulunması için bu sıcaklıkta 2, 4, 6, 8 ve 10 saatlik sinterleme süreleri denenmiştir. Sonuçlara bakıldığında 8 saat sinterleme sonrası küçük çekme numunelerinde ciddi derece çarpılma gözlemlenmiş ancak büyük çekme numunelerinde bu sorunla karşılaşılmamıştır. 10 saatlik sinterleme işlemi sonrası her iki tip numunede de çarpılma gözlemlenmiştir.

1775 °C’de 6 saatte sinterlenmiş büyük çekme numunesinin mukavemet değeri ile aynı sıcaklıkta 8 saatte sinterlenmiş büyük çekme numunesinin mukavemet değerleri karşılaştırıldığında, 8 saatlik sinterleme işlemi sonrası çekme mukavemetinde azalma görülmüştür. Yani mukavemet değeri 32,8 MPa’dan 19,6 MPa’a düşmüştür. Bunun nedenin yüksek sıcaklıklarda uzun süren sinterleme işlemi, tane büyümesine yol açması olarak düşünülmüştür. C. Park ve D. Yoon alüminadaki anormal tane sınırı büyümesinde MgO ilavesinin etkilerini araştırdıkları çalışmalarında [26], 1620 °C’de 6 saatten sonra yapılan sinterleme işlemlerinde tane büyümesinde önemli derecede

artış görüldüğünü, 12 saatteki sinterleme sonrası tane büyümesinin maksimum seviyede olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışma, C. Park ve D. Yoon'un çalışmasıyla bu noktada örtüşmektedir.

Sonuç olarak en iyi değerler 1775 °C'de 6 saatte sinterlenmiş numunelerde elde edilmiştir. Küçük çekme numunesinde mukavemet değeri 64,3 MPa, büyük çekme numunesinde 32,8 MPa'dır.

Yapılan yorumların doğrulanması için üçer adet büyük ve küçük çekme numunesi 1775 °C'de 6 saat ve 1775 °C'de 8 saat sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Yapılan sinterleme işlemleri kütlece %1 MgO takviyeli numunelerle yapılmış ve bu numunelere uygulanan çekme testlerinin sonuçları Çizelge 6.9'da verilmiştir.

Çizelge 6.9. Belirlenen sinterleme işlemleri sonrası mukavemet değerleri

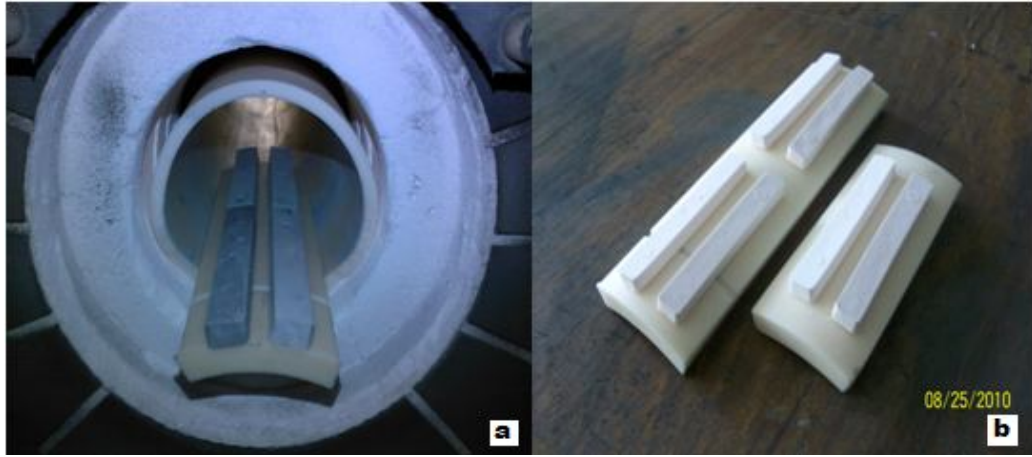
Sinterleme işlemi	Çekme Mukavemeti [MPa]	
	Küçük çekme numunesi	Büyük çekme numunesi
1775 °C'de 6 saatte	69	29
	62	32
	65,1	34,2
1775 °C'de 8 saatte Sinterlemede numune	Çarpıldı	19,5
	Çarpıldı	18
	Çarpıldı	21,2

Çizelge 6.9 incelendiğinde tüm numunelerin mukavemet değerlerinin Çizelge 6.8'deki değerlere yakın çıktığı görülmüştür. Bu sonuçlar doğrultusunda, daha önce yapılan yorumlar doğrulanmıştır ve optimum sinterleme parametreleri: 1775 °C'de 6 saat olarak belirlenmiştir. Bundan sonraki çekme ve eğme numuneleri bu sıcaklık ve sürede sinterlenmiştir. Sinterleme işleminde kullanılan müllit kaplar, yüksek sıcaklıkta bel verdiği için numunelere destek sağlayamamış ve düzgün sinterlenme olmamıştır. Çözüm olarak kayık şeklinde özel seramik kaplar kullanılmıştır.

Şekil 6.16 ve Şekil 6.17’de çekme ve eğme numunelerinin sinterleme öncesi ve sonrasındaki durumları gösterilmiştir.



Şekil 6.16. Ham çekme numuneleri, b) Sinterlenmiş çekme numuneleri



Şekil 6.17. a) Ham eğme numuneleri, b) Sinterlenmiş eğme numuneleri

1775 °C’de 6 saatte yapılan sinterleme işlemi başarıyla sonuçlanmış ve numunelerde herhangi bir şekilsel bozukluk olmamıştır. Sinterlenmiş numunelerin çekme ve eğme testleri yapılarak mukavemet değerleri belirlenmiştir. Ayrıca yoğunlukları ve büzülme oranları da tespit edilerek SEM’de morfolojik özellikleri incelenmiştir.

6.8. Mekanik Testler

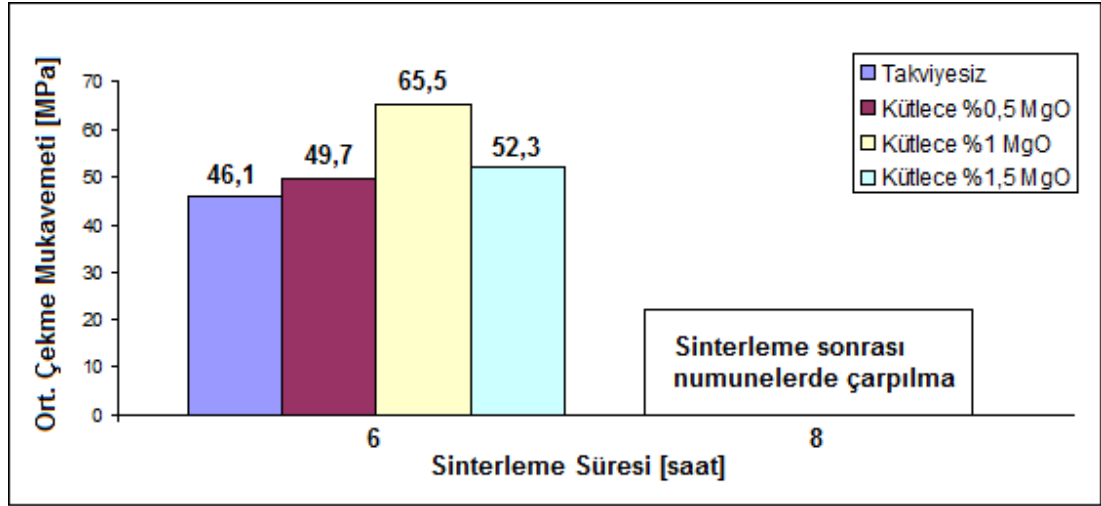
6.8.1. Çekme testi sonuçları

MgO takviyeli ve takviyesiz numunelerden belirlenen çekme mukavemetleri, farklı sinterleme süreleri için Çizelge 6.10'de verilmiştir.

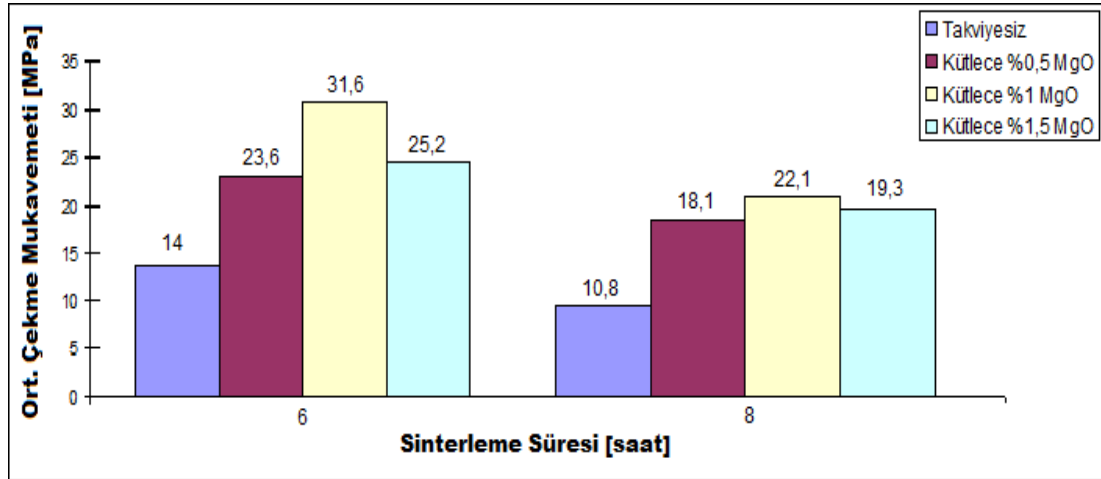
Çizelge 6.10. Çekme testi sonuçları

Besleme Stoğu	Çekme numuneleri [MPa]			
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	Küçük çekme		Büyük çekme	
1775 °C'de 6 saatte	maks.	48	maks.	14,4
	min.	44,1	min.	13,6
	ort.	46,1	ort.	14
1775 °C'de 8 saatte	maks.	—	maks.	11,6
	min.	—	min.	10
	ort.	—	ort.	10,8
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlege %0,5 MgO takviyeli)	Küçük çekme		Büyük çekme	
1775 °C'de 6 saatte	maks.	50,4	maks.	24,3
	min.	49	min.	22,8
	ort.	49,7	ort.	23,6
1775 °C'de 8 saatte	maks.	—	maks.	20,8
	min.	—	min.	15,4
	ort.	—	ort.	18,1
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlege %1 MgO takviyeli)	Küçük çekme		Büyük çekme	
1775 °C'de 6 saatte	maks.	69	maks.	34,2
	min.	62	min.	29
	ort.	65,5	ort.	31,6
1775 °C'de 8 saatte	maks.	—	maks.	24,2
	min.	—	min.	20
	ort.	—	ort.	22,1
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlege %1,5 MgO takviyeli)	Küçük çekme		Büyük çekme	
1775 °C'de 6 saatte	maks.	54,2	maks.	27
	min.	50,4	min.	23,4
	ort.	52,3	ort.	25,2
1775 °C'de 8 saatte	maks.	—	maks.	21
	min.	—	min.	17,6
	ort.	—	ort.	19,3

Küçük ve büyük çekme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerinde yapılan sinterleme işlemi sonucunda değişen ortalama mukavemet değerlerin grafiksel gösterimleri Şekil 6.18 ve 6.19’da verilmiştir.



Şekil 6.18. Küçük çekme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerindeki sinterleme işlemine göre ortalama çekme mukavemetleri



Şekil 6.19. Büyük çekme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerindeki sinterleme işlemine göre ortalama çekme mukavemetleri

En yüksek çekme mukavemeti değerleri kütlece %1 MgO takviyeli numunelerde elde edilmiştir. 1775 °C’de 6 saat sinterleme sonucu maksimum değer küçük çekme

numunesinde 69 MPa, büyük çekme numunesinde ise 34,2 MPa'dır. 1775 °C'de 6 saat sinterleme sonucu, küçük çekme numunelerinden takviyesiz alüminanın ortalama çekme mukavemet değeri 46,1 MPa iken, bu değer kütlece %0,5 MgO takviyelide 49,7 MPa, kütlece %1 MgO takviyelide 65,5 MPa ve kütlece %1,5 MgO takviyelide 52,3 MPa'dır. Sonuçlardan da anlaşılacağı üzere alüminaya kütlece %0,5 MgO takviyesi mukavemet değerini artırmakta, MgO takviye miktarı kütlece %1 olduğunda ise mukavemet değerleri maksimum olmaktadır. Ancak MgO takviye miktarı kütlece %1,5 olduğunda mukavemet değerlerinde düşüş görülmektedir. Bu sonuçlar büyük çekme numunelerinde de benzer şekildedir. Bu sonuçlar, Heraiz ve arkadaşlarının kaolen ve alümina karışımına MgO ilavesinin etkileri üzerine yaptıkları araştırmanın [28] sonucuyla örtüşmektedir. Yazarların çalışmasında, ağırlıkça %1 oranında MgO ilavesi olan numuneden, tüm sinterleme sıcaklık ve tüm sinterleme sürelerinde en yüksek yoğunluk değeri (dolayısıyla mukavemet) elde edilmiştir. Kütlece %1 MgO takviyeli çekme numunelerinde 1775 °C'de 8 saatte yapılan sinterleme işlemi sonrası tane büyümesi olduğu sonucuna varılmıştı. Burada diğer üç besleme stoğuna da (takviyesiz, kütlece %0,5 ve %1,5 MgO takviyeli) 1775 °C'de 8 saatte sinterleme işlemi uygulanması ve sonuçların tartışılması düşünülmüştür.

Çekme numunelerinin 1775 °C'de 8 saatte sinterleme sonuçlarına göre diğer üç besleme stoğunda da kütlece %1 MgO takviyeli besleme stoğuna benzer şekilde tane büyümesinden kaynaklanan mukavemet değeri düşüşü gözlenmiştir. Yani diğer üç besleme stoğu da benzer şekilde C. Park ve D. Yoon'un [26] çalışmasındaki sonuçla örtüşmektedir.

Bu çalışmada kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş küçük çekme numunelerinin ortalama çekme mukavemeti 65,5 MPa iken Yücel'in [17] çalışmasında aynı alümina tozu ile 1800 °C'de 10 dk sinterlenmiş küçük çekme numunelerin ortalama çekme mukavemeti 56,51 MPa'dır. Bu sonuçlara göre alüminaya kütlece %1 MgO takviyesi yapılarak Yücel'in [17] çalışmasındaki ortalama çekme mukavemet değeri geçilmiştir.

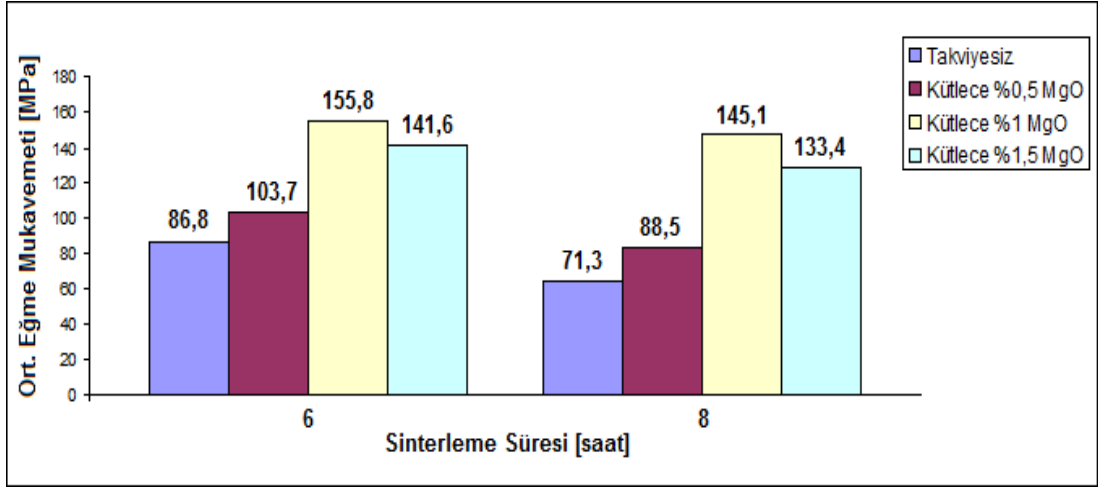
6.8.2. Eğme testi sonuçları

MgO takviyeli ve takviyesiz numunelerden belirlenen eğme mukavemetleri, farklı sinterleme süreleri için Çizelge 6.11’de verilmiştir.

Çizelge 6.11. Eğme testi sonuçları

Besleme stoğu	Eğme numuneleri [MPa]	
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	Eğme numunesi	
1775 °C’de 6 saatte	maks.	88,2
	min.	85,3
	ort.	86,8
1775 °C’de 8 saatte	maks.	73
	min.	69,6
	ort.	71,3
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %0,5 MgO takviyeli)	Eğme numunesi	
1775 °C’de 6 saatte	maks.	110
	min.	97,3
	ort.	103,7
1775 °C’de 8 saatte	maks.	91
	min.	86
	ort.	88,5
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1 MgO takviyeli)	Eğme numunesi	
1775 °C’de 6 saatte	maks.	158
	min.	153,6
	ort.	155,8
1775 °C’de 8 saatte	maks.	148
	min.	142,2
	ort.	145,1
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1,5 MgO takviyeli)	Eğme numunesi	
1775 °C’de 6 saatte	maks.	144,1
	min.	139,2
	ort.	141,6
1775 °C’de 8 saatte	maks.	135,6
	min.	131,1
	ort.	133,4

Eğme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerinde yapılan sinterleme işlemi sonucunda değişen ortalama mukavemet değerlerin grafiksel gösterimleri Şekil 6.20’de verilmiştir.



Şekil 6.20. Eğme numunelerinin 1775 °C sıcaklıkta 6 ve 8 saat bekleme sürelerindeki sinterleme işlemine göre ortalama çekme mukavemetleri

En yüksek eğme mukavemet değerleri kütlece %1 MgO takviyeli numunelerde elde edilmiştir. Burada 1775 °C’de 6 saat sinterleme sonucu eğme numunesinde maksimum değer 158 MPa’dır.

1775 °C’de 6 saatte sinterleme sonucu, eğme numunelerinden takviyesiz alüminanın ortalama eğme mukavemet değeri 86,8 MPa iken bu değer kütlece %0,5 MgO takviyelide 103,7 MPa, kütlece %1 MgO takviyelide 155,8 MPa ve kütlece %1,5 MgO takviyelide 141,6 MPa’dır. Sonuçlardan da anlaşılacağı üzere alüminaya kütlece %0,5 MgO takviyesi mukavemet değerini artırmakta, MgO takviye miktarı kütlece %1 olduğunda ise mukavemet değerleri maksimum olmaktadır. Ancak MgO takviye miktarı kütlece %1,5 olduğunda mukavemet değerlerinde düşüş görülmektedir.

Bu sonuçlar çekme numunelerinde de benzer şekilde gerçekleşmiş ve Heraiz ve arkadaşlarının [28] çalışmasıyla örtüşmektedir. Yazarların çalışmasında, ağırlıkça %1 oranında MgO ilavesi olan numuneden, tüm sinterleme sıcaklık ve tüm sinterleme sürelerinde en yüksek yoğunluk değeri elde edilmiştir.

Kütlece %1 MgO takviyeli çekme numunelerinde 1775 °C'de 8 saatte yapılan sinterleme işlemi sonrası tane büyümesi olduğu sonucuna varılmıştı. Burada eğme numunelerinde de benzer yorumu yapabilmek için tüm besleme stoklarına da (takviyesiz, kütlece %0,5, %1 ve %1,5 MgO takviyeli) 1775 °C'de 8 saatte sinterleme işlemi uygulanması ve sonuçların tartışılması düşünülmüştür.

Eğme numunelerinin 1775 °C'de 8 saatte sinterleme sonuçlarına göre çekme numunelerine benzer şekilde tüm besleme stoklarında tane büyümesinden kaynaklanan mukavemet değeri düşüşü gözlenmiştir. Yani bu sonuç; çekme numunelerinde de olduğu gibi C. Park ve D. Yoon'un [26] çalışmasındaki sonuçla örtüşmektedir.

Benzer literatür çalışmaları incelendiğinde: Tambaş'ın [37] çalışmasında alüminadan üretilmiş eğme numuneleri ortalama eğme mukavemeti 140,5 MPa ve Yücel'in [17] çalışmasında alüminadan üretilmiş eğme numunelerinin ortalama eğme mukavemeti 91,4 MPa'dır. Bu çalışmada kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş numunelerde ortalama eğme mukavemeti 155,8 MPa'dır. Bu sonuçlara göre alüminaya kütlece %1 MgO takviyesi yapılarak hem Yücel'in [17] hem de Tambaş'ın [37] çalışmalarındaki maksimum eğme mukavemet değerleri geçilmiştir.

6.9. Sinterlenmiş Numunelerin Yoğunluk ve % Büzülme Değerleri

6.9.1. Yoğunluk değerleri

Sinterlenmiş çekme ve eğme numunelerinin yoğunluk değerleri, TS 2305 [77] standartlarına uygun olarak yapılmıştır. Dört farklı besleme stoğunda en yüksek mukavemet değerleri 1775 °C'de 6 saatte yapılan sinterleme işleminde elde edilmiştir. Bu bağlamda 1775 °C'de 8 saatte sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerlerini ölçmek anlamsız görülmüştür. Çizelge 6.12'de küçük çekme, Çizelge 6.13'de büyük çekme numunelerinin ve Çizelge 6.14'de eğme numunelerinin yoğunluk ve % teorik yoğunlukları verilmiştir.

Çizelge 6.12. Küçük çekme numunelerinin yoğunluk ve % teorik yoğunlukları

Karışım	Küçük çekme numuneleri						Ort. yoğun. artışı %
	Yoğunluk [g/cm ³]			% teorik yoğunluk			
	mak.	min.	ort.	mak.	min.	ort.	
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	3,11	3,02	3,07	78,5	76,2	77,5	—
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %0,5 MgO takviyeli)	3,26	3,14	3,20	82,3	79,2	80,8	4,2
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1 MgO takviyeli)	3,44	3,36	3,40	86,8	84,8	85,8	10,8
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1,5 MgO takviyeli)	3,36	3,24	3,30	84,8	81,8	83,3	7,5

Çizelge 6.13. Büyük çekme numunelerinin yoğunluk ve % teorik yoğunlukları

Karışım	Büyük çekme numuneleri						Ort. yoğun. artışı %
	Yoğunluk [g/cm ³]			% teorik yoğunluk			
	mak.	min.	ort.	mak.	min.	ort.	
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	2,70	2,66	2,68	68,1	67,1	67,6	—
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %0,5 MgO takviyeli)	2,76	2,71	2,73	69,7	68,4	68,9	1,9
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1 MgO takviyeli)	2,84	2,80	2,82	71,7	70,7	71,2	5,2
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1,5 MgO takviyeli)	2,79	2,74	2,77	70,4	69,1	69,9	3,4

Küçük çekme numunelerinde en yüksek yoğunluk değeri kütlece %1 MgO takviyeli besleme stoğunda elde edilmiştir (Çizelge 6.12). Maksimum yoğunluk değeri 3,44 g/cm³ ve %86,8 teorik yoğunluk değeri elde edilmiştir. Sonuçlardan da anlaşılacağı üzere alüminaya kütlece %0,5 MgO takviyesi yoğunluk değerini artırmakta, MgO takviye miktarı kütlece %1 olduğunda ise yoğunluk değerleri maksimum olmaktadır. Ancak MgO takviye miktarı kütlece %1,5 olduğunda yoğunluk değerlerinde düşüş

görülmektedir. Bu sonuç, Heraiz ve arkadaşlarının [28] çalışmasıyla örtüşmektedir. Bu durum mukavemet değerleriyle (Çizelge 6.4 ve Çizelge 6.5) uyum göstermekte ve çalışmayı tutarlı kılmaktadır.

Benzer durum büyük çekme numunelerinin yoğunluk değerlerinde de görülmektedir. En yüksek yoğunluk değeri kütlece %1 MgO takviyeli besleme stoğunda elde edilmiştir. Maksimum yoğunluk değeri $2,84 \text{ g/cm}^3$ ve %71,7 teorik yoğunluk değeri elde edilmiştir.

Küçük çekme numunelerinin yoğunluk değerleri, büyük çekme numunelerinkine göre daha yüksek çıkmıştır. Bu sonuç, küçük çekme numunelerinin mukavemet değerlerinin, büyük çekme numunelerinkinden neden daha yüksek çıktığını açıklamaktadır.

Eğme numunelerinde %1 MgO takviyeli besleme stoğunda $3,49 \text{ g/cm}^3$ en yüksek yoğunluk ve %88,1 teorik yoğunluk değeri elde edilmiştir (Çizelge 6.14). Çekme numunelerinde takviye miktarı ile değişen yoğunluk değerlerinin benzeri eğme numunelerinde de yaşanmaktadır.

Çizelge 6.14. Eğme numunelerinin yoğunluk değerleri ve % teorik yoğunlukları

Karışım	Eğme numuneleri						Ort. yoğun. artışı %
	Yoğunluk [g/cm ³]			% teorik yoğunluk			
	mak.	min.	ort.	mak.	min.	ort.	
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı	3,17	3,06	3,12	80	77,2	78,7	—
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %0,5 MgO takviyeli)	3,32	3,19	3,26	84	80,5	82,3	4,5
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1 MgO takviyeli)	3,49	3,40	3,45	88,1	85,8	87,1	10,6
%53 Al ₂ O ₃ + %47 Bağlayıcı (kütlece %1,5 MgO takviyeli)	3,41	3,37	3,39	86,1	85,1	85,6	8,7

Yapılan literatür araştırmalarında bu çalışmada kullanılan alümina toz boyutuna ve özelliklerine yakın alümina tozu kullanılarak yapılan çalışmada 7 µm boyuttaki alüminada 1700 °C’de yapılan sinterleme işlemi sonucu yaklaşık %70 teorik yoğunluk elde edilmiştir [29]. Elde edilen % teorik yoğunluk değerleri bu çalışmadan oldukça fazladır. Ayrıca PEG20000 bağlayıcı kullanılarak yapılan benzer çalışmada [25] % 87,5 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Kütlece %1 MgO takviyeli çekme numunesinde %86,8 ve eğme numunesinde (%88,1) bu değere oldukça yaklaşmıştır.

Kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş eğme numunelerinde ortalama yoğunluk değeri 3,45 g/cm³ ve %87,1 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Yücel’in [17] çalışmasında aynı alümina tozu ile 1800 °C’de 10 dk sinterlenmiş eğme numunelerinin ortalama yoğunluk değeri 3,12 g/cm³ ve %78,79 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Bu sonuçlara göre alüminaya kütlece %1 MgO takviyesi yapılarak Yücel’in [17] çalışmasındaki eğme numunelerin yoğunluk değeri geçilmiştir.

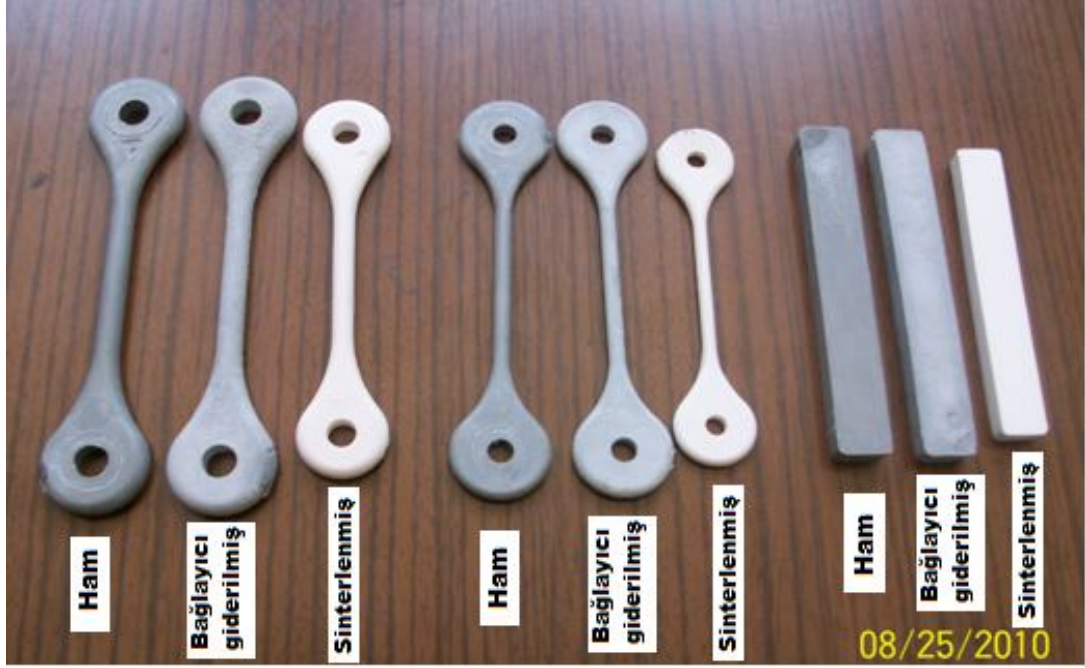
6.9.2. % Büzülme değerleri

Dört farklı besleme stoğu 1775 °C’de 6 saatte sinterleme işlemine tabi tutulduğu için numuneler farklı besleme stoğu olması rağmen aynı oranda boyutsal daralma gözlenmiştir. Yani kütlece % MgO takviyesi boyutsal daralma anlamında ayrıma gidilecek düzeyde farklılık oluşturmamıştır. Burada sinterleme sıcaklığı ve süresi boyutsal daralma mekanizması üzerinde daha etkin rol almaktadır.

Küçük çekme numunelerinde %17,8 büzülme değeri, büyük çekme numunesinde %18,5 büzülme değeri ve eğme numunelerinde %16,2 büzülme değeri elde edilmiştir.

Bu çalışmada toplam üç tip numune kullanılmıştır. Bunlar büyük çekme, küçük çekme ve eğme numuneleridir. Ham numuneden bağlayıcısı giderilmiş numuneye ve

daha sonra sinterlenmiş numuneye geçişi ile sinterlenmiş numunelerdeki boyutsal daralma Şekil 6.22’de görülmektedir.

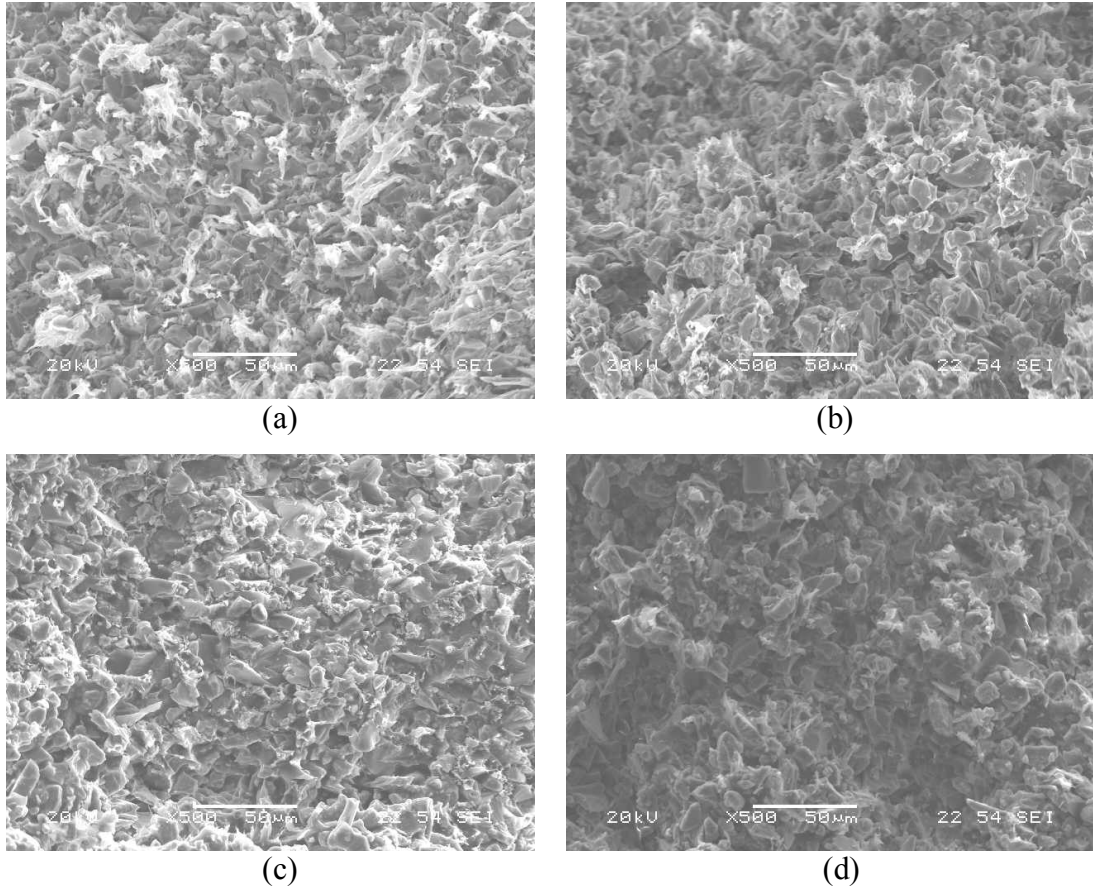


Şekil 6.21. Numunelerdeki boyutsal daralma

6.10. Mikroskobik İncelemeler

6.10.1. Ham ve bağlayıcısı giderilmiş numuneler

Ham ve bağlayıcısı giderilmiş çekme ve eğme numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 6.23’de görülmektedir. Şekil 6.23’deki görülen numuneler takviyesiz alüminaya aittir.

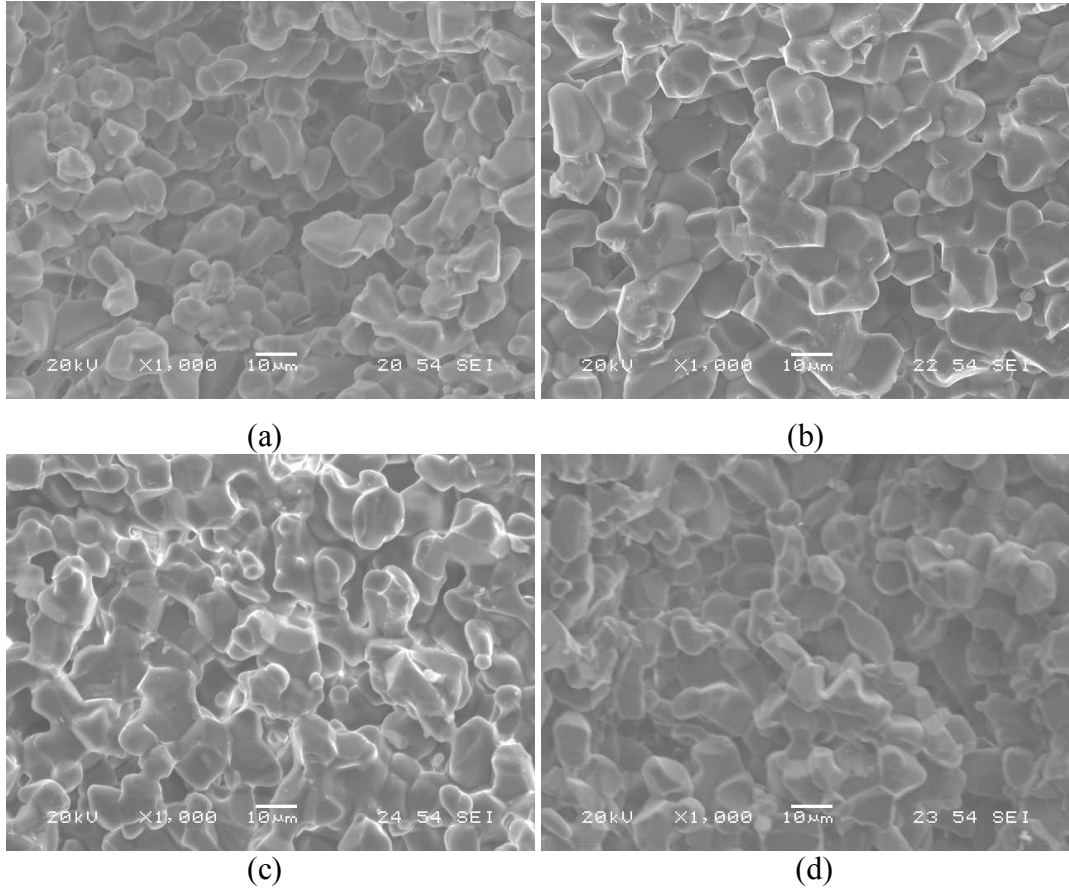


Şekil 6.22. Ham ve bağlayıcısı giderilmiş numuneler (a) Ham çekme numunesi (b) Bağlayıcısı giderilmiş çekme numunesi (c) Ham eğme numunesi (d) Bağlayıcısı giderilmiş eğme numunesi

Şekil 6.23 (a) ve (c)'de görüleceği üzere ham numunelerde bağlayıcılar beyaz renkli bölgelerde yoğun olarak görülmektedir. Şekil 6.23 (b) ve (d)'de ise bağlayıcısı giderilmiş numunelerde beyaz bölgelerin ciddi oranda azaldığı görülmektedir.

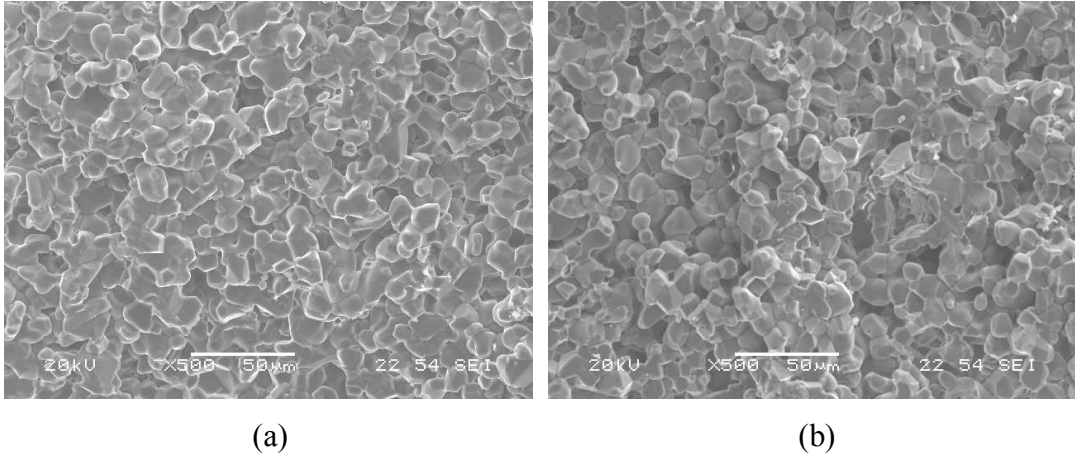
6.10.2. Çekme numuneleri

Dört farklı besleme stoğundan hazırlanıp 1775 °C'de 6 saat sinterlenmiş çekme numunelerinin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri Şekil 6.24'de verilmiştir.



Şekil 6.23. %53 alümina+ %47 bağlayıcıya sahip çekme numunesi kırılma yüzeyleri (a) Takviyesiz numune: 48 MPa (b) %0,5 MgO takviyeli numune: 50,4 MPa (c) %1 MgO takviyeli numune: 69 MPa (d) %1,5 MgO takviyeli numune: 54,2 MPa

Çekme numunelerinin SEM görüntülerinden de görüldüğü gibi (Şekil 6.24) alümina tozlarının en yoğun olduğu, başka bir ifadeyle gözeneklerin en az olduğu %1 MgO takviyeli numune (Şekil 6.24.c), çekme mukavemetinin yüksek olduğu numunedir. 1775 °C’de 6 saat sinterlenmiş kütlece %1 MgO takviyeli küçük ve büyük çekme numunelerinin kırılma yüzeylerine ait SEM görüntüleri ise Şekil 6.25’de verilmiştir.



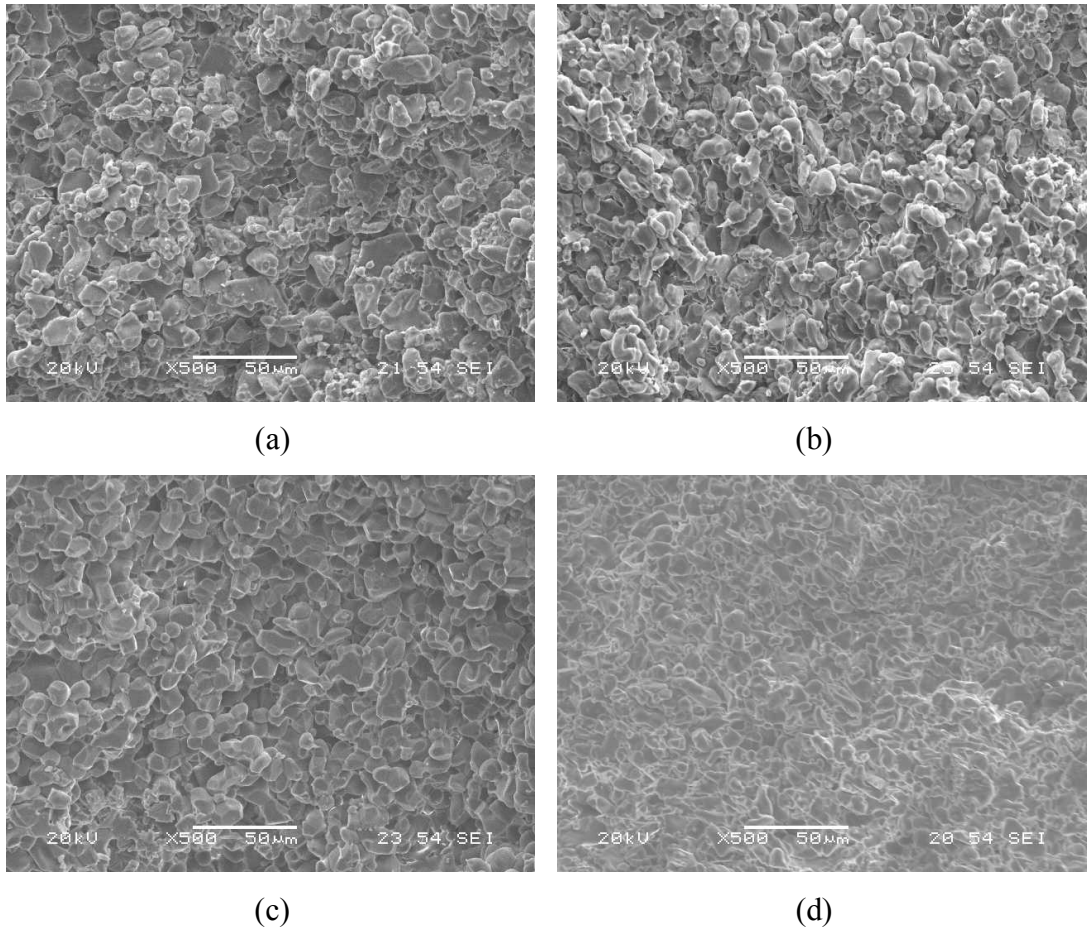
Şekil 6.24. Kütlece %1 MgO takviyeli çekme numunelerinin kırılma yüzeyleri (a) küçük çekme numunesi: 69 MPa ve $3,44 \text{ g/cm}^3$ (b) büyük çekme numunesi: 34,2 MPa ve $2,84 \text{ g/cm}^3$

Küçük ve büyük çekme numunelerinin SEM görüntülerinden de görüldüğü gibi küçük çekme numunelerinde daha az gözenek görülmektedir (Şekil 6.25.a). Küçük çekme numunelerinde gözeneklerin az olması; daha yoğun ve dolayısıyla daha mukavemetli olduğunu kanıtlamaktadır. Yapılan mekanik testler sonucunda küçük çekme numunelerinde maksimum değer 69 MPa iken büyük numunelerde 34,2 MPa'dır. Bu farklılığın sebebi yapı içerisindeki gözeneklerdir.

Bu gözeneklerin büyük numunelerde daha fazla olmasının nedeni: kalıplama esnasında, kalıbın büyük çekme numunesi tarafında yeterli basıncın gerçekleşmediği ve malzemede gereken sıkışmanın olmadığı için yapı içerisinde boşluklar kaldığı düşünülmektedir.

6.10.3. Eğme numuneleri

Dört farklı besleme stoğundan hazırlanıp $1775 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 6 saat sinterlenmiş eğme numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 6.26'da verilmiştir.



Şekil 6.25. %53 alümina+ %47 bağlayıcıya sahip eğme numunesi kırılma yüzeyleri (a) Takviyesiz numune: 88,2 MPa (b) %0,5 MgO takviyeli numune: 110 MPa (c) %1 MgO takviyeli numune: 158 MPa (d) %1,5 MgO takviyeli numune: 144,1 MPa

Eğme numunelerinin SEM görüntülerinden de görüldüğü gibi (Şekil 6.26) alümina tozlarının en yoğun olduğu, başka bir ifadeyle gözeneklerin en az olduğu %1 MgO takviyeli numune (Şekil 6.26.c), çekme mukavemetinin yüksek olduğu numunedir.

7. SONUÇ VE ÖNERİLER

7.1. Sonuçlar

Bu çalışmada alümina toz karışımının ve bu karışıma çeşitli oranlarda MgO takviyesi ile elde edilen karışımların reolojisi ile bu karışımlardan toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş parçaların mekanik özellikleri araştırılarak, MgO takviyesinin reoloji ve parça özelliklerine etkileri incelenmiştir. Yapılan deneysel çalışmalarda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

1. Kritik toz yükü %56 alümina olarak bulunmuş ve en iyi toz-bağlayıcı oranı hacimce %53 alümina+ %47 bağlayıcı olduğu tespit edilmiştir.
2. Bu oranda (takviyesiz, ağırlıkça %0,5, %1, %1,5 oranlarında MgO içeren) dört farklı besleme stoğu oluşturulup reolojik özellikler incelenmiştir. Tüm besleme stoklarının TEK işlemi için uygun olduğu, tüm besleme stoklarının erime davranış indeksi (m) 0,87-0,93 aralığında olduğu ve ayrıca akış özelliklerinin psedo plastik karakterde olduğu görülmüştür.
3. Tüm besleme stoklarının erime akış indeksi (EAI) değerleri 200 °C sıcaklık ve 1 MPa basınç altında belirlenmiştir. EAI değerleri takviyesiz alümina karışımı için 101,13 g/10 dk, kütlece %0,5 MgO takviyeli karışım için 78,4 g/10 dk, kütlece %1 MgO takviyeli karışım için 73,12 g/10 dk ve kütlece %1,5 MgO takviyeli karışım için 64,28 g/10 dk'dir.
4. Tüm besleme stokları en iyi akıcılık değerlerini 210 °C sıcaklıkta 0,6 MPa basınç altında göstermiştir (En iyi akıcılık, en düşük viskozite değerinde gerçekleşir). 0,6 MPa basınç altında kayma hızları ve bu hızlardaki akıcılık değerleri sırasıyla takviyesiz alümina karışımı için $60,44 \text{ s}^{-1}$ ve $3,24 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$, kütlece %0,5 MgO takviyeli karışım için $53,11 \text{ s}^{-1}$ ve $2,85 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$, kütlece %1 MgO takviyeli karışım için $45,85 \text{ s}^{-1}$ ve $2,46 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$ ve kütlece %1,5 MgO takviyeli karışım için $38,19 \text{ s}^{-1}$ ve $2,05 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$ olarak hesaplanmıştır.

5. Granül haline getirilen besleme stoklarıyla düzgün kalıplama için enjeksiyon parametreleri belirlenmiştir. Çekme numuneleri için 1150 bar enjeksiyon basıncı, 17 cm³/s debi, 16 cm³ mal alma miktarı ve 195 °C ortalama sıcaklıkla kusursuz numuneler kalıplanmıştır. Eğme numuneleri için 900 bar enjeksiyon basıncı, 17 cm³/s debi, 13,5 cm³ mal alma miktarı ve 190 °C ortalama sıcaklıkla kusursuz numuneler kalıplanmıştır.

6. En iyi sinterleme parametreleri: 1775 °C sinterleme sıcaklığı ve 6 saat bekleme süresi olarak belirlenmiştir.

7. Alüminaya kütlece %0,5 MgO takviyesi hem çekme hem de eğme mukavemet değerlerini artırmakta, MgO takviye miktarı kütlece %1 olduğunda ise mukavemet değerleri maksimum olmakta, ancak MgO takviye miktarı kütlece %1,5 olduğunda mukavemet değerlerinde düşüş görülmektedir.

8. Takviyesiz alüminadan üretilmiş çekme numunelerinde, maksimum çekme mukavemeti 48 MPa iken kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş numunelerin maksimum çekme mukavemeti 69 MPa'dır. Ayrıca bu çalışmada kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş küçük çekme numunelerinin ortalama çekme mukavemeti 65,5 MPa iken Yücel'in [17] çalışmasında aynı alümina tozu ile 1800 °C'de 10 dk sinterlenmiş küçük çekme numunelerin ortalama çekme mukavemeti 56,51 MPa'dır. Bu sonuçlara göre alüminaya kütlece %1 MgO takviyesi yapılarak Yücel'in [17] çalışmasındaki ortalama çekme mukavemet değeri geçilmiştir.

9. Takviyesiz alüminadan üretilmiş numunelerde, ortalama eğme mukavemeti 86,8 MPa iken kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş numunelerde ortalama eğme mukavemeti 155,8 MPa'dır. Benzer literatür çalışmaları incelendiğinde; Tambaş'ın [37] çalışmasında alüminadan üretilmiş eğme numuneleri ortalama eğme mukavemeti 140,5 MPa ve Yücel'in [17] çalışmasında alüminadan üretilmiş eğme numunelerinin ortalama eğme mukavemeti 91,4 MPa'dır. Bu sonuçlara göre

alüminaya kütlece %1 MgO takviyesi yapılarak hem Yücel'in [17] hem de Tambaş'ın [37] çalışmalarındaki maksimum eğme mukavemet değerleri geçilmiştir.

10. Alüminaya kütlece %0,5 MgO takviyesi yoğunluk değerini artırmakta, MgO takviye miktarı kütlece %1 olduğunda ise yoğunluk değerleri maksimum olmakta, ancak MgO takviye miktarı kütlece %1,5 olduğunda yoğunluk değerlerinde düşüş görülmektedir. Bu durum mukavemet değerleriyle uyum göstermekte ve çalışmayı tutarlı kılmaktadır. Bu sonuç, Heraiz ve arkadaşlarının [28] çalışmasıyla örtüşmektedir.

11. Takviyesiz alüminadan üretilmiş çekme numunelerinde, maksimum yoğunluk değeri $3,11 \text{ g/cm}^3$ ve %78 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş çekme numunelerinde maksimum yoğunluk değeri $3,44 \text{ g/cm}^3$ ve %86,8 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Yapılan literatür araştırmalarında bu çalışmada kullanılan alümina toz boyutuna ve özelliklerine yakın alümina tozu kullanılarak yapılan çalışmada $7 \mu\text{m}$ boyuttaki alüminada 1700°C 'de yapılan sinterleme işlemi sonucu yaklaşık %70 teorik yoğunluk elde edilmiştir [29]. Elde edilen % teorik yoğunluk değerleri bu çalışmadan oldukça fazladır. Ayrıca PEG20000 bağlayıcı kullanılarak yapılan benzer çalışmada [25] % 87,5 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Kütlece %1 MgO takviyeli çekme numunesinde bu değere %86,8 teorik yoğunluk değeri ile oldukça yaklaşılmıştır.

12. Küçük çekme numuneleri, hem yoğunluk hem de çekme mukavemeti olarak büyük çekme numunelerinden daha iyi sonuçlar vermiştir.

13. Takviyesiz alüminadan üretilmiş eğme numunelerinde, ortalama yoğunluk değeri $3,12 \text{ g/cm}^3$ ve %78,7 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Kütlece %1 MgO takviyeli alüminadan üretilmiş eğme numunelerinde ortalama yoğunluk değeri $3,45 \text{ g/cm}^3$ ve %87,1 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Yücel'in [17] çalışmasında aynı alümina tozu ile 1800°C 'de 10 dk sinterlenmiş eğme numunelerinin ortalama yoğunluk değeri $3,12 \text{ g/cm}^3$ ve %78,79 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Bu sonuçlara göre alüminaya

kütlece %1 MgO takviyesi yapılarak Yücel'in [17] çalışmasındaki eğme numunelerin yoğunluk değeri geçilmiştir.

14. 1775 °C sıcaklıkta 6 saatte yapılan sinterleme işlemi sonucunda: büyük çekme numunelerinde %17,80, küçük çekme numunelerinde %18,52 ve eğme numunelerinde %16,20 büzülme gerçekleşmiştir.

15. SEM ile yapılan mikro yapı incelemelerinde kütlece %1 MgO takviyeli numuneler daha az gözenekli ve düzgün sinterlenmiş görünüm sergilemektedir.

7.2. Öneriler

1. 1 μm 'den küçük boyutta alümina tozları ile çalışma yapılabilir.
2. Alümina yapılan MgO takviyesinin yapı içerisinde daha homojen dağılmasını sağlamak için (katı çözünürlüğü artırmak) besleme stoğu oluşturulurken karıştırma aşamasında besleme stoğuna Mg-stearat veya Mg-asetat [10] karıştırılabilir.
3. MgO dışındaki farklı oksit tozları (CuO , Cr_2O_3 , TiO_2) farklı oranlarda takviyesi yapılarak [1, 32] bunların etkileri araştırılabilir.

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 Yüksek ve Teknoloji İmalat Metodu", *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, Ankara, 13 (2): 193-228, (1998).
3. Öztürk, M., "SiC İlaveli Alümina Seramik Kompozitler", Yüksek Lisans Tezi, *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Sakarya, 1-83 (2007).
4. Hart, L.D., "History Of Alumina Chemicals", Hart Associates 12 Shawbridge Lane Little Rock, AR 72212, Alumina Chemicals, Science and Technology Handbook, 3-6, *The American Ceramics Society*, Inc. Westerville, Ohio, 36 (1990).
5. İnternet: Türk Seramik " Alümina Üretimi ve Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi" <http://www.turkseramik.com> (2010).
6. Kıran, M., " Alüminanın Ekstrüzyonla Şekillendirilmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Afyon, 1- 4 (2006).
7. Kaya, T., "Sol-Jel yöntemi ile ZrO₂-Al₂O₃ seramik kompozit oksit üretimi, karakterizasyonu ve ZrO₂ 'nin parametric etkilerinin incelenmesi",Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 5-10 (2006).
8. Sungur, H., "Geleceğin teknolojisi; Metalin plastik gibi şekillendirilmesi", *Teko Tek Kesici Takımlar Ltd*, İstanbul, 2-3 (2005).
9. Byung-Ki, K., Seong-Hyeon, H., Sang-Ho, L., "Alternative explanation for the role of magnesia in the sintering of alumina containing small amounts of a liquid phase", *Seoul National University*, Korea, 634-635 (2003).
10. Hwang, K.S., Hsieh, C.C., "Injection-Molded Alumina Prepared with Mg-Containing Binders", *The American Ceramic Society*, USA, 2349-2359 (2005).
11. Vielma, P.T., Cervera A., Levenfeld, B., Varez, A., "Production of alumina parts by powder injection molding with a binder system based on high density polyethylene", *Universidad Carlos III de Madrid*, Spain, 763-771 (2008).
12. Yang, W.W., Yang, K.Y., Hon, M.H., "Effects of PEG molecular weights on rheological behavior of alumina injection molding feedstocks", *National Cheng Kung University*, Taiwan, 416-424 (2002).
13. Oliveira, R.V.B., Soldi, V., Fredel, M.C., Pires, A.T.N., "Ceramic injection moulding: influence of specimen dimensions and temperature on solvent

- debinding kinetics”, *Universidade Federal de Santa Catarina*, Brazil, 213–220 (2005).
14. Wei, W.C.J., Wu, R.Y., Ho, S.J., “Effects of pressure parameters on alumina made by powder injection moulding”, *National Taiwan University*, Taiwan, 1301-1310 (2000).
 15. Loebbecke, B., Knitter, R., Haußelt, J., “Rheological properties of alumina feedstocks for the low-pressure injection moulding process”, *Institute for Materials Research III*, Germany, 1595–1602 (2009).
 16. Bakan, H.I., Güneş, M., “Development of Water Soluble Binder Systems for Low Pressure Injection Molding of Alumina”, *TUBITAK-MRC Materials and Chemical Technologies Research Institute*, Turkey, 313-316 (2004).
 17. Yücel, İ., “Toz enjeksiyon kalıplanmış alüminanın mekanik özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 1-117 (2007).
 18. Trunec, M., Cihlar, J., “Thermal Debinding of Injection Moulded Ceramics”, *Technical University of Brno*, Czech Republic, 203-209 (1997).
 19. Krauss, V.A., Oliveira, A.A.M., Klein, A.N., Al-Qureshi, H.A., Fredel, M.C., “A model for PEG removal from alumina injection moulded parts by solvent debinding”, *Federal University of Santa Catarina*, Brazil, 268–273 (2007).
 20. Yang, W.W., Yang, K.Y., Wang, M.C., Hon, M.H., “Solvent debinding mechanism for alumina injection molded compacts with water-soluble binders”, *National Cheng Kung University*, Taiwan, 745–756 (2003).
 21. Wong, T.L., Li, R.K.Y., Wu, C.M.L., “Injection Moulding of SiC / Al₂O₃ Composites”, *City University of Hong Kong*, Hong Kong, 399-404 (1997).
 22. Mannschatz, A., Höhn, S., Moritz, T., “Powder-binder separation in injection moulded green parts”, *Fraunhofer Institute for Ceramic Technologies and Systems*, Germany, 1-6 (2010).
 23. Trunec, M., Cihlar, J., “Thermal removal of multicomponent binder from ceramic injection mouldings”, *Technical University of Brno*, Czech Republic, 2231–2241 (2002).
 24. Wei, W.C., Tsai, S.J., Hsub, K.C., “Effects of mixing sequence on alumina prepared by injection molding”, *National Taiwan University*, Taiwan, 1445-1451 (1998).
 25. Say, C.A., Earl, D.A., Thompson, M.J., “Optimization of the sintered density of aluminum oxide compacts”, *New York State College of Ceramics at Alfred University*, USA, 262-267 (2002).

26. Park, C.W., Yoon, D.Y.,” Abnormal grain growth in alumina with anorthite liquid and the effect of MgO addition”, ***Korea Advanced Institute of Science and Technology***, Korea, 1585–1593 (2002).
27. Chang, S., Doremus, R.H., Schadler, L.S., Siegel, R.W.,” Hot-Pressing of nano-size alumina powder and the resulting mechanical properties”, ***Rensselaer Nanotechnology Center***, New York, 172-179 (2004).
28. Heraiz, M., Merrouche, A., Saheb, N., “Effect of MgO addition and sintering parameters on mullite formation through reaction sintering kaolin and alumina”, ***International Islamic University Malaysia***, Malaysia, 285-290 (2006).
29. Zeming, He., Ma, J., “Constitutive modeling of alumina sintering: grain-size effect on dominant densification mechanism”, ***Nanyang Technological University***, Singapore, 196-202 (2005).
30. Geçkinli, E., “İleri Teknoloji Malzemeleri”, ***İ.T.Ü. Kimya Metalurji Fak. Metalurji Müh. Bölümü***, İstanbul, 60-91 (1991).
31. Özçömert, M., “İleri malzeme teknolojileri sektör raporu”, ***İstanbul Ticaret Odası***, İstanbul, 7 (2005).
32. Örencik, S., “Muhtelif katkıların Seydişehir alüminasının sinterleme davranışlarına etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, ***Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü***, Türkiye, 1- 76 (2006).
33. Sarıdere, M.N., Birol, B., “Özel alüminalar-2, alüminyum hidroksit ve aktif alüminalar”, ***Metalurji dergisi***, 144:2-7 (2006).
34. Sarıdere, M.N., Birol, B., “Özel alüminalar-1, kalsine alüminalar”, ***Metalurji dergisi***, 141:2-10 (2005).
35. İnternet: The A to Z of materials "Alumina-The different types of commercially available grades" <http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=1389#> (2009).
36. İnternet: Treibacher Schleifmittel “ The working minerals“ <http://www.treibacherschleifm.com/process1.html> (2009).
37. Tambaş, T., “ Seydişehir alüminasının slip döküm parametrelerinin belirlenmesi”, Doktora Tezi, ***İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü***, 1-140 (2006).
38. İnternet: NGK Spark Plugs “ Spark Plug For Automobile ” <http://www.ngksparkplugs.jp/english/productinfo/sparkplug/index.html> (2010).
39. İnternet: NGK Spark Plugs “ Heat-Resistant Product” http://www.ngkntk.co.jp/english/product/indus/heat_resistant/index.html (2010).

40. İnternet: Ceramtech “Custom Ceramic Shape” <http://www.ceramtech.com/products/products.html> (2010).
41. İnternet: Foseco Foundry International ” Filters ” <http://foseco-foundry.com/products-Services/Products/Filters.html> (2010).
42. İnternet: Ravikiran Ceramics ” Textile ceramics ” <http://www.ravikiranceramics.com/products.htm> (2010).
43. İnternet: Technology Engineering “ TWI services to the aerospace sector ” http://www.twi.co.uk/content/aero_index.html (2010).
44. İnternet: Metoxit High Tech Ceramic ” Orthopeadics” <http://www.metoxit.com/english> (2010).
45. İnternet: Türkçe Bilgi “Magnezyum hakkında ansiklopedik bilgi” <http://www.turkcebilgi.com/magnezyum/ansiklopedi> (2010).
46. Turan, E., “ Alümina takviyeli Al-Fe-V-Si kompozitlerinin reolojik özelliklerinin ve toz enjeksiyon ile kalıplanabilirlik parametrelerinin araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 21-54 (2010).
47. Urtekin, L., “Toz enjeksiyon kalıplanmış steatit seramiklerin özelliklerine kalıplama ve sinterleme parametrelerinin etkisinin incelenmesi”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 23-30, 39-70 (2008).
48. Türkmen, M., “Toz enjeksiyon kalıplama metodu ile üretilen metalik esaslı malzemelerin biyokorozyonu”, Bilim Uzmanlığı Tezi, **Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Zonguldak, 1-12 (2007).
49. Karataş, Ç., “Toz Enjeksiyon Kalıplamada Karışımın Reolojisi”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü**, Ankara, 30-85 (1997).
50. Uslan, İ., "Toz Metalürji Üretim Yöntemleri", Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 50-60 (1999).
51. Gökten, M., "Steatit ve 316L paslanmaz çelik tozları ile PEG ağırlıklı reçinelerden meydana gelen besleme stoklarının reolojik özelliklerinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 54-60(2003).
52. Berber, M., "Toz enjeksiyon kalıplama ile steatitten üretilmiş parçaların sinterleme davranışlarının araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 19-31 (2005).

53. Ergüney, S.M., " Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan besleme stoklarının kalıplanabilirliklerinin incelenmesi ", Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 62-69 (2005).
54. Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N., “ Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri 1. Baskı”, **Uyum Ajans**, Ankara, 180-190, 235-270 (2007).
55. Bilgiç, C., “ Alümina, 3A, 5A, NaY adsorbanları için bazı adsorpsiyon parametrelerinin gaz-katı kromatografisi ile belirlenmesi”, Doktora Tezi, **Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Eskişehir, 20-23 (2003).
56. İnternet: Malzeme Bilgisi, Yrd. Doç. Dr. Hayri ÜN ders notları “ Reoloji” http://hun.pamukkale.edu.tr/ders_notlari/malzeme_bilgisi/Malzeme_ders_6_Reoloji.pdf (2010).
57. German, R.M., “ Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri” Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N., **Türk Toz Metalurjisi Derneği**, Ankara, 202-330 (2007).
58. Cao, M., Rhee, B.O., Chung, C.I., “ Usefulness of the viscosity measurement of feedstock in powder injection molding, in: Advances in Powder Metallurgy, vol. 2”, **MPIF, Princeton, NJ, USA**, 59-61 (1991).
59. Karataş, Ç., Koçer A., Ünal, H.İ., Sarıtaş, S., “ Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic binders”, **Journal of Materials Processing Technology**, 152:77–83 (2004).
60. Mangels, J.A., Williams, R.M., ” Injection molding ceramics to high green densities”, **Am. Ceram. Soc. Bull**, 601–606 (1983).
61. Quackenbush, C.L., French, K., Niel, J.T., “Fabrication of sinterable silicon nitride by injection molding”, **Ceram. Eng. Sci. Proc.**, 20–34 (1982).
62. Seyssiecq, I., Ferrasse, J., Roche, N., “ State-Of-The-Art: Rheological Characterisation of Wastewater Treatment Sludge”, **Biochemical Engineering Journal**, 16: 41–56 (2003).
63. Uprak, Ş., “ Toz enjeksiyon kalıplamada su bazlı bağlayıcı kullanılarak oluşturulan süperalaşım tozlu besleme stoklarından parça üretiminin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 30-45 (2008).
64. Mutsuddy, B.C., Ford, R.G., "Ceramic injection molding", **Chapman&Hall**, U.S.A., 291-351 (1995).
65. Dalkılıç, M., “Toz enjeksiyon kalıplama ile üretilmiş 17-4 çökeltiliyle sertleştirilmiş paslanmaz çelik gaz ve su atomize toz parçalarının

- karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 5-12 (2001).
66. Çakar, Y., “ Toz enjeksiyon kalıplama ile üretilmiş Ti-6Al-4V parçalarda işlem, yapı ve özellik ilişkileri”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 52-58 (2006).
67. Ercan, Y., Yiğit, İ., “ Toz enjeksiyon kalıplama makinasının enjeksiyon hızının kontrolü”, **I. Ulusal Hidrolik Pnömatik Kongresi ve Sergisi**, Türkiye, 397-398 (1999).
68. Yiğit, İ., Sarıtaş, S., Ercan, Y., “Bir toz enjeksiyon kalıplama deney düzeneği kullanılarak bentonit+su karışımı ile enjeksiyon hızı kontrolünün araştırılması”, **Uluslararası Katılımlı II. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı**, ODTÜ, 691-702 (1999).
69. Arslan, M., “ Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile paslanmaz çelik (316L) malzemenin üretimi ve özelliklerinin incelenmesi”, Bilim Uzmanlığı Tezi, **Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Zonguldak, 9-17, 38-44 (2007).
70. Oğulcu, F., “ Toz enjeksiyon kalıplama besleme stoğunun akıcılığına işlem parametrelerinin etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 11-33 (2006).
71. İnternet: TürkCAD/CAM “Sinterleme Teknolojisi”
<http://www.turkcadcaml.net/rapor/otoinsa/sinterleme.html> (2010).
72. Ersümer, A., " Toz metalürjisi sert metal sinterleme ", **İstanbul Teknik Üniversitesi Makine Fakültesi**, İstanbul, 30-40 (1993).
73. Tekeli, S., “Alüminanın düşük sıcaklık sinterlemesi”, **Uluslararası katılımlı 2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı**, Ankara, 489-492 (1999).
74. German, M.R., ”Sintering theory and practice”, **Metal Powder Industries Federation**, Princeton, New Jersey, 1-20 (1996).
75. TS 1675, “Plastikler-Polietilen ve polietilen bileşiklerinin erime akış indeksi’ nin tayini (EAI)”, **Türk Standartları Enstitüsü**, 1-10 (1974).
76. Arburg Marka Enjeksiyon Makinası Kullanım Kılavuzu, 5-20 (2001).
77. TS 2305, “Sinterlenmiş Geçirgen Metal Malzeme-Yoğunluk ve Açık Gözenekliliğin Tayini”, **Türk Standartları Enstitüsü**, 1-3 (1976).
78. TS EN 623-2, “İleri Teknoloji Seramikleri-Monolitik Seramikler-Yoğunluk ve Gözeneklilik Tayini “, **Türk Standartları Enstitüsü**, 1-7 (1999).

79. TS ISO 15490, “ İleri Teknoloji Seramikleri-Monolitik Seramikler-Oda Sıcaklığında Çekme Mukavemetinin Tayini İçin Deney Metodu”, ***Türk Standartları Enstitüsü***, 1-9 (2003).
80. TS ENV 12789, “İleri Teknoloji Seramikleri-Yüksek Sıcaklıkta Atmosfer Basıncındaki Havada Mekanik Özellikler- Eğilme Mukavemeti Tayini”, ***Türk Standartları Enstitüsü***, 1-7 (2002).

EKLER

EK-1 Alüminanın ilk tane boyutunun analiz değerleri

Ogutulmemis Alumina :Run Number 1			
Oguz ERDEM			
Sample File Name: OGMAL , Record: 1		Source: Analysed	
Measured on: 31 Oct 2009 Sat 12:16		Last saved on: 31 Oct 2009 Sat 12:19	

Presentation: 2OHD	Volume Result	Focus = 300 mm.
Polydisperse model		
Residual = 1.299 %	Concentration = 0.026 %	Obscuration = 14.82 %
d (0.5) = 15.88 µm	d (0.1) = 9.54 µm	d (0.9) = 25.70 µm
D [4, 3] = 16.77 µm	Span = 1.02	
Sauter Mean (D[3,2]) = 12.40 µm		Mode = 15.88 µm
Specific Surface Area = 0.4838 sq. m. / gm		Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.11	1.32	0.11
1.32	0.55	1.60	0.66
1.60	0.85	1.95	1.51
1.95	0.89	2.38	2.40
2.38	0.63	2.90	3.03
2.90	0.12	3.53	3.15
3.53	0.00	4.30	3.15
4.30	0.00	5.24	3.15
5.24	0.00	6.39	3.15
6.39	1.58	7.78	4.73
7.78	5.08	9.48	9.81
9.48	10.59	11.55	20.40
11.55	17.11	14.08	37.51
14.08	20.52	17.15	58.04
17.15	18.59	20.90	76.63
20.90	12.96	25.46	89.59

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	7.05	31.01	96.63
31.01	2.76	37.79	99.40
37.79	0.60	46.03	100.00
46.03	0.00	56.09	100.00
56.09	0.00	68.33	100.00
68.33	0.00	83.26	100.00
83.26	0.00	101.44	100.00
101.44	0.00	123.59	100.00
123.59	0.00	150.57	100.00
150.57	0.00	183.44	100.00
183.44	0.00	223.51	100.00
223.51	0.00	272.31	100.00
272.31	0.00	331.77	100.00
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00

EK-2 24 saat öğütülmüş alüminanın analiz değerleri

24 h ogutulmus Al2O3 :Run Number 2			
Oguz ERDEM			
Sample File Name: OGAL , Record: 1		Source: Analysed	
Measured on: 31 Oct 2009 Sat 15:37		Last saved on: 31 Oct 2009 Sat 15:38	

Presentation: 2OHD	Volume Result	Focus = 300 mm.
Polydisperse model		
Residual = 3.494 %	Concentration = 0.005 %	Obscuration = 12.34 %
d (0.5) = 3.37 µm	d (0.1) = 1.54 µm	d (0.9) = 10.06 µm
D [4, 3] = 4.89 µm	Span = 2.53	
Sauter Mean (D[3,2]) = 2.87 µm		Mode = 1.91 µm
Specific Surface Area = 2.0888 sq. m. / gm		Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	3.34	1.32	3.34
1.32	8.71	1.60	12.04
1.60	11.71	1.95	23.76
1.95	11.66	2.38	35.41
2.38	9.37	2.90	44.78
2.90	6.53	3.53	51.31
3.53	4.73	4.30	56.04
4.30	5.00	5.24	61.04
5.24	7.17	6.39	68.21
6.39	9.56	7.78	77.77
7.78	9.72	9.48	87.49
9.48	7.27	11.55	94.76
11.55	3.74	14.08	98.50
14.08	1.24	17.15	99.74
17.15	0.24	20.90	99.98
20.90	0.02	25.46	100.00

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	0.00	31.01	100.00
31.01	0.00	37.79	100.00
37.79	0.00	46.03	100.00
46.03	0.00	56.09	100.00
56.09	0.00	68.33	100.00
68.33	0.00	83.26	100.00
83.26	0.00	101.44	100.00
101.44	0.00	123.59	100.00
123.59	0.00	150.57	100.00
150.57	0.00	183.44	100.00
183.44	0.00	223.51	100.00
223.51	0.00	272.31	100.00
272.31	0.00	331.77	100.00
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00

EK-3 MgO'nun analiz değerleri

MgO ilk Boyut		:Run Number	3
Oguz ERDEM			
Sample File Name: MGO1		Record:	4
Measured on: 01 Nov 2009 Sun 06:22		Source: Analysed	
		Last saved on: 23 Jun 2010 Wed 10:33	

Presentation: 2OHD	Volume Result	Focus = 100 mm.
Polydisperse model		
Residual = 0.625 %	Concentration = 0.007 %	Obscuration = 16.59 %
d (0.5) = 6.37 µm	d (0.1) = 0.91 µm	d (0.9) = 39.33 µm
D [4, 3] = 14.31 µm	Span = 6.03	
Sauter Mean (D[3,2]) = 2.70 µm		Mode = 28.60 µm
Specific Surface Area = 2.2252 sq. m. / gm		Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.20	0.36	0.48	0.36
0.48	1.86	0.59	2.22
0.59	3.03	0.71	5.24
0.71	3.72	0.86	8.96
0.86	3.90	1.04	12.85
1.04	3.74	1.26	16.59
1.26	3.51	1.52	20.10
1.52	3.45	1.84	23.55
1.84	3.62	2.23	27.17
2.23	3.85	2.70	31.02
2.70	4.00	3.27	35.02
3.27	4.16	3.95	39.18
3.95	4.30	4.79	43.48
4.79	4.36	5.79	47.84
5.79	4.31	7.01	52.15
7.01	4.12	8.48	56.27

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
8.48	3.89	10.27	60.16
10.27	3.72	12.43	63.88
12.43	3.74	15.05	67.62
15.05	3.97	18.21	71.59
18.21	4.33	22.04	75.92
22.04	4.67	26.68	80.59
26.68	4.78	32.29	85.37
32.29	4.50	39.08	89.86
39.08	3.74	47.30	93.60
47.30	2.76	57.25	96.36
57.25	1.86	69.30	98.22
69.30	1.18	83.87	99.40
83.87	0.60	101.52	100.00
101.52	0.00	122.87	100.00
122.87	0.00	148.72	100.00
148.72	0.00	180.00	100.00

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : ERDEM, Oğuz
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 03.03.1984, Şereflikoçhisar/ANKARA
Medeni hali : Bekar
Telefon : 0 535 405 53 53
Faks : 0 (312) 354 47 55
e-mail : oguz_erd@yahoo.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Başkent Üniversitesi Makine Mühendisliği	2007
Lise	Dr. Binnaz-Rıdvan EGE Anadolu Lisesi	2002

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2009-2010	Gazi Üniversitesi	Asistan Öğrenci

Yabancı Dil
İngilizce