

**TOZ ENJEKSİYON KALIPLANMIŞ ALUMİNANIN
MEKANİK ÖZELLİKLERİ**

İlyas YÜCEL

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**HAZİRAN 2007
ANKARA**

İlyas YÜCEL tarafından hazırlanan TOZ ENJEKSİYON KALIPLANMIŞ ALUMİNANIN MEKANİK ÖZELLİKLERİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Bedri TUÇ
Tez Yöneticisi

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

Başkan: Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ

Üye : Prof. Dr. Bedri TUÇ

Üye : Doç. Dr. Mustafa YURDAKUL

Tarih : 29.06.2007

Bu tez, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.

TEZ BİLDİRİMİ

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

İlyas YÜCEL

**TOZ ENJEKSİYON KALIPLANMIŞ ALUMİNANIN
MEKANİK ÖZELLİKLERİ
(Yüksek Lisans Tezi)**

İlyas YÜCEL

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Haziran 2007

ÖZET

Bu çalışmada, toz enjeksiyon kalıplama için ağırlıkça %65 polietilen glikol, %30 polietilen ve %5 stearik asit içeren bağlayıcı karışımı ile değişik oranlarda alumina içeren besleme stokları hazırlanarak reoloji denemeleri yapılmıştır. Reoloji denemeleri sonunda kullanılan alumina için kritik yükleme oranı bulunmuştur. Hacimce %55 oranında alumina içeren besleme stoğu oluşturularak enjeksiyon kalıplama makinasında çekme ve eğme numuneleri üretilmiştir. Çekme ve eğme numunelerinde bağlayıcı giderme işlemi yapılmıştır. Daha sonra çeşitli ısıtma rejimlerinde sinterleme yapılmış ve en iyi mekanik özellikler 1800°C'ye kadar çıkılan ısıtma rejiminde elde edilmiştir. Bu ısıtma rejiminde eğme numunelerinde maksimum %79 teorik yoğunluk, %13,74 büzülme oranı, 133 MPa eğme mukavemeti değerleri elde edilmiştir. Çekme numunelerinde ise aynı ısıtma rejiminde maksimum %85 teorik yoğunluk, %14,17 büzülme oranı ve 64,17 MPa çekme mukavemeti elde edilmiştir. Kırılan yüzeyler taramalı elektron mikroskobu ile incelendikten sonra uygun yüzeyler oluşturularak mikro yapı incelemeleri yapılmıştır.

Bilim Kodu : 914.1.094
Anahtar kelimeler :Toz enjeksiyon kalıplama, reoloji, alümina, sinterleme mekanik özellikler
Sayfa Adeti :102
Tez Yöneticisi :Prof. Dr. Bedri TUÇ

MECHANICAL PROPERTIES OF POWDER INJECTION**MOULDED ALUMINA****(M.Sc. Thesis)****İlyas YÜCEL****GAZI UNIVERSITY****INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY****June,2007****ABSTRACT**

In this study rheological investigation were done using a binder: 65 wt% polyethylene glykol, 30 wt% polyethylene, 5 wt% stearic acid in composition. Fused alumina powder and above binder mixtures were injection molded by using various volume percents of alumina. Through these experiments critical solid loading for alumina powder was determined. Tensile and bending samples are produced by powder injection moulding of feedstock with 55 vol% alumina. Debinding and sintering of these molded samples were carried out. After sintering, in bending samples maximum 79 % teorical density, 13.74 % shrinkage and 133 MPa bending strength were determined. In tensile samples maximum 85 % teorical density, 14.17 % shrinkage and 64.17 MPa tensile strength were determined. Broken fracture surfaces of the samples were examined under scanning electron microscope. The optimum processing conditions for injection molding of alumina was determined.

Science code :914.1.094
Keywords :powder injection moulding, rheology, alumina, sintering, mechanical properties
Number of pages :102
Supervisor :Prof. Dr. Bedri TUÇ

TEŞEKKÜR

“2001K120590/Gazi Üniversitesi İleri Araştırma ve Eğitim Programları” ve “2003K120470-9 nolu Toz Enjeksiyon Kalıplama Parametrelerinin Pilot Ölçekli Araştırılması” başlıklı DPT projelerince de desteklenen çalışmalarım süresince yardım ve katkılarını esirgemeyen değerli hocam Doç. Dr. İbrahim USLAN’a teşekkürlerimi sunuyorum.

Deneyisel çalışmalar sırasında yardım ve katkılarından dolayı Arş. Gör. Levent ÜRTEKİN ve TEK ünitesinin kullanımındaki katkılarından dolayı Sn. Sami ERGÜNEY’e teşekkürlerimi sunuyorum.

Sakarya Üniversitesinde yapılan sinterleme çalışmalarında sağladığı imkanlardan dolayı Yrd. Doç. Dr. Ali Osman KURT hocama ve Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesinde SEM cihazının kullanılmasına imkan sağlayan Prof. Dr. Süleyman TEKELİ hocama ve mikroyapı incelemelerinde yardım ve desteklerini esirgemeyen başta Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ olmak üzere TOBB ETÜ öğretim elemanlarına ayrıca teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak çalışmalarım sırasında beni cesaretlendiren ve destekleyen aileme de teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xi
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. İLERİ TEKNOLOJİ SERAMİKLERİ VE ŞEKİLLENDİRME YÖNTEMLERİ.....	9
2.1. İleri Teknoloji Seramikleri.....	9
2.1.1. Oksit olmayan seramikler.....	10
2.1.2. Oksit seramikler	10
2.2. Alumina (Al ₂ O ₃).....	11
2.2.1. Aluminanın genel özellikleri.....	11
2.2.2. Aluminanın üretim prosesi.....	12
2.2.3. Alumina çeşitleri ve kullanım alanları.....	13
2.2.4. Aluminanın şekillendirilmesi.....	17
2.2.5. Aluminanın sinterlenmesi.....	17
2.3. Seramiklerin Şekillendirilmesi.....	18

	Sayfa
2.3.1. Slip döküm.....	19
2.3.2. Kuru presleme.....	21
2.3.3. Yaş presleme.....	21
2.3.4. İzostatik presleme.....	22
2.3.5. Sıcak presleme.....	22
2.3.6. Ekstrüzyon.....	23
3. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA.....	26
3.1. Besleme Stoğu.....	30
3.1.1. Toz-bağlayıcı oranı.....	30
3.1.2. Tozlar.....	33
3.1.3. Bağlayıcılar	34
3.1.4. Karıştırma ve granülleme.....	37
3.2. Kalıplama.....	37
3.3. Bağlayıcı Giderme.....	39
3.4. Sinterleme.....	42
3.4.1. Sinterleme mekanizmaları.....	44
3.4.2. Sinterleme parametrelerin etkileri.....	46
4. DENEYSSEL ÇALIŞMALAR.....	49
4.1. Alumina Tozu (Al ₂ O ₃).....	49
4.2. Bağlayıcı Bileşenleri.....	51
4.3. Besleme Stoğu Hazırlama.....	52

	Sayfa
4.4. Kılcal Reometre Denemeleri.....	52
4.4.1. Bağlayıcı + %50 alumina karışımı.....	55
4.4.2. Bağlayıcı + %53 alumina karışımı.....	56
4.4.3. Bağlayıcı + %54 alumina karışımı.....	58
4.4.4. Bağlayıcı + %56 alumina karışımı.....	60
4.4.5. Bağlayıcı + %58 alumina karışımı.....	62
4.5. Kalıplama.....	64
4.6. Bağlayıcı Giderme.....	67
4.7. Farklı Isıtma Rejimlerinde Sinterleme.....	68
4.7.1. Sinterlenmiş parçaların yoğunluklarının ve % büzülme oranlarını ölçme.....	70
4.7.2. Çekme ve eğme deneyleri.....	74
4.7.3. Kırık yüzey incelemesi.....	77
4.7.4. Mikroyapı incelemesi.....	82
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	85
KAYNAKLAR.....	87
EKLER	92
EK-1. Alumina tozunun ilk boyut analizi.....	93
EK-2. Alumina tozunun son boyut analizi.....	94
EK-3. X-Ray Diffraction (XRD) Sonuçları.....	95
EK-4. Mikroyapı EDX analizi (1 numaralı bölge).....	98
EK-5. Mikroyapı EDX analizi (2 numaralı bölge).....	99
EK-6. Mikroyapı EDX analizi (3 numaralı bölge).....	100
EK-7. Mikroyapı EDX analizi (4 numaralı bölge).....	101
ÖZGEÇMİŞ.....	102

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Özel aluminaların çeşitli kullanım yerleri.....	4
Çizelge 2.2. Alumina yüzdesine göre kullanım alanları.....	16
Çizelge 2.3. Alumina bazlı seramiklerden endüstride yaygın olarak kullanılan kompozisyonlar	17
Çizelge 2.4. Seramik şekillendirme yöntemlerinin karşılaştırılması.....	25
Çizelge 3.1. Bağlayıcı nitelikleri.....	36
Çizelge 3.2. Çözülebilir bağlayıcı giderme kombinasyon örnekleri.....	40
Çizelge 3.3. Sinterleme işlemi etkileri.....	44
Çizelge 4.1. Alumina tozunun bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri.....	50
Çizelge 4.2. Besleme stoğu hazırlamak için gerekli toz-bağlayıcı karışım miktarları.....	52
Çizelge 4.3. %50 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları.....	55
Çizelge 4.4. %53 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları.....	57
Çizelge 4.5. %54 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları.....	59
Çizelge 4.6. %56 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları.....	61
Çizelge 4.7. %58 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları.....	63
Çizelge 4.8. Çekme ve eğme numuneleri ham yoğunluktaki boyutları.....	66
Çizelge 4.9. TEK işleminde kullanılan parametreler.....	66
Çizelge 4.10. Eğme ve çekme numuneleri yoğunluk değerleri.....	71
Çizelge 4.11. Eğme ve çekme numuneleri % büzülme değerleri.....	73
Çizelge 4.12. Eğme ve çekme numunelerinin mukavemet değerleri.....	76

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Aluminaların üretim prosesi ve çeşitleri.....	12
Şekil 2.2. Bayer prosesi şematik gösterimi.....	13
Şekil 2.3. Slip döküm kademeleri.....	20
Şekil 2.4. Şerit döküm yöntemi.....	20
Şekil 2.5. Sıcak izostatik presleme kademeleri.....	23
Şekil 2.6. Sıcak izostatik presleme ünitesi.....	24
Şekil 2.7. Ekstrüzyon işleminin şematik gösterimi.....	24
Şekil 3.1. Toz enjeksiyon kalıplama işlem basamakları.....	29
Şekil 3.2. Toz bağlayıcı karışımının üç farklı durumu.....	31
Şekil 3.3. Kritik yükleme oranının bulunması.....	32
Şekil 3.4. Viskoz akış davranışları.....	33
Şekil 3.5. Polimer malzemelerin molekül ağırlığıyla özelliklerinin değişimi.....	35
Şekil 3.6. Enjeksiyon kalıplama makinası kesiti.....	38
Şekil 3.7. Kalıplama esnasında meydana gelen hatalar.....	39
Şekil 3.8. Silisyum nitrür içerisinde polietilenin sıcaklık-zaman kontrolünde uzaklaştırılması.....	41
Şekil 3.9. Sıcaklıkla bağlayıcı gidermede oluşan hatalar.....	42
Şekil 3.10. Boyun bölgesinde muhtemel sinter mekanizmaları.....	45
Şekil 3.11. Toz boyutunun sinterlemeye etkisi.....	47
Şekil 3.12. Bekleme zamanının sinterlemeye etkisi.....	48
Şekil 4.1. Hacimce %50 alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği.....	56
Şekil 4.2. Hacimce %50 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği.....	56

Şekil	Sayfa
Şekil 4.3. Hacimce %53 alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği.....	57
Şekil 4.4. Hacimce %53 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği.....	58
Şekil 4.5. Hacimce %54 alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği.....	59
Şekil 4.6. Hacimce %53 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği.....	60
Şekil 4.7. Hacimce %56 alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği.....	61
Şekil 4.8. Hacimce %56 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği.....	62
Şekil 4.9. Hacimce %58 alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği.....	63
Şekil 4.10. Hacimce %58 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği.....	64
Şekil 4.11. Çekme ve üç nokta eğme numunelerinin geometrileri.....	65
Şekil 4.12. Eğme numunelerinin teorik yoğunluk değişimi.....	72
Şekil 4.13. Çekme numunelerinin teorik yoğunluk değişimi.....	72
Şekil 4.14. Çekme numunelerinin boyutsal değişimleri	74
Şekil 4.15. Eğme numunelerinin boyutsal değişimleri.....	74
Şekil 4.16. Eğme numunelerinin mukavemet değerleri değişimi.....	77
Şekil 4.17. Çekme numunelerinin mukavemet değerlerinin değişimleri.....	77

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. TEK’le şekillendirilmiş alumina seramik parçalar.....	27
Resim 4.1. Turbula üç boyutlu karıştırıcı.....	50
Resim 4.2. Kılcal reometre.....	53
Resim 4.3. Deneyleerde kullanılan BEL markalı elektronik terazi.....	54
Resim 4.4. Enjeksiyon kalıplama makinası (Arburg Allrounder 220S).....	65
Resim 4.5. Kalıplanmış numuneler.....	66
Resim 4.6. Protherm markalı bağlayıcı giderme işleminde kullanılan fırın.....	67
Resim 4.7. Nabertherm marka yüksek sıcaklık fırını.....	68
Resim 4.8. Sinterleme sonunda elde edilen numuneler.....	69
Resim 4.9. Ham ve sinterlenmiş numuneler.....	70
Resim 4.10. Schimadzu markalı çekme ve eğme deneylerinin gerçekleştirildiği cihaz.....	75
Resim 4.11. Mikroyapı incelemelerinde kullanılan SEM cihazı (Jeol JSM-6060 LV).....	78
Resim 4.12. Altın kaplama cihazı.....	78
Resim 4.13. Eğme numuneleri kırılan yüzey genel görüntüleri.....	80
Resim 4.14. Eğme numuneleri kırılan yüzey mikroyapı görüntüleri.....	81
Resim 4.15. Çekme numuneleri kırılan yüzey görüntüleri.....	82
Resim 4.16. Çekme numuneleri kırılan yüzey mikroyapı görüntüleri.....	83
Resim 4.17. Isıtma rejimi 3’de maksimum ve minimum mukavemet değerlerinin elde edildiği çekme numuneleri.....	84
Resim 4.18. Mikroyapıda EDX analizi alınan bölgeler.....	86
Resim 4.19. Değişik büyütmelerde mikroyapı görüntüsü.....	87

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar açıklamaları ile beraber aşağıda verilmiştir.

Simgeler	Açıklama
A	En kesit alanı
b	Numune genişliği
D_w	23°C'deki suyun yoğunluğu
F	En büyük eğme yükü
F_ç	En büyük çekme yükü
h	Numune kalınlığı
m₁	malzemenin kuru haldeki ağırlığı
m₂	malzemenin çözeltiye batırıldıktan sonraki ağırlığı
m₃	malzemenin sudaki ağırlığı
A_s/V	Yüzey alanı/hacim oranı
L/D	Narinlik oranı
x	Boğaz çapı
a	tane çapı
σ_ç	Çekme mukavemeti
σ_f	Üç noktalı eğme mukavemeti
ρ	yoğunluk
Kısaltmalar	Açıklama
BET	Sabit hacimdeki yüzey alanı
CIP	Soğuk izostatik presleme
FEPA	Avrupa aşındırıcı üreticileri Federasyonu

Kısaltmalar**HIP****HEC****MFR****PEG****PE****PP****SA****PVA****SEM****TEK****T/M****Açıklama**

Sıcak izostatik presleme

Hidroxylen selüloz

10 dak.akan malzeme miktarı

Polietilen glikol

Polietilen

Polipropilen

Stearik asit

Polivinil alkol

Taramalı elektron mikroskobu

Toz enjeksiyon kalıplama

Toz metalurjisi

1. GİRİŞ

Alüminanın bilimsel keşfi geçen yüzyıla dayanmaktadır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı ise 1920'lerin sonu ile 1930'ların başlarına rastlar. Alüminanın ilk ticari kullanım alanı buji ve laboratuvar malzemeleridir. Bugün alumina özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında geniş çapta kullanılmaktadır. Bunun yanısıra kesici takım, yatak malzemesi, tekstil endüstrisinde iplik klavuzu olarak ayrıca, elektronik endüstrisinde, zırh yapımında, biyomekanikte kullanılmaktadır [1].

İleri teknoloji seramikleri içinde en çok kullanılan hammadde alüminadır. 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 [2,3].

Toz Enjeksiyon Kalıplama (TEK) metal, seramik ve intermetalik tozlardan karmaşık şekilli, küçük boyutlu, hassas toleranslı, düzgün yüzeyli parçaların üretilmesi için geliştirilen toz şekillendirme yöntemidir. TEK teknolojisi, aslında önceden bilinen toz metalürjisi ve plastik enjeksiyon teknolojilerinin birlikte gerçekleştirilmesidir [4,5]. TEK ateşli silahlar, otomotiv, tıp, el aletleri, elektronik, optik, havacılık, beyaz eşya, tüketim malları gibi bir çok endüstri kolunda uygulama alanı bulunmaktadır [6].

TEK dört temel aşamada tamamlanır. Birinci aşamada toz tanecikleri ve polimer esaslı bağlayıcılar karıştırılarak besleme stoğu oluşturulur. İkinci aşamada besleme stoğu, enjeksiyon kalıplama makinasında kalıp içerisine enjekte edilir. Üçüncü aşamada ise üretilen numunelerden bağlayıcılar uzaklaştırılır. TEK işlemi sinterleme ve yoğunlaştırma işlemi ile son bulur [7-9].

Bu çalışmada, ilk olarak alumina tozunun boyutunu inceltme için öğütme işlemi yapılmıştır. Ağırlıkça %65 polietilen glikol (PEG), %30 polietilen (PE) ve %5 stearik

asit (SA)'ten oluşan polimer esaslı bağlayıcı karışımı ile değişik oranlarda alumina tozları karıştırılarak reolojik özellikleri incelenmiş ve kritik yükleme oranı bulunmuştur. Daha sonra hacimce %55 aluminadan oluşan besleme stoğu oluşturularak karışım granül hale getirilmiştir. Granül hale getirilen karışımla enjeksiyon kalıplama makinasında eğme ve çekme numuneleri üretilmiştir. Üretilen numunelerden bağlayıcı giderme işlemi yapılmıştır. Son olarak farklı sıcaklıklarda sinterleme işlemi yapılarak mekanik özellikleri incelenmiştir.

Yapılan çalışmanın bu bölümünde alumina ve TEK ile ilgili son yıllarda yapılan çalışmalardan bahsedildikten sonra 2. bölümde alüminanın kullanım alanları çeşitleri ve seramiklerin şekillendirme yöntemleri anlatılmıştır. 3. bölümde TEK yönteminin aşamaları ayrıntılı olarak anlatıldıktan sonra 4. bölümde yapılan deneysel çalışmalar, uygulanan metotlar, kullanılan materyal ve malzemeler anlatılmış ve son bölümde ise bulunan sonuçlar verilmiştir.

Literatür Araştırması

Genel anlamda toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ve alüminyum oksit tozundan üretilen parçaların mekanik özelliklerinin incelenmesi ile ilgili çalışmalar şu şekildedir:

Yang ve arkadaşları PEG esaslı bağlayıcı sistemli alumina besleme stoğunda, PEG'in molekül ağırlıklarının etkilerini incelemişlerdir [10]. Ortalama toz boyutu 0,6µm olan alumina tozları kullanılmıştır. PEG1K, PEG1.5K, PEG4K, PEG20K içerisine ayrı ayrı polietilen ve stearik asit eklenerek PEG:PE:SA=65:30:5 ağırlık oranlarında dört farklı bağlayıcı sistemi oluşturulmuştur. Hacimce %45 bağlayıcı, %55 alumina olmak üzere besleme stoğu hazırlanmıştır. Yapılan incelemeler sonunda PEG'ün molekül sayısı arttıkça karışımın viskozitesinin arttığı görülmüştür. Yüksek molekül ağırlıklı PEG'ün yüksek kayma ve kesme gerilmesi oluşturduğu ortaya çıkmıştır. Buna bağlı olarak da PEG molekül sayısının düşük olması karışımda daha iyi akış sağladığı sonucuna varılmıştır. Ayrıca sıcaklığın artması ile viskozitenin düştüğü görülmüştür. PEG molekül sayısı arttıkça aktivasyon enerjisi azalmaktadır.

Aktivasyon enerjisi de viskoziteyi etkileyen bir diğerk faktördür. Bu sonuçlara göre PEG20K en düşük akış değerine sahip olmasına rağmen bütün çalışma sıcaklıklarında ve besleme stoklarında psedo-plastik özellik gösterdiği ve viskozitesinin 10^3 Pa.s'den küçük olduğu görülmüştür. PEG20K'nın diğerk PEG lere göre adhezyonunun büyük olması daha iyi akış kararlılığı sağlamakta olduğu görülmüştür.

Say ve arkadaşları alumina tozlarından oluşan numunelerin sinterleme sonrası optimum yoğunluğunu bulmaya çalışmışlardır [3]. Sinterleme süresi, sinterleme sıcaklığı, sıcaklık artış hızının ve diğerk bağlayıcı sistemlerinin sinterleme yoğunluğuna etkisini incelemiştirlerdir. Çalışmada PEG20000, PEG20000/HEC ve PVA/PEG400'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 diğerk sistemlere göre daha küresel morfolojide olduğundan dolayı sinterleme sonunda yoğunlukları daha yüksek değerdedir. 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 alumina partiküllerine bir faydası olmadığı sonucuna varılmıştır.

Nyberg ve arkadaşları TEK ile üretilmiş titanyum numunelerin yoğunlaşma davranışlarını, mikro yapısını ve mekanik özelliklerini incelemiştirlerdir [9]. Bu çalışmada ortalama toz boyutu 8,6µm olan TiH kullanılmıştır. Bağlayıcı olarak da ağırlıkça %93 naftalin, ham yoğunluğu artırmak için %6 etilen vinil ve %1 stearik asit kullanılmıştır. Bu çalışmanın sonunda çekme gerilmesi değerlerinin, dövme titanyum numunelerinin çekme gerilmesi değerlerine ulaştığı fakat uzama miktarının istenen değerlerin altında kaldığı saptanmıştır. Ayrıca sinterlenmiş parçanın

yoğunluğunun toz yükleme oranı ile doğrudan ilgili olduğuna ve elastiklik modülünün gözenek oranına bağlı olduğu sonucuna varılmıştır.

Zeming ve Ma başlangıç boyutları 0,9 μ m ve 7,0 μ m olan alumina tozlarını farklı sıcaklıklarda sinterlerleyerek bu tanelerde meydana gelen baskın yoğunlaştırma mekanizmalarını incelemişlerdir [11]. Bu çalışmada %99,9 saflıkta alfa-alumina tozları kullanılmıştır. Bu çalışmada kullanılan numuneler 200 MPa basınçta kuru presleme yöntemi kullanılarak elde edilmiştir. Sinterleme işleminde 600°C'ye kadar 2°C/dak hız ile çıkılmış daha sonra sinterleme sıcaklığına kadar 15°C/dak hız ile çıkılarak sinterlenme tamamlanmıştır. 0,9 μ m tozlardan oluşan numuneler 1400, 1450 ve 1500°C sıcaklıkta, 7 μ m tane boyutundaki tozlar ise 1600, 1650 ve 1700°C sıcaklıkta sinterlenmiş ve 20°C/dak hızla oda sıcaklığına soğutulmuştur. 0,9 μ m boyutlu aluminalarla %80'lerde teorik yoğunluğa, 7 μ m aluminalarla ise %70'lerde teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Tane boyutu büyük olan aluminaların sinterlemesinde tane sınırı difüzyonu mekanizmasının meydana geldiği, tane boyutu küçük olan aluminalarda ise yüzey enerjisi reaksiyonlarının meydana geldiği görülmüştür. Tane sınırı difüzyonu tane büyümesine yol açmaktadır. Yoğunlaşma için gerekli aktivasyon enerjileri ince tanelilerde 342 kJ/mol, kaba tanelilerde 384 kJ/mol olarak hesaplanmıştır.

Oliveira ve arkadaşları çözücü ile bağlayıcı gidermede sıcaklık ve yüzey alanı/hacim (A_s/V) oranının etkilerini araştırmışlardır [12]. Farklı A_s/V oranlarında; 0,8 μ m ortalama toz boyutlu alumina ile polipropilen, parafin ve stearik asitten oluşan bağlayıcılar kullanılarak enjeksiyon kalıplama ile oluşturulan numuneler 20, 40 ve 60 °C sıcaklıkta hekzan çözeltisi içerisinde çözüldürülerek bağlayıcı giderme işlemleri yapılmıştır. %60 hacim oranında alumina ve %40 hacim oranında bağlayıcı kullanılarak numuneler hazırlanmıştır. 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 önlenebileceği sonucuna varılmıştır.

Wei ve arkadaşları alumina esaslı besleme stoğu kullanılarak TEK yöntemiyle üretilmiş numunelere basınç parametrelerinin etkilerini araştırmışlardır [13]. Bu proseste 0,4µm boyutta %99,7 saflıkta alumina kullanılmıştır. Bağlayıcı olarak ise hacimce % 43,4 oranında polipropilen, parafin ve stearik asitten oluşan sırasıyla 70:25:5 ağırlık oranından bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Karıştırma, granül yapma, bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemleri yapılmıştır. Yüksek basınç ve uzun bekleme süresi sonunda kalıp içerisindeki kütlenin arttığı ve ham parçalarda yüzeyde meydana gelen çöküntülerin azaldığı sonucuna varılmıştır. Sinterleme sonunda %97,98 teorik yoğunluğa, 390 MPa eğme mukavemetine ulaşıldığı görülmüştür. Fakat presleme basıncının ve bekleme süresinin sinterleme sonrası mekanik özelliklere çok fazla etki etmediği sonucuna varılmıştır.

Shkarupa ve Klimov alüminyum oksit, silisyum nitrür ve silisyum karpit gibi seramik bazlı malzemelerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir [14]. Slip döküm yöntemini kullanarak %97,6 saflıktaki aluminadan numuneler hazırlamışlardır. Bu numuneleri önce 1000°C'ye kadar ısıtarak ön sinterleme yaptıktan sonra 1550°C'de hava ortamında sinterlemişlerdir. Numunelerde %10,5 çekme meydana gelmiştir. Sinterleme sonunda çok az çarpıklık meydana geldiği belirtilmiştir.

Rak ve Czechowski alumina tozları ile su bazlı bağlayıcı sistemleri kullanarak oluşturulan süspansiyonların reolojik özellikleri ve bunlardan üretilen numunelerin sinterleme sonrası yoğunluk ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir [15]. Bu çalışmada iki modlu ve tek modlu olmak üzere iki farklı alumina tipi kullanılmıştır. İki modlu tozlarla yapılan numuneler 1700°C'de 2 saat, tek modlu tozlarla yapılan numuneler ise 1650°C'de 1.5 saat sinterlenmişlerdir. İki modlu tozlarla yapılan sinterleme sonrası %98 teorik yoğunluğa ulaşılırken, tek modlu alumina tozları ile yapılan sinterleme sonrası %96,4 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. İki modlu tip aluminalarla yapılan denemelerde bağlayıcı-katı oranı tek modluya göre daha fazla (%54'e %46) olduğu gözlenmiştir. Yüksek yükleme oranıyla daha iyi ham mukavemet, daha az çekme ve daha yoğun parça elde edildiği sonucuna varılmıştır. Ayrıca düşük basınçlı enjeksiyon kalıplama sistemlerinde su bazlı bağlayıcı sistemlerinin kullanılabileceği belirtilmiştir.

Thian ve arkadaşları Ti-6Al-4V/HA kompozitlerini kullanarak TEK metoduyla ürettikleri parçaların sinterleme sonrası mekanik özelliklerini incelemiştir [16]. Üretilen numuneler 1050, 1100, 1150°C sıcaklıklarda, 5, 7.5, 10°C/dak sıcaklık artış hızlarında, 30, 45, 60 dak bekleme zamanlarında ve 5, 20, 40°C/dak soğuma hızlarında sinterlenmiştir. Bu deneyler sonunda sinterleme sıcaklığı, sıcaklık artış hızı, ve soğuma hızının mekanik özellikleri etkilediği fakat bekleme süresinin bir etki yapmadığı sonucuna varılmıştır. 1100°C sinterleme sıcaklığı, 7,5°C/dak sıcaklık artış hızı ve 5°C/dak soğuma hızında yoğunluk, sertlik ve mukavemet değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Yalnızca 1150°C'de yoğunluk ve sertlikte önemli bir değişiklik olmamakla birlikte mukavemette %0,6 ile %0,9 arasında değişen az bir artma meydana geldiği belirtilmiştir.

Soykan ve Karataş ZrO₂ esaslı seramiklerin enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretiminde kullanılan besleme stoğunun homojen olarak hazırlanabilmesi için geliştirilen bir yöntem üzerinde çalışmışlardır [17]. Bu yöntemle hazırlanan ve enjeksiyon kalıplamayla üretilen ZrO₂ tüpler üzerinde yoğunluk ve kısmi bağlayıcı giderme işlemi sonrası ağırlık kaybı değerlerini ölçerek hazırlanan besleme stoklarının homojenliğini tespit etmişlerdir. Bu besleme stoklarından üretilen ve 1750°C'de sinterlenen bir numunenin mikro yapısı SEM ile incelenerek, seramik partiküllerin homojen paketleme gösterip göstermediği incelenmiştir. Çalışmanın sonunda vakum ortamında besleme stoğu oluşturmanın karışımın sonunda hava boşluklarının elimine edilmesini sağladığı ve bu olayın diğer basamaklarda kolaylık sağlayacağı sonucuna varılmıştır.

Ekşi ve Sarıtaş alüminyum, demir ve alumina tozlarından soğuk izostatik presleme yöntemiyle üretilen parçaların farklı basınçlarda yoğunlaşma davranışlarını incelemiştir [18]. Bu amaçla 650 MPa basınca çıkan CIP ünitesi imal edilmiştir. Bu ünite, farklı boyut ve sertlikteki tozlardan numuneler üretilmiş ve 100-500 MPa arası basınç değerlerinde mekanik davranışları incelenmiştir. Elektron mikroskopu ile yapılan incelemelerde demir ve alüminyum ile yapılan numunelerin plastik deformasyona maruz kaldığı fakat aluminada böyle bir olayın olmadığı gözlenmiştir. Çalışma sonunda sert olan alumina 500 MPa basınçta ancak %20 teorik yoğunluğa

ulaşmıştır. Yine 500 MPa basınç altında ince taneli aluminalarda %70, kaba tanelilerde ise %45 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Bu değerler alüminyum için %100, demir için %90'dır.

Wei ve arkadaşları enjeksiyon kalıplama işleminin besleme stoğu hazırlama aşamasında alumina içerisine katılan bağlayıcıların karışıma eklenme ve karıştırma sırasının kopma gerilmesi ve sinterlemeye etkisini incelemiştirler [19]. İlk hazırlanan karışımda alumina içerisine önce SA daha sonra PW ve PP katılarak besleme stoğu oluşturulmuştur. İkinci karışımda ise alumina içerisine PP eklenmiş ve karıştırılmış daha sonra SA ve PW katılarak besleme stoğu oluşturulmuştur. Her iki karışımdan ayrı ayrı numuneler basılmış ve 1550 °C'da 1 saat sinterlenmiştir. Sinterleme sonunda birinci karışımda %98,6, ikincisinde ise %98,2 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Kopma mukavemetleri ise birinci karışımın 307 MPa, ikinci karışımın 375 MPa olarak ölçülmüştür.

Suri ve arkadaşları gaz atomize ve su atomize 316L paslanmaz çelik tozlarla TEK'yi kullanarak ürettikleri parçaların sinterleme sonrası özelliklerini incelemiştirler [20]. Gaz atomize ile üretilen tozlar küresel, su atomize ile üretilen tozlar ise düzensiz şekildedir. Kullanılan tozların ortalama boyutları sırasıyla 10,8µm ve 8µm'dir. TEK ile üretilen numuneler 1360°C sıcaklıkta 1 saat hidrojen ortamında sinterlenmiş ve bu işlemler sonunda su atomize tozlarla yapılan numunelerde %97, gaz atomize tozlarla yapılan numunelerde ise %99 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır.

Protter ve arkadaşları metal ve seramiklerden enjeksiyon kalıplama yöntemiyle mikro boyutta parçalar üretmişlerdir [21]. ZrO₂, Al₂O₃ gibi seramikler ve 316L, 17-4PH gibi metalik tozlarla kalınlığı 50µm'dan küçük boyutlarda dişli parçaları, dişli çarklar, rotor ve deneysel cihaz parçaları üretilip sinterleme işlemi yapmışlardır. Sinterleme sonunda bütün parçalarda %95 ile %99 arasında teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Ayrıca mikro toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilen numunelerin mekanik davranışlarını Schneider [22] ve arkadaşları da incelemiştirler.

Hwang ve Hesieh alüminanın enjeksiyonla kalıplamasında bağlayıcılara Mg-bileşenleri katılarak sinterleme sonrası mekanik özelliklerini incelemiştirler [23]. Genellikle MgO ilavesi sinterleme sonrası mekanik özellikleri iyileştirdiği bilinmektedir. Bu çalışmada MgO dağılımlarını iyileştirmek için Mg-stearat ve Mg-asetat karıştırma esnasında besleme stoğuna katılarak numuneler üretilip sinterleme sonrası mekanik özellikleri incelenmiştir. Sinterleme işlemi 1650°C'da 3 saat bekletilerek yapılmıştır. Sinterleme sonunda Mg-stearat katılarak elde edilen numunelerde %96 teorik yoğunlukla en iyi değere ulaşılmıştır. Yapılan SEM incelemelerinde Mg-stearatın homojen bir MgO dağılımı sağladığı görülmüştür.

2. İLERİ TEKNOLOJİ SERAMİKLERİ VE ŞEKİLLENDİRME YÖNTEMLERİ

Doğal ya da yapay inorganik madde ya da organik madde karışımlarının şekillendirilerek ya da şekillendirmeden pişirilmesinden elde edilen tuğla, kiremit, klinker, zımpara taşı, porselen, pota, havan, fayans, vazo ve cam gibi malzemelere genel olarak seramik adı verilir [24].

2.1. 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 özelliği, ince seramiklerin çok ince tozlardan üretilmeleridir. Günümüzde üretilen ileri seramiklerde, 1 mikron'un altında tozlar kullanılmakta ve böylece tamamen yoğun seramikler üretilmektedir. İleri seramikler başlıca alumina (Al_2O_3), zirkonya (ZrO_2), magnezya (MgO), berilya (BeO) gibi saf oksitlerden ve oksit olmayan seramiklerden (karbürler, nitrürler, sülfürler, silisitler, borürler) oluşmaktadır [1,25].

Seramik malzemeler farklı bileşimde kristal ve cam yapılı fazları içermekte ve genellikle gözenek ihtiva etmektedir. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Örneğin yapıda mevcut fazların yerlerini değiştirmek yalıtkan olan bir malzemeyi iletken hale getirebilmektedir. Bu nedenle; seramik malzemelerin geliştirilmesi konusunda ana fikir, mikroyapı üzerinde yoğunlaşmıştır [1].

Günümüzde seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir.

- Yüksek sıcaklığa dayanıklılık
- Kimyasal kararlılığın yüksek olması
- Çok sert olmaları
- Metallere göre hafif olmaları
- Hammadde olarak bol miktarda bulunmaları
- Metallere göre ucuz olmaları
- Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları
- Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması
- Sürtünme katsayılarının düşük olması

Tüm bu avantajlarına karşılık seramiklerin en istenmeyen özelliği ise gevrek olmasıdır [2].

2.1.1. Oksit olmayan seramikler

İleri teknoloji malzemelerinin önemli bir bölümünü de bor kabür, siliyum nitür, 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 sanayiinin yanısıra 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.

2.1.2. Oksit seramikler

Seramik oksitler, yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya müsait metal veya metaloid elementlerin oksijenle yaptıkları bileşiklerdir. Bir çok 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 yanısıra oksit seramikler, yüksek elastik modül ve sertlik, gevreklik, refrakterlik, düşük termal genleşme ve korozyona karşı direnç göstermektedirler [1]. Oksit seramiklerin mekanik özellikleri mikroyapıya, gözenekliliğe, safsızlık miktarına ve bazı hallerde ısı geçişine, numunenin şekline ve yüzeyinin düzgünlüğüne bağlıdır [1].

2.2. Alumina (Al_2O_3)

Aluminanın bilimsel keşfi geçen yüzyılla tarihlenir. Bununla birlikte, ticari olarak kullanımı, 1907 yılında yüksek alumina seramik üretimine ait bir patentle başlamıştır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı ise 1920'lerin sonu ile 1930'ların başlarına rastlar [1]. Alumina, dünyanın en çok kullanım yeri bulan oksit maddeleri arasındadır [26].

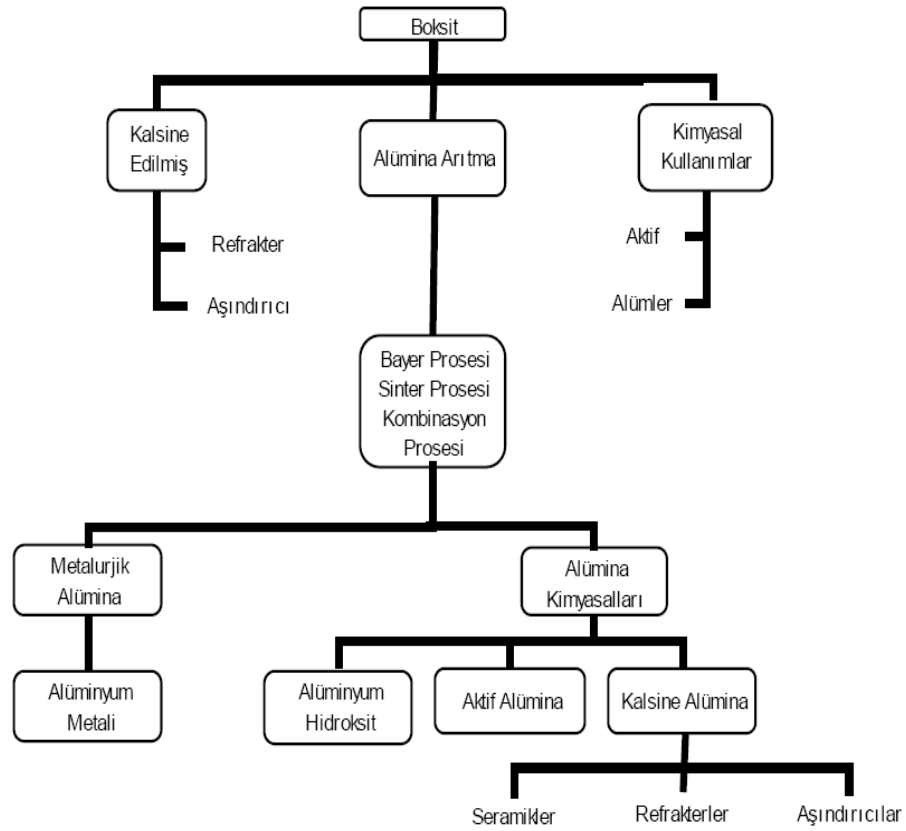
Boksit cevherinden Bayer prosesi ile üretilen aluminanın yaklaşık % 93'ü alüminyum metali eldesinde, geriye kalan kısmı ise özel alumina kimyasalları ve kalsine alumina üretiminde kullanılmaktadır [26].

2.2.1. Aluminanın genel özellikleri

Dünya alumina üretiminin %90'dan fazlası yüksek saflıkta son ürün temin eden Bayer teknolojisi ile yapılmaktadır. Teknolojik alandaki gelişmeler kil, kaolen, nefelin, alünit, şeyl gibi hammaddelerin de alumina eldesinde kullanılabilmesini göstermektedir. Buna rağmen daha ekonomik olması nedeniyle alüminyum endüstrisinde bu gün için boksit hammaddesi rakipsiz durumdadır [27].

Bugün Bayer Prosesi ile boksitten üretilen aluminanın yaklaşık % 93'ü metalurjik aluminadır yani alüminyum üretimi için kullanılmaktadır. Bazı Bayer Prosesi tesisleri, alüminyum üretimi için kullanılan aluminayı özel alumina kimyasallarına ve kalsine aluminaya dönüştürmektedir. [26,27]. Boksitten üretilen alumina çeşitleri Şekil 2.1'de görülmektedir.

Alüminanın erime sıcaklığı 2000 °C civarındadır. Kullanım için istenilen fiziksel özellikler değiştiğinden pek çok ticari alumina çeşidi vardır. Saf alumina düşük sıcaklıklarda birkaç formda bulunur. Fakat bu formlar zaman, kristal boyutu ve basınca bağlı olarak 750-1200°C arasında alfa-alüminaya dönüşür. 1600°C üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır [2].

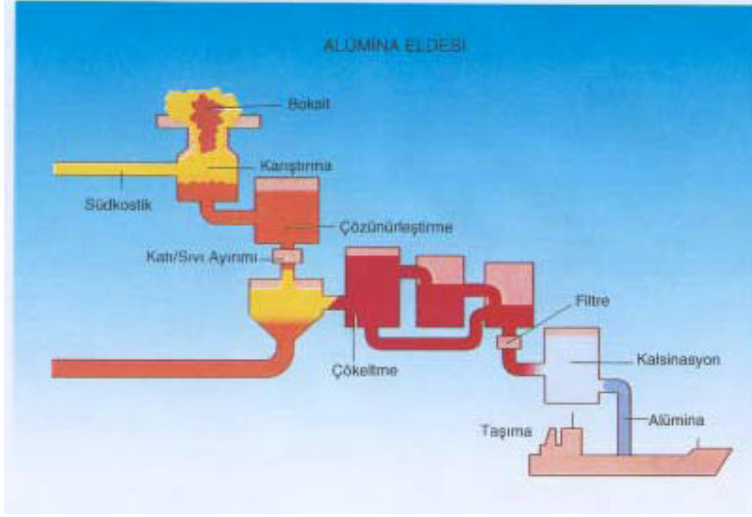


Şekil 2.1. Alüminaların üretim prosesi ve çeşitleri [26]

Yüksek saflıktaki alüminalar, Bayer prosesi ile değil, alüminyum esaslı tuzlardan elde edilirler [26].

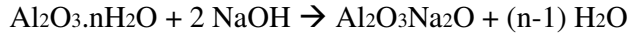
2.2.2. Alüminanın üretim prosesi

Alümina elde etmede en çok kullanılan yöntem Bayer prosesidir. Bu proses bir takım kimyasal reaksiyonlar sonucu meydana gelir.



Şekil 2.2. Bayer prosesi şematik gösterimi [28]

Proses kısaca özetlenirse ; boksit 80 veya 100 meşe öğütüldükten sonra özel kaplarda 3,5-5 atm. basınç altında ve 160-170 °C da sıcak NaOH ile reaksiyona sokulur. Reaksiyon şöyledir:



Eritme kaplarındaki cevher filitrelerden geçirilerek NaOH'da erimeyen kısım süzülür. Na-Al solüsyonu 30 C'de soğutulur, çökeltme tanklarına gönderilir. Burada solüsyona bir miktar tohumluk $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ atılarak solusyonda 30-60 saat zarfı içindeki Al_2O_3 'ün % 75'i çöktürülür. Alumina $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ veya $2\text{Al}(\text{OH})_3$ şeklinde çöker. Çökelti solüsyondan ayrılır, kurutuculara gönderilir. Solüsyon NaOH içerdiğinden tekrar boksitle reaksiyon kısmına gönderilir. Kurutuculara giden çökelti yakılır ve % 99,55 saflığında Al_2O_3 elde edilir [28].

2.2.3. Alumina çeşitleri ve kullanım alanları

Boksit, Bayer prosesinden geçtikten sonra ya alüminyum metali elde etmek için metalurjik alumina olarak ya da endüstriyel ürünlerde kullanılmak üzere özel alumina gruplarına ayrılır. Endüstride kullanılan özel alumina tipleri ve kullanım alanları Çizelge 2.1'de özetlenmiştir.

Alüminyum hidroksit

Alüminyum hidroksit deyimini $Al(OH)_3$ kimyasal formülüne dayanmasına rağmen, alumina trihidrat (ATH) veya hidratlanmış alumina, ($Al_2O_3 \cdot 3 H_2O$), olarak da kullanılmıştır. Bu üç terim de literatürde geçmektedir [29]. Çizelge 2.1'deki kullanım

Çizelge 2.1. Özel aluminaların çeşitli kullanım yerleri [26,30]

Ürün Adı	Kullanım Yerleri
Alüminyum Hidroksit	Plastik ve Lastiklerde Yanmayı Engelleyici Kağıt Dolgu Malzemesi Diş Macunu Dolgu Malzemesi Antiasit
Düşük Sodalı Kalsine Alümina	İnce Porselen, Beyaz Eşya Porselen İzolatörler, Buji Fırın İçi Donanımı
Normal Sodalı Kalsine Alümina	Sırlar, Emayeler, Porselen veya Sır Hammaddesi Olan Fritler, Aşındırıcılar, Refrakterler
Yüksek Safılıkta Alümina	Suni Elmaslar Taşıyıcılar, Mikroçip, Katalizörler Yan Şeffaf Alümina Ürünleri Kesici Takımlar, Parlatici Bilezikler
Kesme (Tabular) Alümina	Cam, Seramik, Aşındırıcılar, Refrakterler, Katalizör, Taşıyıcı Yataklar, Kaynak Elektrik Kaplama, Epoksi, Silikon, Polyester
Ergimiş (Fused) Alümina	Beyaz Ergimiş Aşındırıcı Taneler Pembe Ergimiş Aşındırıcı Taneler Kırmızı Ergimiş Aşındırıcı Taneler

yerlerine ilave olarak alüminyum içeren kimyasal maddeler ve özellikle alüminyum sülfat üretiminde de kullanılmaktadır [30].

Kalsine aluminalar

Alumina kimyasallarının bir alt grubu olan kalsine aluminalar soda içeriklerine ve toplam safsızlıklarına göre normal sodalı kalsine (soda miktarı %0,1'den büyük, saflığı %99-99,5 arası), düşük sodalı (termal reaktif) kalsine (soda miktarı %0,1'den küçük, saflığı %99,7) ve yüksek saflıktaki aluminalar (saflığı %99,99) olmak üzere

üç ana gruba ayrılırlar. Normal sodalı ve düşük sodalı (termal reaktif) kalsine aluminalar Bayer Prosesi ile üretilirken, yüksek saflığa sahip aluminalar ise alüminyum esaslı tuzların parçalanmasıyla elde edilirler. Kalsinasyon normal olarak döner fırınlarda veya sabit kalsine edicilerde yapılır [26].

Yüksek saflıkta alumina

%99,9'luk yüksek saflıklı aluminalar Bayer hidratından üretilebilmektedir. %99,99 saflıktaki alumina üretimi için bir çok 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 alumina elde edilmektedir. Partikül morfolojisi ve topaklanma Bayer aluminalarından farklıdır. Kalsinasyon zamanı ve sıcaklık, çeşitli yüzey alanlı aluminaların üretimi için değiştirilebilmektedir [26].

Kesme (Tabular) alumina

Tabular (kesme) alumina çok yüksek saflıkta alüminyum oksittir ve alüminanın 1700-1850°C'lere ısıtılmak suretiyle korund durumuna getirilerek elde edilmektedir. Tabular alumina çok serttir, kesiftir ve tablet gibi kristaller halindedir. Tabular alumina, iyi bir ısı geçirici, ısı şoklarına dayanıklı ve yüksek ısıda dielektrik gücüne sahip bir maddedir. Genel olarak buji izolasyonunda kullanılmak üzere geliştirilmiştir. Fakat şimdi büyük tonajlarda yüksek aluminalı tuğlalar, monolitler, metal ve cam ergitme fırınlarında kullanılan sanayii refrakterleri üretiminde kullanılmaktadır. Tabular alumina ısı geçirmeyi geliştiren abrasif dayanıklılık ve sertlik vermesi bakımından epoksi ve polyester reçinelerde dolgu maddesi olarak, yüksek ısı reaksiyonlarındaki katalistleri taşıyıcı olarak ve kaynak elektrotlarını kaplamada kullanılır [30].

Ergimiş (Fused) alumina

Bu çalışmada da kullanılan fused alüminanın üretim prosesi 19. yüzyıl sonlarında gerçekleştirilmiştir. 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 [31]. Ergimiş (fused) alüminanın en kolay kullanım alanı aşındırıcı sanayiidir. Silikon karpit (karborondum) ile ergimiş alumina bugün kullanılmakta olan en önemli aşındırıcılardır.

Alumina genel genel olarak; makine ve tezgahlarda aşınmaya dayanıklı malzeme olarak, kimya endüstrisinde korozyona dayanıklı malzeme olarak, elektronik ve elektro-teknikte izolasyon malzemesi olarak, ısıtma sistemlerinde yüksek sıcaklık malzemesi olarak kullanılmaktadır [3,7,8]. Ayrıca optik ve tıp tekniklerinde özel amaçlı kullanımları bulunmaktadır [2].

Çizelge 2.2. Alumina yüzdesine göre kullanım alanları [2]

Alumina (%)	Uygulama Alanı
85	Elektrik ve mekanik uygulamalarının çoğunda: Yalıtıcılık, öğütme, nozul, tebeşir pompa daldırmalarında (piston)
90	Daha yok mekanik kullanımlarda
94	Entegre devre, transistor altlık
96	Özellikli elektronik uygulamalarında
98-99,5	İnce film altlık, bilgisayar bant rehberi
99,8	Korozyon ortamlarında kullanılan finn topu, laboratuvar gereçleri
99,9	Kesme uçları, nükleer seramik ve diğer gereksinimler

Çizelge 2.3. Alumina bazlı seramiklerden endüstride yaygın olarak kullanılan kompozisyonlar

Madde	Kompozisyonlar		
	1	2	3
Al ₂ O ₃	87.80	95.00	99.70
SiO ₂	7.00	3.30	0.10
TiO ₂	0.20	0.02	0.01
Fe ₂ O ₃	0.30	0.20	0.05
CaO	1.50	0.10	0.07
MgO	1.30	1.20	0.04
K ₂ O	0.30	0.04	0.01
Na ₂ O	0.60	0.01	0.02

2.2.4. Aluminanın şekillendirilmesi

Alumina ürünler, slip-dökümle, ekstrüzyonla, enjeksiyon kalıplamayla, soğuk ve sıcak presle şekillendirilebilmektedir. Şekillendirmede un, polivinil alkol, mum lastik lateks, doğal reçine gibi organik bağlayıcılar ve reçinler kullanılmaktadır. Şekillendirmede Al(OH)₃ gibi inorganik bağlayıcılar da kullanılmaktadır. Alumina ısıtılmış termoplastik reçine ile karıştırılarak enjeksiyonla şekillendirildiğinde, yüzeyi çok düzgün, hassas ölçülerde parçalar üretmek mümkündür [1].

2.2.5. Aluminanın sinterlenmesi

Aluminanın 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, aluminanın sinterlenmesi başlıca üç aşamada gerçekleşmektedir. İlk aşamada, alumina 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 [1].

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 [1].

Alumina içersine MgO katkısının, yoğunlaşma hızı ve nihai yoğunluğa olumlu etkisi vardır. MgO katkısız aluminanın densifikasyonu %99'un üzerine çıkamamaktadır [23].

Aluminanın sinterleme kinetiği üzerinde yapılan çalışmalar, gözenek ve tane boyutunun, sıcaklığa olan bağımlılığının Arrhenius denklemi ile ifade edilebileceğini göstermiştir. Burada hem yoğunlaşma hem de tane büyümesi için eşit aktivasyon enerjisi yer almaktadır. Böylece tane boyutu ve gözenek arasında, sıcaklık ve zamana bağlı olmayan ampirik bir ilişki ortaya çıkmaktadır. Burada, sabit başlangıç gözenegi için tane boyutunun, ulaşılan gözeneye bağlı olduğu görülür [1].

Aluminanın sinterlenmesine çok sayıda katkı maddesinin etkisi de araştırılmıştır. Bunlardan, MgO ve NiO'in yararlı olduğu, buna karşın CaO, SnO, BaO, Y₂O₃ ve ZrO₂'nin tatmin edici bir netice vermediği saptanmıştır [1,7,8,23]. CuO'nun ise sinterleme sıcaklığını düşürücü etki yaptığı saptanmıştır [33].

2.3. Seramiklerin Şekillendirilmesi

Seramik malzemelerden ürünler elde etmek için birçok teknik geliştirilmektedir. Bu teknikler genellikle şu basamaklardan oluşur. Ham maddelerden kırma ve öğütme ile ince tozlar elde edilmesi, toz partüküllerinin bazı ilavelerle karıştırılarak istenen özelliklere getirilmesi ve son olarak da şekil verme, kurutma, fırınlama işlemleri. Ham maddeleri kırma işlemi genellikle yaş ve kuru ortamda bilyalı değirmenlerde yapılmaktadır. Yaş ortamda kırmada toz partükülleri beraber tutulur. İnce tozların hava ortamına çıkması engellendiğinden dolayı yaş ortamda kırma daha etkilidir.

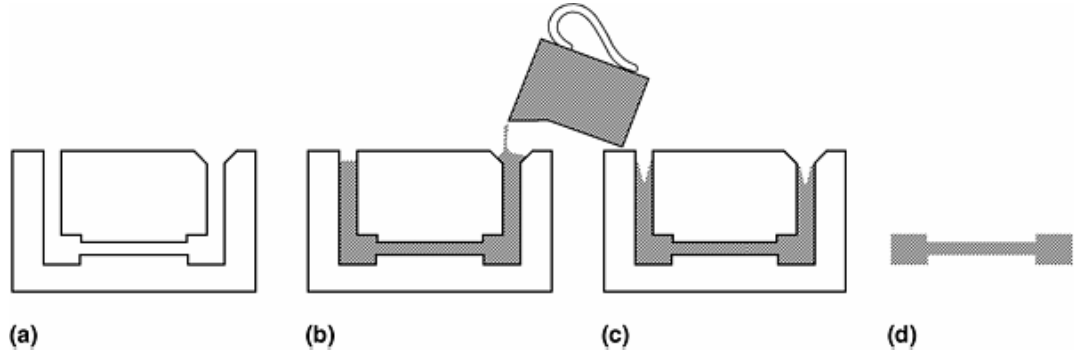
Elde edilen toz partiküllerine bir takım katkı malzemeleri ilave edilir ve karıştırılır. Bu ilave edilen katkı malzemeleri aşağıda verilmektedir [32]:

1. Parçaya ham mukavemet kazandırmak amacıyla eklenen bağlayıcılar.
2. Presleme esnasında tozlar arasındaki ve kalıpla olan sürtünmeyi azaltmak amacıyla eklenen yağlayıcılar.
3. Karıştırma esnasında ıslatma özelliklerini kontrol etmek için ilave edilen maddeler. Islatıcı yüzey gerilmesini azaltır.
4. Karıştırma esnasında plastisiteyi kontrol etmek için eklenen maddeler.
5. Seramik-su karışımının düzenlenmesi için eklenen deflokülanlar. Deflokülanlar toz yüzeylerindeki pH'ı kontrol eder. Toz yüzeylerindeki elektrik yükünü, dispersiyonu veya topaklanmayı kontrol eder. Su eklenmesi karışımın akıcılığı artırır veya viskozluğu düşürür.
6. Sinterlemeyi ve biçimlendirmeyi kontrol etmek için eklenen katkı maddeleri. Bu maddeler yoğunlaşmayı sağlamaktadır [1,32].

Seramik malzemelerin şekillendirilmelerinde kullanılan geleneksel ve modern yöntemler aşağıda yer almaktadır.

2.3.1. Slip döküm

Seramiklerde en çok kullanılan döküm yöntemi slip dökümdür. Slip seramik tozlarının bir sıvı içinde genellikle su ile süspansiyon olmasıyla oluşan bir karışımdır. Slip döküm yönteminde, slip alçıdan yapılmış gözenekli bir kalıbın içine dökülmektedir. Akışın kolay olması için slip oldukça düşük viskoziteli olması gerekmektedir. Slipdeki suyun bir kısmı gözenekli alçı kalıp tarafından emilir ve kalıp ters çevrilir kalan madde dökülür. Daha sonra kalıp eski haline getirilir ve kalıp parçadan çıkarılarak ürün elde edilir [34]. Banyo gereçleri, seramik

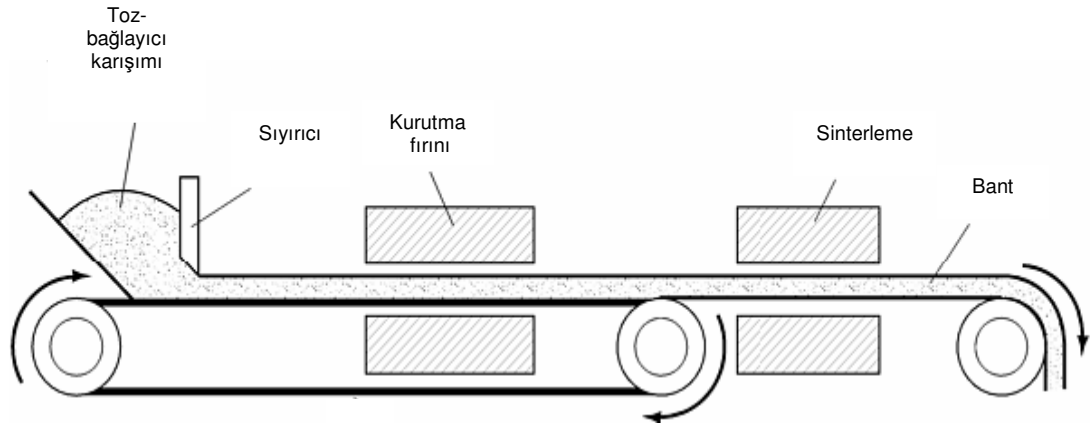


Şekil 2.3. Slip döküm kademeleri

a) Kalıp b) Slibin kalıba dökülmesi c) Kalıbın slibi emmesi d) Parça [35]

sanat eserleri ve sofrta takımları gibi büyük ve kompleks parçalar bu yöntemle elde edilir. Boyut kontrolü sınırlı ve üretim hızı düşük olmasına rağmen kalıp ve malzeme masrafları düşüktür. Bazı uygulamalarda parçaların bileşenleri ayrı ayrı yapılır daha sonra birleştirilir [32].

Bir diğer döküm yöntemi olan şerit döküm yöntemi ile 1.5 mm'den ince kalınlıklarda seramik tabakalar üretilmektedir. Bu işlemde, hareketli plastik bir bant üzerine slip dökülmektedir ve onun kalınlığı sıyrıcı bıçak tarafından kontrol edilmektedir. Şekil 2.4'de şerit döküm yönteminin şematik görünümü verilmiştir.



Şekil 2.4. Şerit döküm yöntemi [35]

Diğer bir döküm yöntemi olan haddede ise slip, kağıt şeritler üzerinde haddeler arasından geçirilir daha sonra fırınlama esnasında kağıtlar yakılarak parçadan uzaklaştırılır. Bu aşamalarda üretilen parçalar ham mukavemete sahiptir [32].

2.3.2. Kuru presleme

Kuru presleme genellikle basit şekil vermelerde kullanılmaktadır. Bu yöntemle parlak dayanıklı ürünler elde edilebilmektedir. Bu yöntemdeki üretim hızı ve boyut kontrol toleransları toz metalurjindeki gibidir. Karışımın nem miktarı genellikle %4'ün altındadır fakat %12'ye kadar da çıktığı olabilmektedir. Stearik asit, balmumu, nişasta ve polyvinil alkol gibi bazı organik ve inorganik bağlayıcılar karışıma eklenmektedir. Bu katkı malzemeleri yağlayıcı etki de yapmaktadır. 35 MPa ile 200 MPa arasında basınçlar uygulanmaktadır. Kuru presleme için yüksek otomasyona sahip modern presler geliştirilmiştir. Kalıplar genellikle kalsiyum karbür ve sertleştirilmiş çeliklerden yapılmaktadır. Kalıpların seramik parçalara dayanabilmesi için yüksek mukavemete sahip olması gerekmektedir; bundan dolayı da kalıp maliyeti yüksektir [32].

Kuru preslemede yoğunluk, toz parçacıkları arası ve kalıpla olan sürtünmeden dolayı çok fazla çeşitlilik göstermektedir. Yoğunluk farklılaşması fırınlama esnasında çarpıklıklar meydana getirmektedir. Çarpıklık özellikle yüksek boy/çap (L/D) oranına sahip toz partiküllerinde daha fazla meydana gelmektedir. Tavsiye edilen maksimum L/D oranı 2:1 olmaktadır. Yoğunluk farklılaşmasını düşürmek amacıyla bazı metotlar kullanılabilir. Bu bağlamda sistem tasarımında titreşimli presler kullanılmaktadır. Ayrıca vurgu yoğunluğunu düşürücü etkiler yapılmaktadır. Yoğunluk farklılaşmasını azaltmak için kullanılan diğer bir cihaz ise izostatik preslerdir [32].

2.3.3. Yaş presleme

Yaş preslemede toz partikülleri, bir kalıp içerisinde yüksek basınç altında hidrolik veya mekanik presler yardımıyla şekillendirilir. Bu yöntem genellikle karışık şekilli

parçaların üretiminde kullanılır. Karışımdaki nem miktarı genellikle %10 ile %15 arasındadır. Üretim hızı yüksektir fakat parça büyüklüğü sınırlıdır. Kuruma esnasındaki çekmeden dolayı boyutsal kontrol zordur. Cihaz maliyeti yüksektir [32].

2.3.4. İzostatik presleme

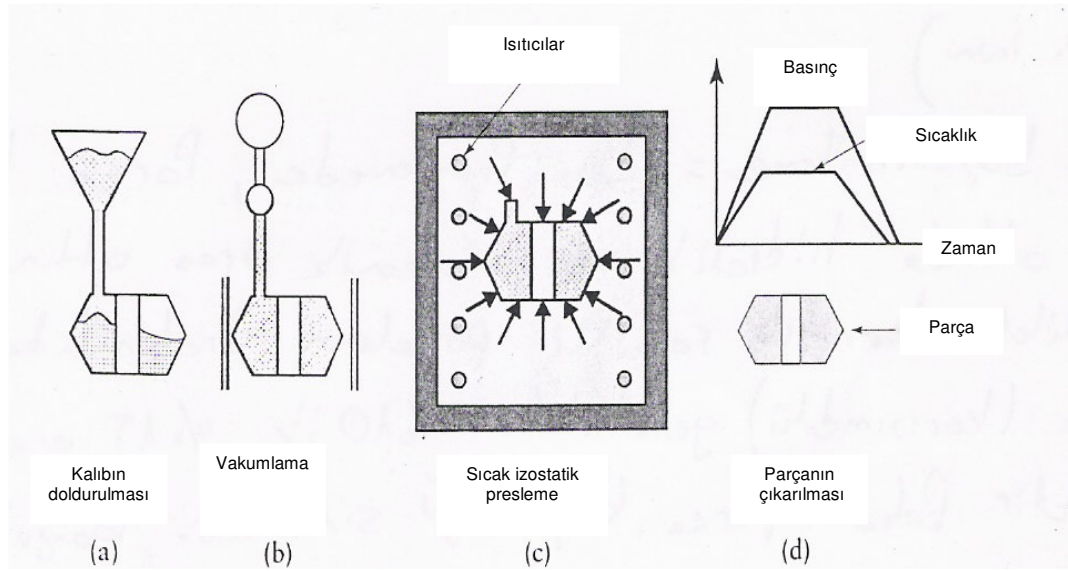
Toz metalurjisinde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Seramik malzemeler içinde parçanın her yerinde aynı yoğunluk dağılımı sağladığından dolayı yaygın olarak kullanılır. Otomotiv sanayiinde bujiler bu yöntemle üretilen parçalardandır. Yüksek sıcaklıklarda çalışan silisyum nitrid pervanelerde sıcak izostatik presleme yöntemiyle üretilen parçalar arasındadır [32].

2.3.5. Sıcak presleme

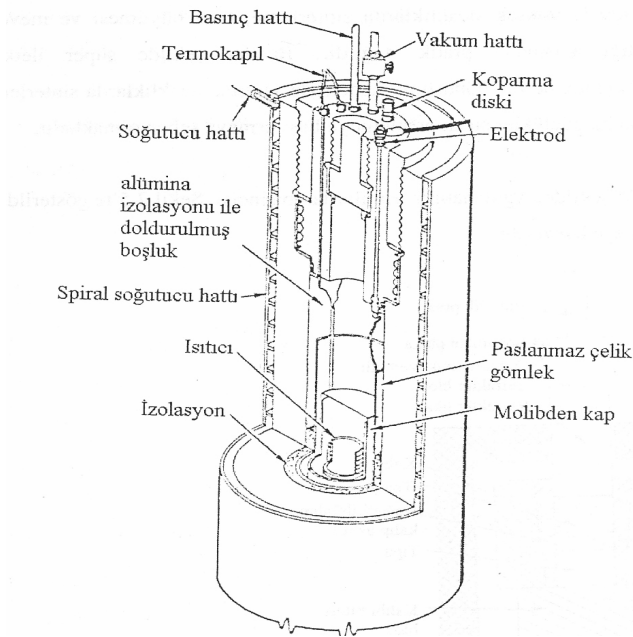
Sıcak presleme aynı zamanda basınçlı presleme olarakta adlandırılır. Basınç ve sıcaklık aynı zamanda uygulanır. Bu yöntemde gözeneklilik azalır parça daha yoğun ve mukavemetli olur. İzostatik preslerde bu yöntemde kullanılabilir. Özellikle ileri teknoloji seramiklerinin özelliklerini yükseltmek için sıcak izostatik presleme yöntemi kullanılır. Kalıp ömrü, yüksek sıcaklık ve yüksek basınç sebebiyle düşüktür. Presleme ve kalıp malzemesi olarak çoğunlukla grafit kullanılmaktadır. Genellikle koruyucu atmosfer kullanılmaktadır [32].

2.3.6. Ekstrüzyon

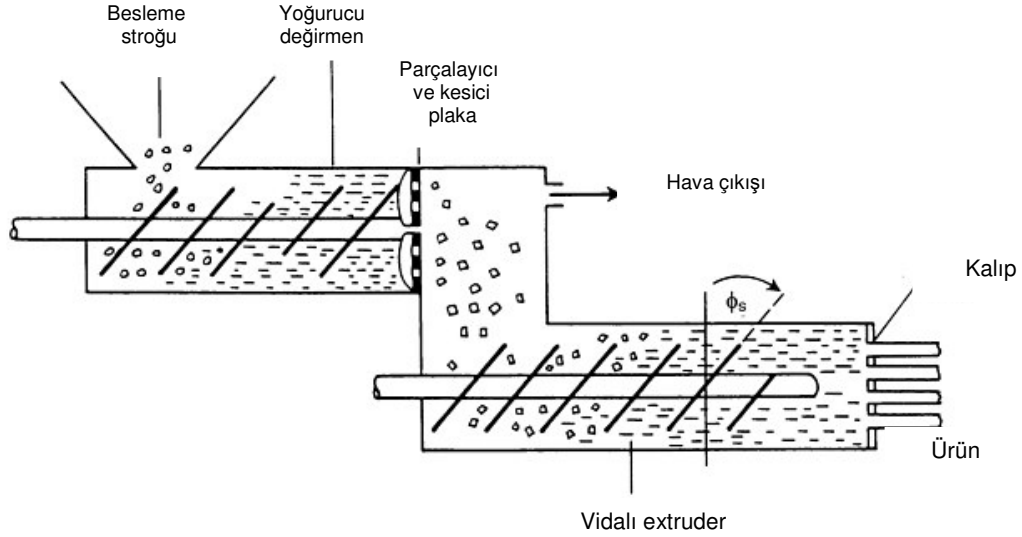
Seramik tozları, yeterli plastisiteyi sağlamak amacıyla %25-30 mertebesinde organik veya inorganik bağlayıcı ile karıştırılır. Karışım daha sonra ekstrüzyona tabi tutulur. Tüp, çubuk, tuğla, fayans gibi sabit kesite sahip ürünlerin imali için uygundur [1].



Şekil 2.5. Sıcak izostatik presleme kademeleri [32]



Şekil 2.6. Sıcak izostatik presleme ünitesi [8]



Şekil 2.7. Ekstrüzyon işleminin şematik gösterimi [35]

Çizelge 2.4. Seramik şekillendirme yöntemlerinin karşılaştırılması [32]

Yöntem	Avantajları	Sınırlamalar
Slip döküm	Büyük parçalar, karmaşık şekiller, düşük maliyette ekipmanlar	Düşük üretim hızı, boyutsal kontrol sınırlaması
Ekstrüzyon	İçi boş ve küçük çaplı parçalar, hızlı üretim	Sabit kesitte, kalınlık sınırlıdır
Kuru presleme	Son toleranslar, otomasyonla hızlı üretim	Yüksek L/D oranlarında yoğunluk çeşitliliği, kalıpların yüksek mukavemet gerektirmesi
Yaş presleme	Karmaşık şekiller, yüksek üretim hızı	Parça büyüklüğü sınırlı, boyutsal kontrol, yüksek ekipman maliyeti
Sıcak presleme	Mukavemetli, yüksek yoğunluklu parçalar	Koruyucu atmosfer, kalıp ömrü sınırlı
İzostatik presleme	Üniform yoğunluk dağılımı	Ekipman maliyeti
Enjeksiyon kalıplama	Karmaşık şekiller, hızlı üretim	Ekipman maliyeti

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi 3. bölümde ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

3. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA

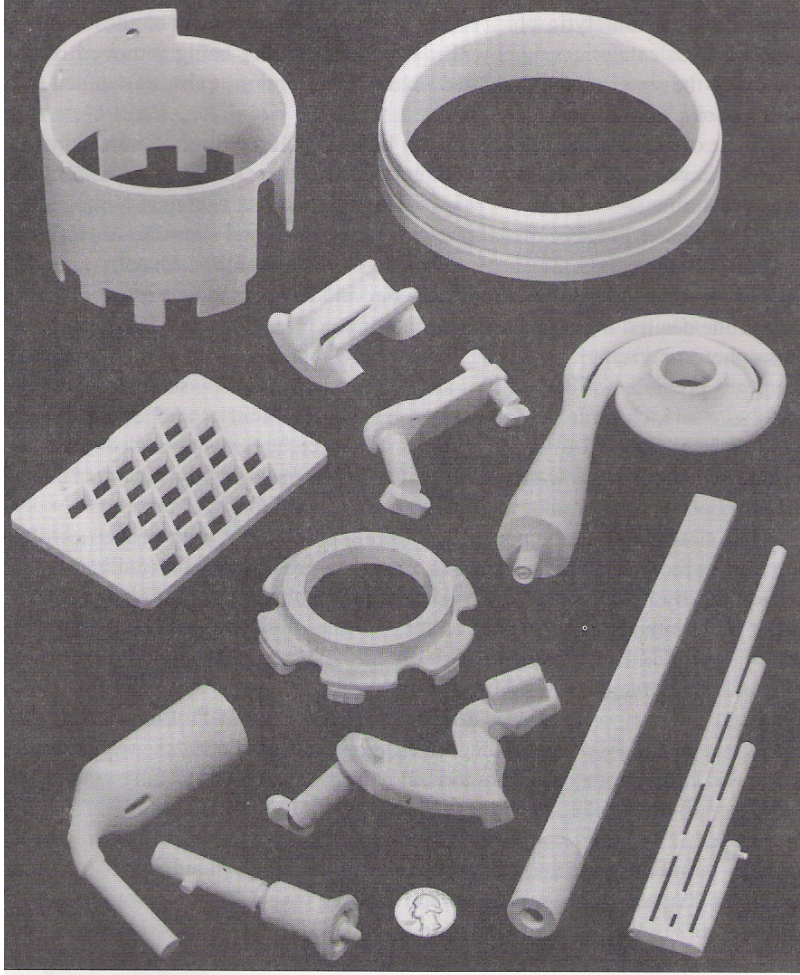
Toz Enjeksiyon Kalıplama (TEK); küçük, karmaşık şekilli, kesin boyutlu, hassas toleranslı, düzgün yüzeyli, işlenmesi güç ve fazla işlem gerektiren parçaların, uygun maliyette üretimi için geliştirilmiş bir üretim metotudur [4,5]. Bu teknoloji ile değişik metal ve/veya seramik parçaları diğer imalat yöntemlerine göre çok daha ekonomik ve hızlı bir biçimde üretilebilmektedir.

Enjeksiyon kalıplama işlemi ile plastik malzemelerin şekillendirilmesi uzun yıllardan beri uygulanan bir yöntemdir. Fakat birçok mühendislik uygulamaları için bu polimerik malzemeler sertlik, mukavemet, yüksek sıcaklıklarda çalışabilme gibi yeterli teknik özelliklere sahip değildir. Bu özelliklerin sağlanabilmesi için toz metalurjisi ve plastik enjeksiyon teknolojilerinin bir arada kullanıldığı toz enjeksiyon kalıplama teknolojisi ortaya çıkmıştır [7].

TEK teknolojisi ilk olarak 1920'li yıllarda seramik buji imalatında uygulanmıştır. 1950'li yıllarda epoksi, balmumu, selüloz gibi bağlayıcılar kullanılarak düşük üretim hacminde karbür ve seramik bileşenleri şekillendirilmiştir. TEK'da meydana gelen en önemli gelişme 1979 yılında geliştirilen iki tasarımın ödül alması olmuştur. Bunların biri jetlerde kullanılan vidalı sızdırmazlık elemanı, diğeri ise niobyum alaşımlı malzemeden yapılmış roket parçasıdır. Bu ödülünden sonra ticari olarak gözle görülür bir gelişme meydana gelmiştir ve bugün çok sayıda fabrikada TEK teknolojisi kullanılmaktadır [7,8].

TEK teknolojisi göreceli olarak küçük (0,1-150 mm) ve hafif (0,05-200 g) ancak diğer imalat yöntemleri ile üretilmesi zor veya pahalı olabilecek karmaşık şekilli parçaların çok sayıda (100 000'den fazla) üretilmesine uygun üretim yöntemidir [6,7].

Aşağıdaki şekilde alumina esaslı seramiklerden TEK ile üretilmiş karmaşık şekilli ve küçük boyutlu parçalar görülmektedir.



Resim 3.1 TEK'le şekillendirilmiş alumina seramik parçalar [7]

Toz Enjeksiyon Kalıplamanın Avantajları ve Dezavantajları

Avantajları

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

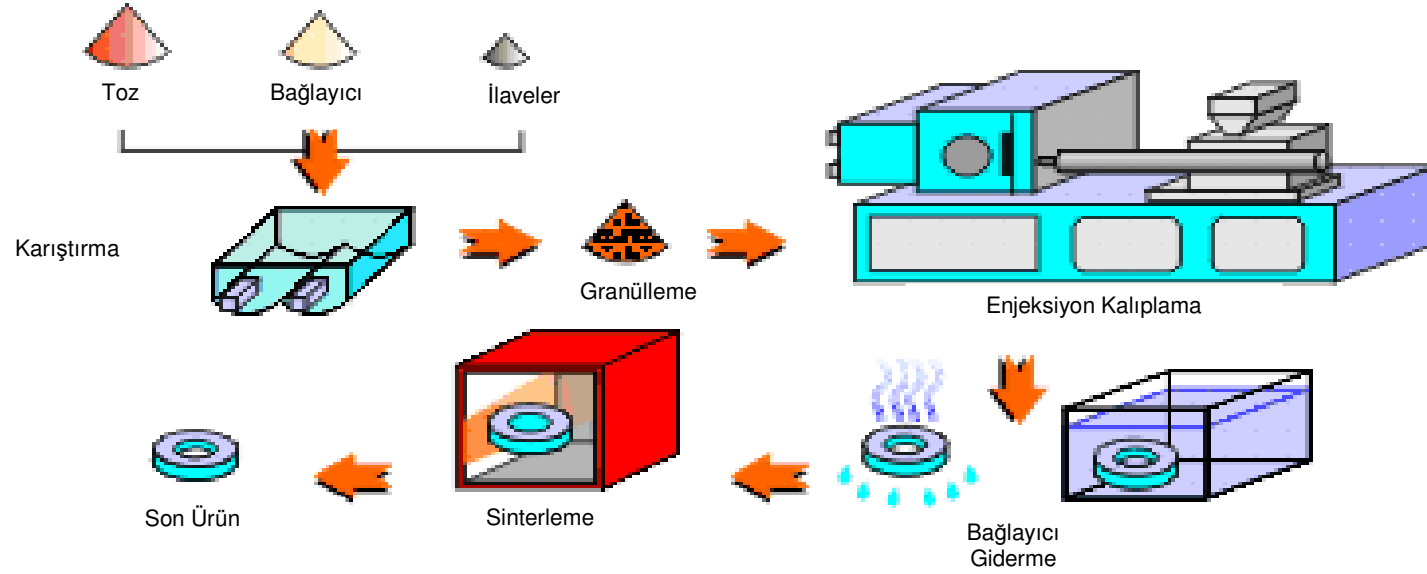
Dezavantajları

1. Düzgün parça üretimi için toz boyutlarının küçük ($20\ \mu\text{m}$ 'nin altı) ve toz şeklinin (küresel) uygun olması [36]
2. Geleneksel T/M işleminde yer almayan bağlayıcı çıkarma işleminin zorluğu
3. Bağlayıcı çıkarma ve sinterleme aşamalarında ön görülmeyen hataların çok sayıda üretilmiş ön ürünün firesine sebep olması
4. Geleneksel T/M'ye göre daha pahalı kalıp, tezgah ve operatör maliyeti [37,44]

TEK'da kesiti büyük parçaların bağlayıcı giderme işlemi uzun zaman almaktadır. Seramiklerin toz şekli karmaşık olduğu için toz boyutu $10\ \mu\text{m}$ 'nin altında olması gerekmektedir. Bu da toz maliyetini artırmaktadır [7,36].

Metaller ve seramiklerin enjeksiyonla kalıplanması yöntemi bir ileri teknoloji metodu olarak bilinir [4]. TEK işlemini dört ana basamaktan meydana gelmektedir. Bu basamaklar besleme stoğu oluşturma, kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterlemedir. Bu işlem basamakları Şekil 3.1'de görülmektedir.

TEK'da ilk basamak besleme stoğu oluşturmaktır. Besleme stoğu, toz ve bağlayıcı polimerlerin birbiriyle karıştırılmasıyla elde edilen karışımdır. Toz ve bağlayıcıları belli oranlarda karıştırdıktan sonra bu karışım granül hale getirilir. Bu granüllerin kalıba kolay akması için bağlayıcı ve toz seçimi önemlidir. Bağlayıcılarla gerekli viskoziteye getirilen karışım istenilen kalıba belli basınç ve sıcaklıkta macun kıvamında aktarılır. Kalıplamadan sonra, bağlayıcı giderme işlemi yapılır. Bağlayıcıların bir kısmı çözündürme ile bir kısmı ise sinterleme esnasında sıcaklıkla uzaklaştırılır. Son aşama olan sinterleme ise bir yoğunlaştırma mekanizmasıdır. Yoğunlaştırma parçanın pişirilerek aralarındaki boşlukların yok edilmesi olayıdır. Sinterleme sonrasında tam yoğunluğa yakın bir parça elde edilir.



Şekil 3.1. Toz enjeksiyon kalıplama işlem basamakları [38]

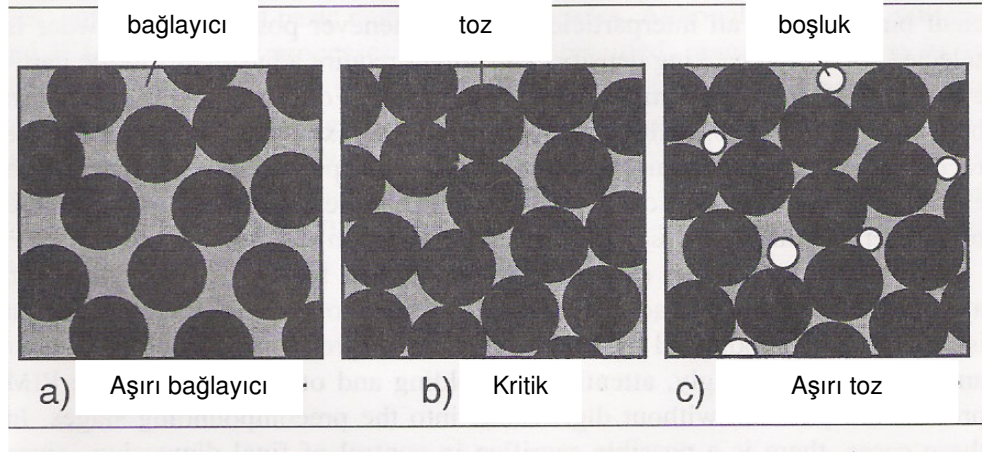
3.1. Besleme Stoğu

Enjeksiyon kalıplamada kullanılan toz ve bağlayıcıların karıştırılarak granüllemesi besleme stoğu olarak adlandırılır. Besleme stoğunu etkileyen beş faktör bulunmaktadır. Bunlar; toz karakteristikleri, bağlayıcı kompozisyonları, toz-bağlayıcı oranı, karıştırma metodu ve granülleme teknikleridir [7].

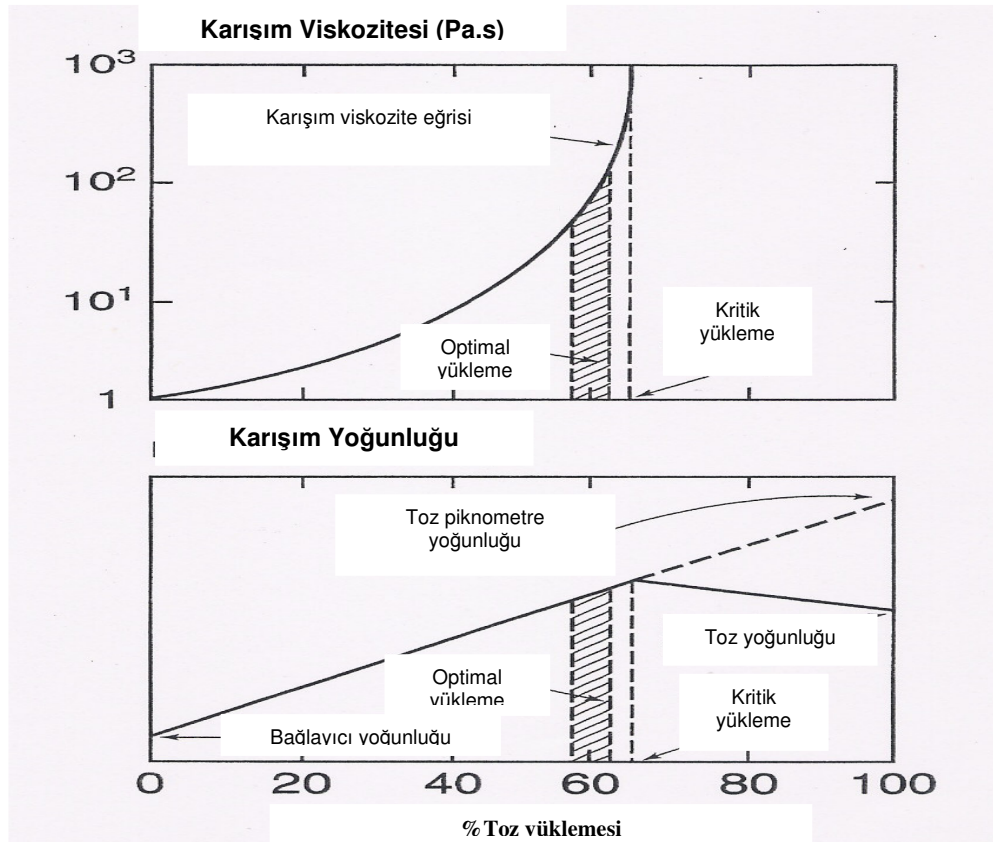
Kalıplamanın kolay yapılması ve son boyutların kontrol altında olması için besleme stoğu en uygun şekilde belirlenmelidir. Kalıplamayı kolaylaştırmak amacıyla viskoziteyi azaltmak için düşük molekül ağırlıklı polimerler kullanılır. Toz partikülleri, arasında gözenek ve boşluk olmayacak şekilde yeterli bağlayıcı ile kaplanmalıdır. Toz mümkün olduğunca yüksek paketleme yoğunluğunda seçilmelidir. Toz boyutu dağılımı ve şekli uygun olmalıdır. Bağlayıcının fazla olması besleme stoğunun viskozitesini düşürür fakat bağlayıcı giderme aşamasında tozlar arası temas olmayacağından dolayı parça şeklini koruyamaz. Bu nedenle toz-bağlayıcı oranı iyi bir enjeksiyon için çok önemlidir [7].

3.1.1. Toz-bağlayıcı oranı

TEK besleme stoğunda toz-bağlayıcı oranının optimum şekilde belirlenmesi daha sonraki aşamaların sorunsuz ilerlemesi için gereklidir. Şekil 3.2’de üç farklı durum görülmektedir. Bağlayıcı miktarı az olduğunda viskozite yüksek olur ve toz taneleri arasında hava boşlukları oluşur. Bu da kalıplamayı zorlaştırır. Kritik oranda viskozite çok yüksektir ve hava boşlukları karışım içerisinde dağılmıştır. Besleme stoğu kritik oranın biraz altındaki bir oranda oluşturulur. Toz oranı fazla olduğunda, bağlayıcılar tozlar arasında boşlukların oluşmasını engelleyemez. Bu ise bağlayıcı giderme esnasında çatlamalara neden olur. Aşırı bağlayıcı, kalıplama sırasında tozların ayrışmasına ve homojensizliğe sebep olur. Bağlayıcının fazla olması bağlayıcı giderme aşamasında toz tanelerinin birbirini taşıyamamasından dolayı çökmelere sebep olur. Kritik yükleme oranı tozlar arasında nokta temaslara olduğu ve tozlar arasında boşluk olmayan orandır [7,39].



Şekil 3.2. Toz bağlayıcı karışımının üç farklı durumu [7]



Şekil 3.3. Kritik yükleme oranının bulunması [7]

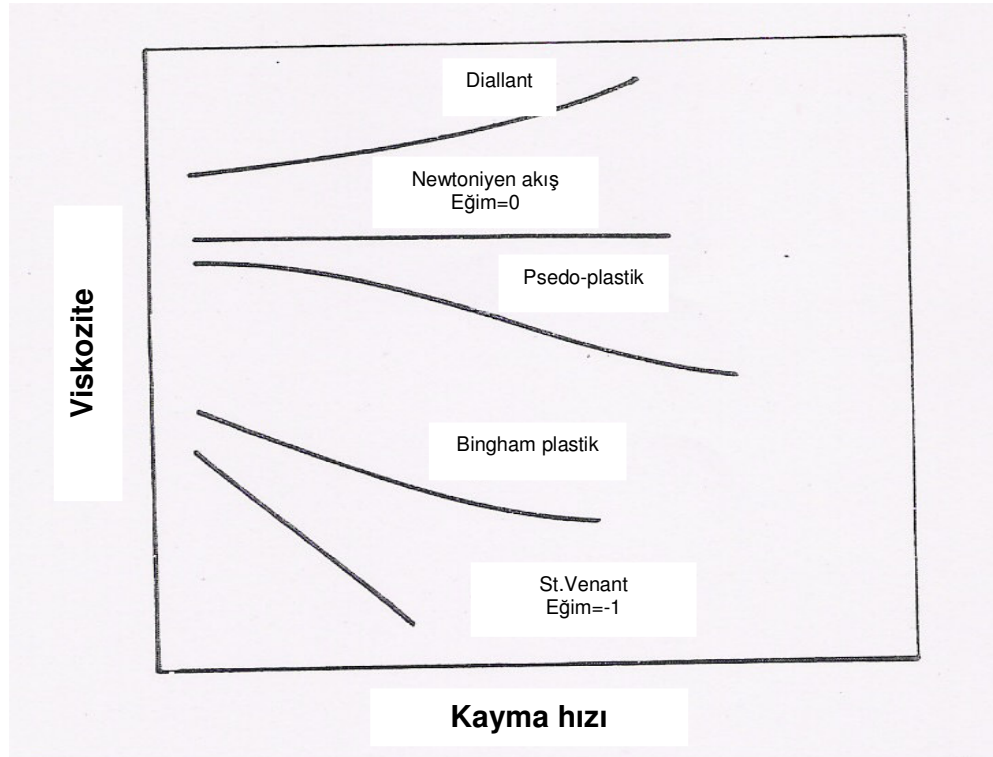
Sonuç olarak kalıplama için optimum değer, toz oranının kritik yükleme oranından biraz düşük olduğu bir oran olarak seçilir. Optimum yükleme oranı kritik yükleme

oranının yaklaşık %2-5 hacim oranı altında olmalıdır [7]. Şekil 3.3'de kritik yükleme oranı görülmektedir. Bu değerde bağlayıcı stoğu kalıplama için yeterli seviyede düşük viskozitede bulunmaktadır. Ayrıca diğer aşamalar sırasında parçanın şeklini koruyabilecek toz temas noktaları bulunmaktadır.

Reoloji

Besleme stoğunun akış davranışları, karışımın reoloji karakteristikleri ile ilgilidir. Reolojideki en önemli özellik viskozitedir. Diğer önemli özellik ise elastiklikdir. TEK bağlayıcı stoğunda hem viskozluk hem de elastiklik özellikleri bulunmaktadır ve bunlar viskoelastik karışımlar olarak adlandırılır [7,8].

Aşağıdaki şekilde viskoz akış karakteristikleri görülmektedir. Besleme stoğu pseudo-plastik davranış göstermektedir [7,8].



Şekil 3.4. Viskoz akış davranışları

Pseudo-plastik akışta viskozite kayma hızı ile azalmaktadır [8].

Viskozite toz oranının artması ile artar ve kritik yükleme oranında karışım akmaz, besleme stoğu katılaşır. 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 [7].

3.1.2. Tozlar

TEK'da kullanılan toz karakteristiklerini belirlemek için birçok çalışma yapılmıştır. Sinterlenen parçanın son özelliklerini tozun başlangıç özellikleri belirler. TEK için ideal toz özellikleri aşağıdaki gibi olmalıdır [4,7,40].

1. Yüksek paketlenme yoğunluğu, düşük maliyet için uygun parçacık büyüklüğü dağılımı (0.5 ile 20µm 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 (55° üstünde şev açısı)
7. Kapalı, gözeneksiz, yoğun parçacık
8. Temiz parçacık yüzeyi, minimum segregasyon

Sinterleme davranışlarının tahmininde toz boyutu ve yüzey alanı etkilidir. Yüzey enerjisi, yüzey alanı ile orantılıdır ve bunun artması da sinterlemeyi kolaylaştırır. Toz boyutu düşerse, tozlar arasındaki sürtünme artar. Yüksek tozlar arası sürtünme kalıplama ve karıştırmada olumlu etki yapar. Buna karşılık düşük sürtünme bağlayıcı gidermede çökelmelere neden olur [7].

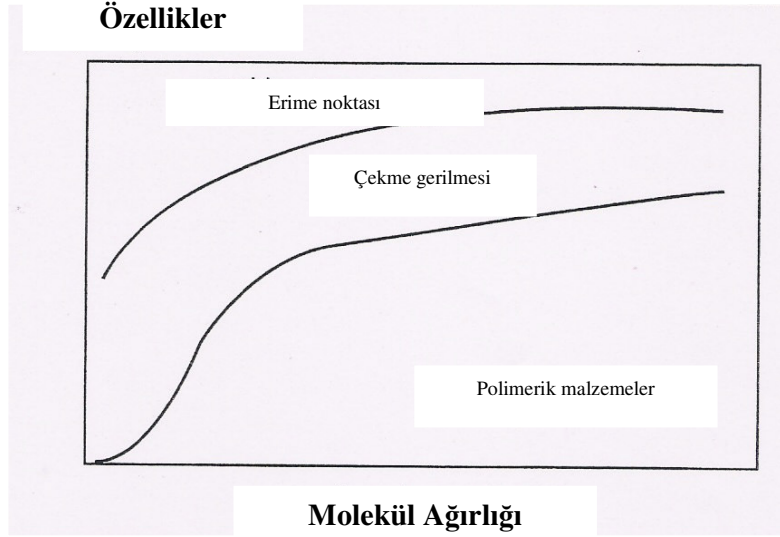
Paketleme yoğunluğunu etkileyen faktörler tanecik boyut dağılımı, tanecik şekli, tanecikler arası sürtünme, tanecik yüzey kimyasıdır. Bu faktörler kontrol edilerek paketleme yoğunluğu ayarlanır. Paketleme yoğunluğunun azaltılması bağlayıcı miktarının artışı anlamına gelir. Bu ise sinterlemede büyük miktarlarda boyutsal çekmelere yol açar [37].

3.1.3. Bağlayıcılar

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

Bağlayıcıların öncelikli görevi kalıp içerisine partiküllerin akmasını sağlamaktır. Bu ise bağlayıcıların partikül yüzeylerini ıslatılmasıyla elde edilir. En etkili yüzey-aktif faktör, bağlayıcı ve toz arasında köprü oluşturarak karışım viskozitesini düşürmek ve toz oranını artırmaktır. Aynı zamanda bağlayıcılar tozların ayrışmasını ve topaklanmasını önlemektedir. Bir çok bağlayıcı sistemi en az iki farklı kimyasaldan oluşmaktadır. Genellikle molekül zinciri kısa olan termoplastikler son şekil vermede daha iyidir. Seçilecek olan bağlayıcılardan biri; bağlayıcı giderme aşamasında buharlaştırma, katalitik konvektör veya çözücü ile uzaklaştırılabilir özellikte olması gerekmektedir. Diğer bağlayıcılar ise bağlayıcı giderme aşamasından sonra şekli koruması amacıyla parçadan ayrılmayacak kimyasal özellikte olmalıdır. Bunlar ise sinterleme aşamasında yok edilir [7].

Stearik asit bağlayıcı karışımında yağlayıcı ve yüzey kayganlaştırıcı olarak kullanılan kimyasaldır. Polimerik malzemelerde molekül ağırlığı arttıkça erime noktası ve çekme dayanımı artmaktadır (Şekil3.5) [10].



Şekil 3.5. Polimer malzemelerin molekül ağırlığıyla özelliklerinin değişimi [7]

Çizelge 3.1’de TEK’de kullanılan bağlayıcıların özellikleri verilmektedir [4].

Bağlayıcıların sıcaklığı arttıkça, akış için gerekli olan kayma enerjisi azalır, bu da yüksek sıcaklıkta viskozitenin düşmesine sebep olur.

3.1.4. Karıştırma ve granülleme

Seçilen bağlayıcı ve tozların karıştırılması işleminde göz alınacak en önemli nokta karışımın her yerinde homojen bir dağılım sağlamaktır. Üniform olmayan bir karışım TEK’in diğer aşamalarında problemlere yol açar. Karıştırma elemanları malzemede topaklanma ve gözeneklere sebep vermemelidir. Homojensizlik TEK karışımında tozların bağlayıcılardan ayrılması ve segregasyona sebep olur. Bu da son üründe çarpıklıklara yol açar.

Küçük ve düzensiz şekilli tozların homojen bir şekilde karıştırılması daha uzun sürer. Özellikle 1 μ m’den küçük boyutlu düzensiz partiküllerde topaklanma oluşur. Karıştırma süresinin artması tozlar ve bağlayıcılar arası reaksiyonları artırır [7].

Çizelge 3.1. Bağlayıcı nitelikleri [4]

<u>Akış özellikleri</u>
<ul style="list-style-type: none"> • Kalıplama sıcaklığında saf bağlayıcı viskozitesi < 10 Pa.s,
<ul style="list-style-type: none"> • Kalıplama sırasında, sıcaklıkta yapılan değişime göre viskozitede az değişiklik,
<ul style="list-style-type: none"> • Soğuduktan sonra iyi ham mukavemet,
<ul style="list-style-type: none"> • Toz tanecikler arasına giren uyumlu küçük moleküller,
<ul style="list-style-type: none"> • Tozdan akış ile ayrılmama.
<u>Tozla etkileşim</u>
<ul style="list-style-type: none"> • Düşük temas açısı ve toz ile iyi bir yapışma,
<ul style="list-style-type: none"> • Toza göre kimyasal olarak pasif durumda.
<u>Ayrışma</u>
<ul style="list-style-type: none"> • Farklı özelliklerde birden fazla bileşen,
<ul style="list-style-type: none"> • Aşındırıcı değil,
<ul style="list-style-type: none"> • Bozulma sıcaklığı kalıplama ve karıştırma sıcaklığının üzerinde,
<ul style="list-style-type: none"> • Yaygın olarak bilinen zehirleyici olmayan çözücülerde çözülebilirlik,
<ul style="list-style-type: none"> • Isıl genleşme veya kristalleşmeden gelen düşük kalıcı gerilme.
<u>Üretim</u>
<ul style="list-style-type: none"> • Ucuz,
<ul style="list-style-type: none"> • Güvenli ve çevreci olarak kabul edilen bir ürün,
<ul style="list-style-type: none"> • Uzun raf ömrü,
<ul style="list-style-type: none"> • Tekrar kullanılabilirlik,
<ul style="list-style-type: none"> • Yüksek yağlayıcılık,
<ul style="list-style-type: none"> • Yüksek bağlayıcılık ve katılık,
<ul style="list-style-type: none"> • Düşük ısıl genleşme katsayısı,
<ul style="list-style-type: none"> • Kolay temizlenme, bilinen çözücülerde çözünürlülük.

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 [4,5,7].

Karıştırıcı cihazlar kimyasal reaksiyonları engellemek amacıyla düzgün, sert ve kararlı yapıdaki malzemelerden yapılması gerekmektedir.

Granülleme yapmanın iki önemli faydası vardır. Birincisi toz ve bağlayıcıları kümeleştirip otomatik olarak kalıplama makinasına yüklemek diğeri ise kalıplama işlemi için hurda malzemeyi tekrar kullanabilmektir [40].

3.2. Kalıplama

Karıştırılıp granül haline getirilen besleme stoğu enjeksiyon kalıplama makinalarında arzulanan şekile getirilir. Enjeksiyon kalıplama makinası kesiti Şekil 3.6'da görülmektedir. Kalıplama, besleme stoğunun yeterli bir sıcaklığa ısıtılarak ergimiş hale getirilmesi ve daha sonra arzulanan kalıba doldurulup soğutulması işlemidir. Kalıplama çevrimi kalıpların kapatılıp kilitlenmesi ile başlar. Besleme hunisinden konulan granüller silindir blokunda bulunan ısıtıcılar tarafından eritilir ve helisel vida yardımıyla kalıba aktarılır. Kalıba aktarılan besleme stoğu bir süre basınç altında tutulur ve katılaşması sağlanır. Makinanın 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 iletme [7,8].

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.

3.3. Bağlayıcı Giderme

Kalıplama prosesinden sonraki aşama bağlayıcı gidermedir. Bağlayıcıların ana görevi kalıplama prosesine kadardır. Bağlayıcıların sinterleme aşamasından önce atılamaması sonucu son üründe; çökme, çatlak ve kimyasal reaksiyonlara sebep olur. Ön-ürünü bozmadan bağlayıcıları uzaklaştırma işlemi birkaç farklı basamakta gerçekleşir.

Bağlayıcı gidermede amaç ön-ürüne zarar vermeden en kısa sürede bağlayıcıların uzaklaştırılmasıdır [12]. Bağlayıcı gidermenin ilk aşamasında çözücüler kullanılır. İkinci aşama ise sıcaklığın etkisi ile gerçekleştirilir. Bu nedenle biri herhangi bir çözücü içinde çözülebilen ve diğeri çözülemeyen olmak üzere en az iki farklı bağlayıcı kullanılması gerekir. Çizelge 3.2’de çözücü içinde çözülebilen ve çözülemeyen bağlayıcı tipleri görülmektedir.

Çizelge 3.2. Çözülebilir bağlayıcı giderme kombinasyon örnekleri [1]

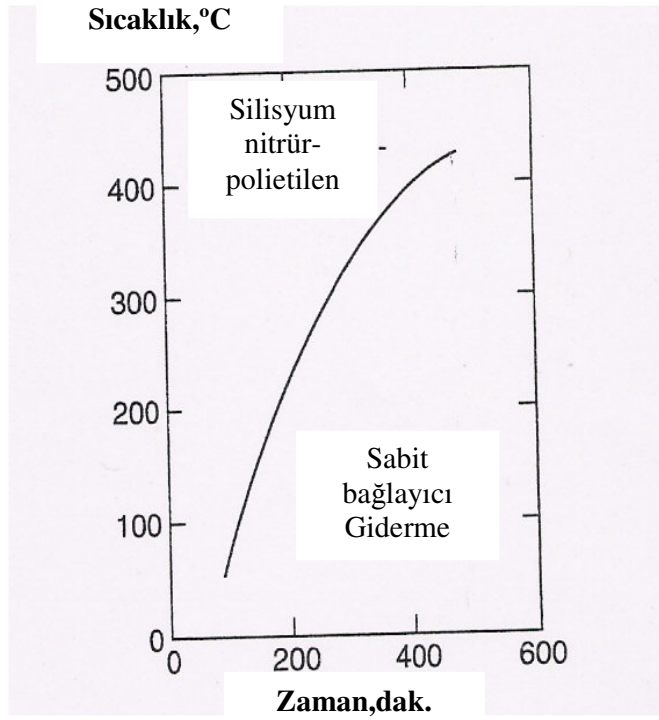
Çözülebilir bağlayıcı bileşeni	Çözülemez bağlayıcı bileşeni	Çözücü
parafin wax	polipropilen	heptan
yerfıstığı yağı	polietilen	etilen diklorür
polietilen glikol	poliasetal	su
polietilen glikol	polimetil metakrilat	su
asetanilid	polistren	su
balmumu	polietilen	karbon tetraklorür

Bağlayıcılar, ısıtma ve kimyasal çözücülerde çözme olmak üzere iki farklı şekilde parça içerisinden çıkartılır. Bağlayıcıların en az birini çözebilecek bir çözücünün içerisine daldırılan parçada bağlayıcı ya sıvılaşarak yada buharlaşarak parçadan uzaklaştırılır. Su bazlı bağlayıcıların ön-üründen yalnızca su ile uzaklaştırılabilmeleri önemli bir avantaj oluşturmaktadır. Bu işlemin gerek düşük maliyetli olması gerekse ön-ürünün bağlayıcı çıkarma işleminden daha az etkilenerek şeklinin bozulmaması

su bazlı bağlayıcıları ön plana çıkarmaktadır. Genellikle 50°C suda çözündürme işlemi yapılmaktadır [7,8,40].

Isıtma ile bağlayıcıların giderilmesi genellikle ikinci sırada yapılan bağlayıcı giderme işlemidir. Isıtma ile bağlayıcının uzaklaştırılmasında ise, bağlayıcı sıcaklığın etkisi ile ya eriyerek, ya bozularak yada buharlaşarak parçadan ayrılır.

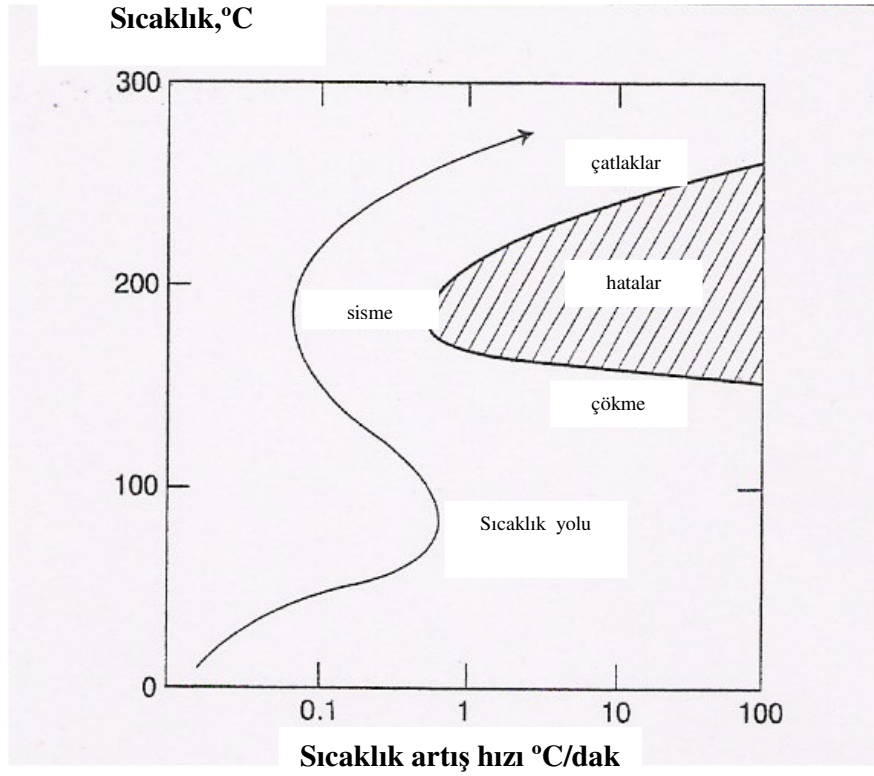
Bu tez çalışmasında da kullanılan bağlayıcılardan olan polietilenin parçadan uzaklaştırılması Şekil 3.8'de görülmektedir. Grafikten de anlaşıldığı gibi polietilenin parçadan uzaklaştırılması düşük sıcaklık artış hızında gerçekleştirilmektedir.



Şekil 3.8. Silisyum nitrür içerisinden polietilenin sıcaklık-zaman kontrolünde uzaklaştırılması [7]

Sıcaklık ile bağlayıcının uzaklaştırılmasında sıcaklık artış hızı ve kritik sıcaklık değerleri önemlidir [12]. Bağlayıcının uzaklaştırıldığı sıcaklığa kadar sıcaklık artış hızının oldukça yavaş olması gerekmektedir. 25µm toz ve polimer esaslı

bağlayıcılardan oluşan parçada ısı ile bağlayıcı giderme işleminde oluşan hatalar Şekil 3.9'da görülmektedir [7].



Şekil 3.9. Sıcaklıkla bağlayıcı gidermede oluşan hatalar [7]

3.4. Sinterleme

Seramiklerde sinterleme kinetiğini artırmak veya sinterleme sıcaklığını düşürmek için genel olarak iki yaklaşım vardır. Birincisi, 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. İkincisi ise sinterleme katkı maddeleri kullanmaktır. Bu katkı maddeleri, katı çözelti içerisinde tane sınırlarında oluşturdukları sıvı faz difüzyonu ile sinterleme kinetiğini artırırlar [33].

TEK'da bağlayıcı giderme işleminden sonra sinterleme işlemi gerçekleşir. Sinterlemenin amacı ham halde hiçbir yük taşıyamayacak olan parçanın, yüksek sıcaklıklarda pişirilerek mukavemetini artırmaktır. Bağlayıcı giderme işleminde iyice artan boşluk miktarı sinterlenerek yok edilir ve parçada çekmeler meydana gelir. Boşluk miktarının azalması parçanın yoğunluğunun artması ve mekanik özelliklerinin iyileşmesi anlamına gelmektedir.

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 [8].

Sinterleme işlemi, malzemenin erime sıcaklığının yaklaşık 3/4'ü ile 4/5'i arasına bir sıcaklıkta gerçekleşir [41]. TEK ile üretilen parçaların sinterleme sıcaklığı erime sıcaklığına yakındır [8].

TEK işleminde bağlayıcı gidermeden sonra parçanın yoğunluğu yaklaşık %60 civarındadır. Bu da parçada %40 civarında boşluk olduğunu gösterir. Ön sinterleme sonrasında bu yoğunluk yaklaşık %70'lere çıkar. Sinterlemeden sonra %95-100 teorik sinterleme yoğunluğuna ulaşılır. Bu yoğunlaşma doğal olarak parçanın çekmesi ile meydana gelmektedir. Boşlukları yok etmek, başlangıç boyutlarının kısılması demektir. Parçanın çekmesi sinterlemede ana hedef olmasına rağmen, çekme ile parçada çarpılmalar meydana gelebilmektedir. Besleme stoğundaki tozların yüksek paketleme yoğunluğu, sinterleme sırasında çekme miktarını ve çarpılmayı düşürür. Yüksek paketleme yoğunluğu daha fazla temas noktası sağladığından dolayı sinterlemede avantajdır [8]. Sinterlemenin etkileri Çizelge 3.3'de görülmektedir. [42]

Çizelge 3.3. Sinterleme işlemi etkileri [42]

Değişmeler	Etkileri
Toz boyutunun düşmesi	Daha hızlı sinterleme Daha yüksek maliyet Daha yüksek saflık Artan zararlar
Zamandaki artış	Daha yüksek maliyet Tane büyümesi Verimliliğin azalması
Sıcaklığın artması	Daha fazla çekme Tane büyümesi Daha yüksek maliyet Fırın sınırlaması Yüksek özellikler Yüzey sınırlamaları Boşlukların kabalaşması
Ham yoğunluğun artması	Daha az çekme Daha küçük boşluklar Daha yüksek son yoğunluk Üniform boyutlar
Katkıların artması	Daha yüksek mukavemet Homojenlik problemleri Daha yüksek sinterleme sıcaklığı
Sinterleme katkılarının kullanılması	Daha hızlı sinterleme Daha düşük sinterleme sıcaklığı Gevreklik Çarpıklık Tane büyümesi kontrolü

3.4.1. Sinterleme mekanizmaları

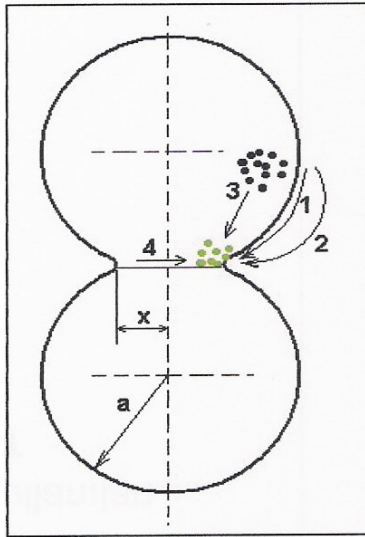
Genellikle katı hal sinterleme üç aşamada gerçekleşir:

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 değer 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 bibiri 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 [43].



Şekil 3.10. Boyun bölgesinde muhtemel sinter mekanizmaları

- | | |
|--------------------|-----------------------------|
| 1: yüzey difüzyonu | 2: buharlaşma ve yoğunlaşma |
| 3: kütle difüzyonu | 4: Tane sınırı difüzyonu |

Yüzey difüzyonu muhtemel tüm sinterleme proseslerinde görülmektedir. Özellikle ince tanelerin ve buna bağlı olarak özgül yüzey alanı fazla olan tozların kullanıldığı düşük sıcaklık sinterleme işlemlerinde birinci aşama sinter mekanizmasında baskın olarak yer alır. Yüzey taşınımında genel kabul düzensiz şekilli yüzeylerin düzleşmesi, gözeneklerin küreselleşmesi, ve boyun genişleme hususunda etkin rol oynamaktır. Tüm difüzyon mekanizmaları içerisinde yüzey difüzyonu en az aktivasyon enerjisine ihtiyaç duymaktadır. Yüzey taşınımı dışında tek fazlı sistemlerde düşük sıcaklıklarda tane sınırı difüzyon mekanizması da önemli rol oynamaktadır. Tane sınırı difüzyonu orta ve sonraki aşamalarda gözeneklerin küçülmesi ile atom boşluklarının toplanması ve tane içerisinden uzaklaştırılmasında

da etkin rol oynamaktadır. Boşluklar yardımıyla kütle difüzyonu bir çok sinterleme prosesinde baskın yöntemdir. Yüksek aktivasyon enerjisi nedeniyle yüksek sıcaklıklarda yüzey ve tane sınırı taşınımından daha baskındır [43].

Sinterleme mekanizmasında aluminanın ilk tane boyutunun etkisi çok fazladır. Zeming He [11] ve arkadaşlarının yaptığı araştırmada ilk tane boyutu kaba olan tozların sinterleme mekanizmaları, ince olanlarla karşılaştırıldığında tane boyutunun kabalaştıkça tane sınırı difüzyonunun yüzey difüzyonundan daha etkili gerçekleştiği bunun da tane büyümesine etki ettiğini saptanmıştır.

3.4.2. Sinterleme parametrelerin etkileri

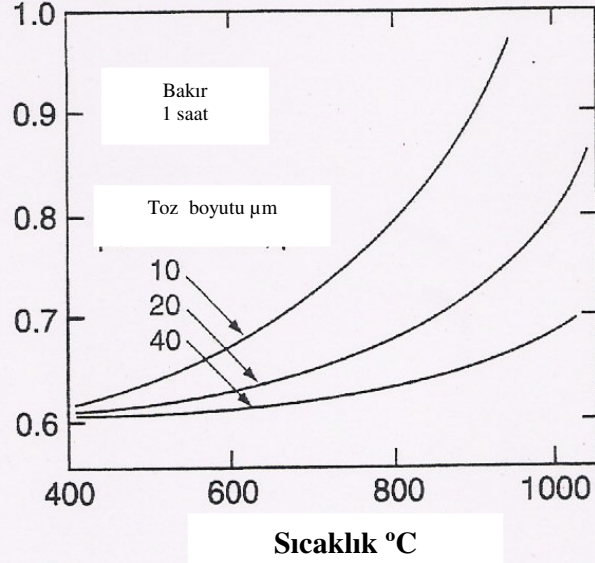
Sabit hacimdeki yüzey alanı sinterlemeyi etkileyen en önemli etkidir. Bununla bağlantılı olarak toz boyutu ve toz şekli sinterlemeye etki etmektedir. Sinterleme işleminde zaman, sıcaklık, ham yoğunluk, ve tane büyümesi etkili olan diğer parametrelerdir.

Sinterleme prosesinde toz boyutunun yoğunluğa etkisi Şekil 3.11’de görülmektedir. 10µm, 20µm ve 40µm toz boyutunda bakır tozlarının 1 saat sinterlenmesi ile oluşan grafikte 20µm büyüklükteki tozlardan 1000°C’de %82 yoğunluğa ulaşılırken aynı sıcaklık ve sürede 40µm toz boyutundaki parçada %68 teorik yoğunluğa ulaşılmaktadır.

Şekil 3.12’de ise 4 farklı zamanda teorik yoğunluğun sıcaklıkla değişimi görülmektedir. 0,4µm tane boyutunda aluminanın tane büyümesini engelleyerek daha düşük sıcaklıkta daha çok bekleterek istenilen yoğunluğa ulaşıldığı görülmektedir. Alumina içerisine MgO katılarak tane büyümesi engellenmiştir [7,23].

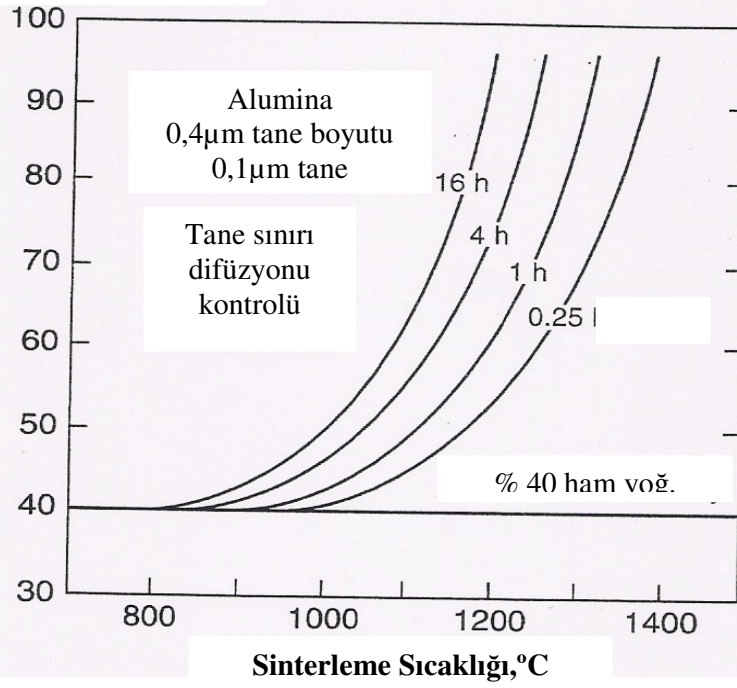
Sinterleme fırınları atmosfer kontrollüdür. Atmosfer kontrolünde genel olarak indirgeyici gazlar kullanılmaktadır.

Kısmi yoğunluk



Şekil 3.11. Toz boyutunun sinterlemeye etkisi [7]

% Yoğunluk



Şekil 3.12. Bekleme zamanının sinterlemeye etkisi [7]

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde tezin konusunu oluşturan alumina tozlarının özellikleri ile bağlayıcı oluşturan PEG4000, polietilen ve stearik asit'in fiziksel ve kimyasal özellikleri verilecek daha sonra bağlayıcı karışımı ve besleme stoğu hazırlama yöntemleri anlatılacaktır. Besleme stoğunun hazırlanmasından sonra değişik karışım oranlarında kılcal reometrede yapılan reolojik özellik denemelerinin grafikleri verilecektir. Bir sonraki aşama enjeksiyon kalıplama makinasında basılanan basılan eğme ve çekme numunelerinin resimleri ve kalıplama parametreleri belirtilecektir. Daha sonra bağlayıcı giderme işleminde uygulanan yöntem ve elde edilen sonuçlar anlatılacaktır. Son olarak ise sinterleme denemeleri sonunda elde edilen yoğunluk ve mekanik özellik incelemeleri yapılacak kırık yüzeylerdeki SEM görüntüleri verilecektir.

4.1. Alumina Tozu (Al_2O_3)

Denemelerde kullanılan alumina tozu Treibacher Schleifmittel firması tarafından üretilmiştir ve 2003K120470-9 nolu DPT projesi kapsamında temin edilmiştir. Kullanılan aluminanın kodu ALODUR WSK F500 fused alumina olup fiziksel özellikleri ve kimyasal bileşimleri Çizelge 4.1'de görülmektedir. Nunmunelerde yapılan XRD analizi sonunda kimyasal yapısının saf alumina olduğu görülmüştür. XRD analiz sonuçları EK-3'de görülmektedir. Alumina tozunun tanecik boyut dağılımı Makina Mühendisliği Bölümü Toz Metalurjisi labratuarında bulunan "Malvern Master Sizer E" laser ışını ile boyut ölçme cihazında ölçülmüş ve ortalama tane boyunun 16µm olduğu görülmüştür.

TEK'da toz boyutu 20µm altında olması ve özellikle seramiklerin karmaşık şekilli olmasından dolayı toz boyutu ortalamasının 10µm altında olması gerekmektedir [7,27]. Bu esasa Turbula marka üç boyutlu karıştırıcıda öğütme işlemi yapılmıştır. Öğütme işleminde 10 mm çapında zirkonya bilyalar kullanılmıştır. 300g zirkonya bilya ile 100g alumina tozu 750 ml hacminde kaba konularak 2, 6, ve 12 saat öğütülmüştür.



Resim 4.1 Turbula üç boyutlu karıştırıcı

Çizelge 4.1. Alumina tozunun bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri

Alumina	
%99.62 Al₂O₃, % 0.02 Fe₂O₃, %0.34 Na₂O, %0.02 SiO₂	
Toz Boyutu FEPA 230-FEPA 1200 (53µm-3µm) boyutlarında üretilmiştir.	
Özellikler	Değerler
Yoğunluk, g/cm ³	3.96
Molekül ağırlığı, g/mol	101.961
Sertlik, Mohs	9
Çekme mukavemeti, Max, MPa	300
Elastiklik modülü, GPa	370
Eğme mukavemeti, MPa	400
Poison oranı	0.22
Ergime sıcaklığı, °C	2054
Kaynama sıcaklığı, °C	3000

2 saatlik öğütme süresinden sonra yapılan ölçümde 13µm, 6 saat öğütme sonunda 12 µm ve 12 saat öğütme sonunda 10µm ortalama toz boyutu elde edilmiştir. Daha uzun sürede yapılan öğütme denemelerinde boyutta önemli bir değişim meydana gelmemiştir. EK-1.'de öğütülmeden önceki ve EK-2.'de öğütmeden sonraki toz boyutları görülmektedir.

4.2. Bağlayıcı Bileşenleri

Bağlayıcı bileşenleri; enjeksiyon kalıplaması yapılacak alumina tozunu sinterleme aşamasına kadar birarada tutacak polietilen, akışı kolaylaştıracak PEG ve toz yüzeyini nemlendirici ve kayganlaştırıcı etkisi olan stearik asitten oluşmaktadır. Bağlayıcı karışımlarında yapılan reolojik denemeler PEG'in bozunma sıcaklığı olan 220°C nin altındaki sıcaklıklarda yapılmıştır.

Polietilen glikol (PEG)

En önemli özelliği suda çözünmesi ve termoplastik olmasıdır [10]. Polietilen glikoller çizgisel yapıdaki polimerlerin suda çözünen bir ailesini meydana getirirler ve etilenoksit'in ilave reaksiyonu ile elde edilirler. Genel formülleri: H-(OCH₂CH₂)_n-OH olup n tekrarlanan oksietilen gruplarının ortalama sayısıdır. PEG'ler ortalama molekül ağırlıklarının sayısı ile adlandırılır [37]. Bu çalışmada kullanılan PEG4000 Merck firması tarafından toz halinde üretilmiştir. Erime noktası 65-70 °C arasındadır. Yoğunluğu 1,21g/cm³'dür.

Polietilen (PE)

Enjeksiyon kalıplamada kullanılan bu termoplastik madde toz halinde bulunmaktadır. Sinterleme aşamasına kadar ham mukavemet polietilen ile korunmaktadır. Kimyasal formülü (-CH₂ CH₂)_n dir. Yoğunluğu 0,91g/cm³'dür. Erime sıcaklığı 170 °C'dir.

Stearik asit (SA)

Bağlayıcı karışımlarında kayganlaştırıcı olarak kullanılan bu maddenin kimyasal formülü CH₃ (CH₂)₁₆ CO₂H dır. Merck firması tarafından üretilen bu maddenin yoğunluğu 0,94 g/cm³ olup erime noktası 67-69 °C'dir.

4.3. Besleme Stoğu Hazırlama

Besleme stoğu hazırlarken kullanılan bağlayıcılar PEG4000, PE ve SA'dır. Bu bağlayıcılar ağırlıkça %65 PEG, %30 PE ve %5 SA'dan oluşmaktadır [10]. Bu oranlarda birleştirilen bağlayıcılar önce elle harmanlanıp daha sonra kap içerisine konularak Turbula marka üç boyutlu karıştırıcıda 45 dakika süre ile karıştırılmıştır. Daha sonra reoloji denemelerinde kullanmak üzere % hacimce Çizelge 4.2'de belirtilen oranlarda 100'er gram besleme stoğu oluşturacak şekilde alumina tozu ile birleştirilmiş ve yine 45 dakika süre ile Turbula marka üç boyutlu karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karışım miktarlarının belirlenmesinde aşağıdaki bağlayıcı ve alumina yoğunluk değerleri kullanılmıştır.

- Bağlayıcı karışımının yoğunluğu, $1,1078 \text{ g/cm}^3$
- Aluminanın yoğunluğu, $3,96 \text{ g/cm}^3$

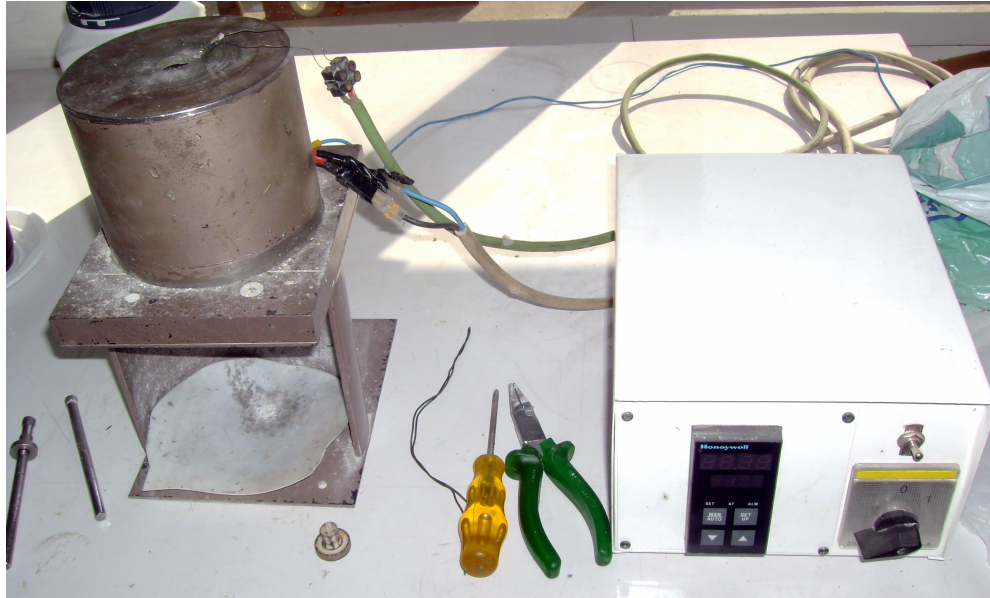
Çizelge 4.2. Besleme stoğu hazırlamak için gerekli toz-bağlayıcı karışım miktarları

Karışım	Alumina Hacim oranı (%)	Alumina Ağırlığı (g)	Bağlayıcı Ağırlığı (g)	Teorik Yoğunluk (g/cm^3)
1	50	78,138	21,859	2,533
2	53	79,964	19,834	2,619
3	54	80,754	19,244	2,647
4	56	81,98	18,019	2,705
5	58	83,153	16,844	2,762

4.4. Kılcal Reometre Denemeleri

Çalışmada kullanılan besleme stoklarının viskozitelerini ve kayma hızlarını belirlemek için termo plastiklerde de kullanılan ASTM 1238, TS 1675 ve TS 1323 ile standart hale getirilmiş bir kılcal reometre kullanılmıştır [40]. Kullanılan reometrenin nozul çapı 2 mm ve nozul boyu ise 8 mm uzunluktadır. Yükleme haznesinin çapı ise 9,8 mm'dir. Reometre Honeywell marka dijital göstergeli bir sıcaklık kontrol cihazı ile ayarlanmaktadır. Reometre Resim 4.2'de görülmektedir.

TEK ünitesine konulan besleme stoğunun uygun bir sıcaklık ve basınçla kalıp boşluğuna göndermek gerekir. Sıcaklığın az olması karışım viskozitesinin yüksek olmasına, dolayısıyla kalıplamanın zorlaşmasına, yüksek olması da, bağlayıcı ile tozun ayrışmasına, kalıptan çıkan parçanın çekmesinin çok olmasına ve ham mukavemetin düşük olmasına neden olmaktadır. Basıncın az olması karışımın kalıplanamamasına, çok olması ise toz ve bağlayıcı ayrışmasına neden olmaktadır. Toz-bağlayıcı kritik oranında bir diğer önemli faktördür. Toz oranı fazla olursa viskozite artmasından dolayı kalıba malzeme enjekte edilemeyecek, bağlayıcı oranı fazla olursa tozu birarada tutmak zorlaşacaktır. Sıcaklık, basınç ve kritik oranın incelenmesi reolojik denemelerle yapılmıştır. Ayrıca Şekil 3.4'deki grafikte belirtilen akış tipleri ile bulunan grafiklerdeki eğriler karşılaştırılmıştır.



Resim 4.2. Kılcal reometre

Kılcal reometrede denemeler yapmak için sırasıyla hacim olarak % 50-53-54-56-58 toz oranlarında besleme stokları hazırlanmıştır. Daha sonra kılcal reometre polimerlerin erime noktasının üstünde bir sıcaklığa çıkarılarak toz-bağlayıcı karışımı granül hale getirilmiştir.



Resim 4.3. Deneylerde kullanılan BEL markalı elektronik terazi

Granül hale getirilen besleme stoğu 0.001g hassasiyette terazi (Resim 4.3.) ile 7 şer gram tartılarak yükleme haznesine konulmuştur. Bu işlemin ardından piston yerine takılarak önce haznedeki hava boşluğu alınmıştır. Bir süre bekledikten sonra ağırlıklar piston üzerine uygulanarak akış süresi ölçülmüştür. Akışı sona eren malzemenin, soğumasının ardından akan malzeme miktarı ölçülmüştür. Bulunan bu değerler kullanılarak besleme stoklarının kayma gerilmesi, kayma oranı ve viskoziteleri hesaplanmıştır. Bu hesaplamalarda aşağıdaki formüller kullanılmıştır [8].

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

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

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

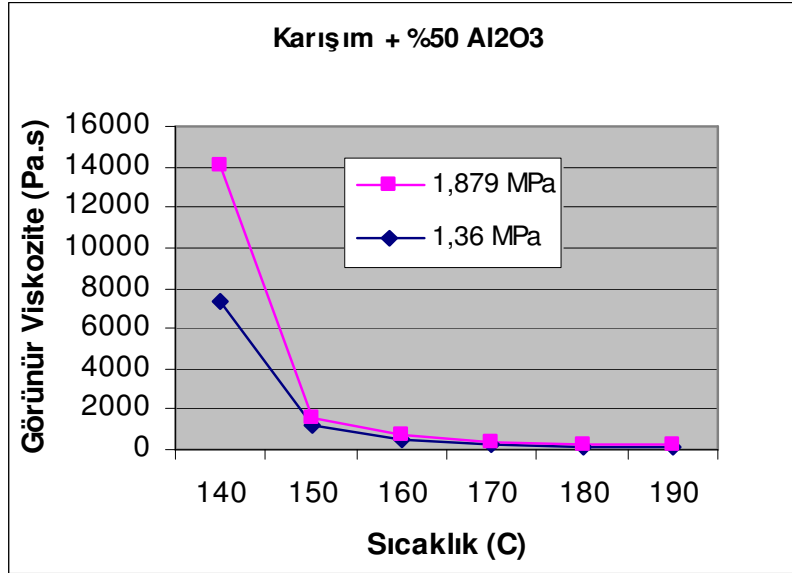
Eşitliklerde; P piston basıncı (Pa), F pistondaki kuvvet (N), r nozul yarıçapı (m), R silindir yarıçapı (m), L nozul boyu (m), Q Akış oranı (m³/s), V akan hacim (m³) ve t akış süresi (s)'dir.

4.4.1. Bağlayıcı + %50 alumina karışımı

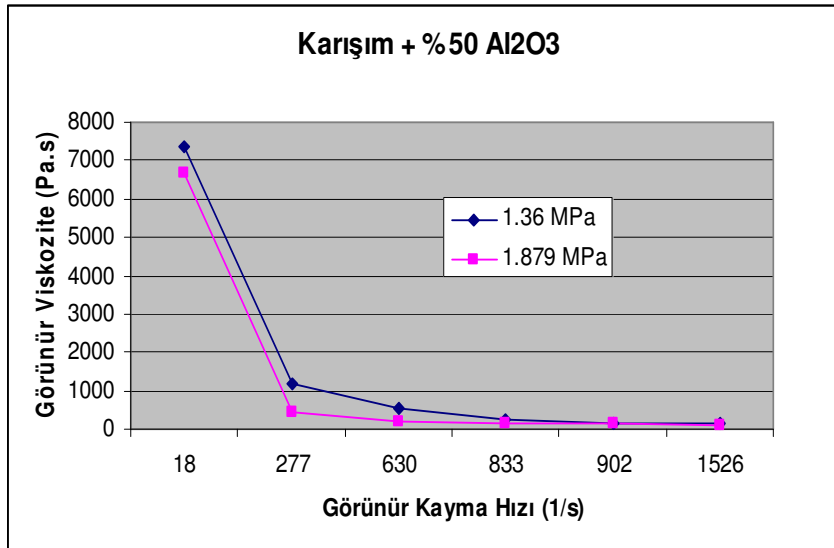
%50 toz oranında kılcal reometre denemeleri 140- 190 °C'leri arasında ve 1,36-1,879 MPa basınçlar altında yapılmıştır. Bu denemelerde 140 °C sıcaklıkta viskozitenin çok yüksek olduğu görülmektedir. Bundan sonraki denemelerde bu sıcaklıkta deney yapılmasına gerek olmadığı anlaşılmıştır. Ayrıca sıcaklık ve basıncın artması ile viskozitenin düştüğü görülmektedir. MFR değerinin de sıcaklık ve basıncın artması ile arttığı görülmektedir. Şekil 4.2'deki grafikte elde edilen eğri psedo-plastik davranış eğrisine benzemektedir.

Çizelge 4.3. %50 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları

No	Toz %	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Akış Süresi (s)	Akan Miktar (g)	Kayma Gerilmesi (kPa)	Kayma Hızı (s-1)	Viskozite (Pa.s)	MFR (g/10dk)
1	50	140	1.36	86.98	1.995	85	11.529	7372.60	13.762
2	50	150	1.36	39.36	5.603	85	71.555	1187.90	85.412
3	50	160	1.36	18.45	6.051	85	164.856	515.60	196.780
4	50	170	1.36	10.19	6.467	85	319.009	266.45	380.785
5	50	180	1.36	5.86	6.564	85	563.049	150.96	672.082
6	50	190	1.36	5.71	6.716	85	591.221	143.77	705.709
7	50	140	1.879	73.11	2.568	117.438	17.656	6651.41	21.075
8	50	150	1.879	11.71	6.460	117.438	277.300	423.50	330.999
9	50	160	1.879	5.28	6.618	117.438	630.039	186.40	752.045
10	50	170	1.879	3.98	6.595	117.438	832.926	140.99	994.221
11	50	180	1.879	3.75	6.729	117.438	901.974	130.20	1076.640
12	50	190	1.879	2.23	6.769	117.438	1525.789	76.97	1821.256



Şekil 4.1. Hacimce %50 Alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği



Şekil 4.2. Hacimce %50 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği

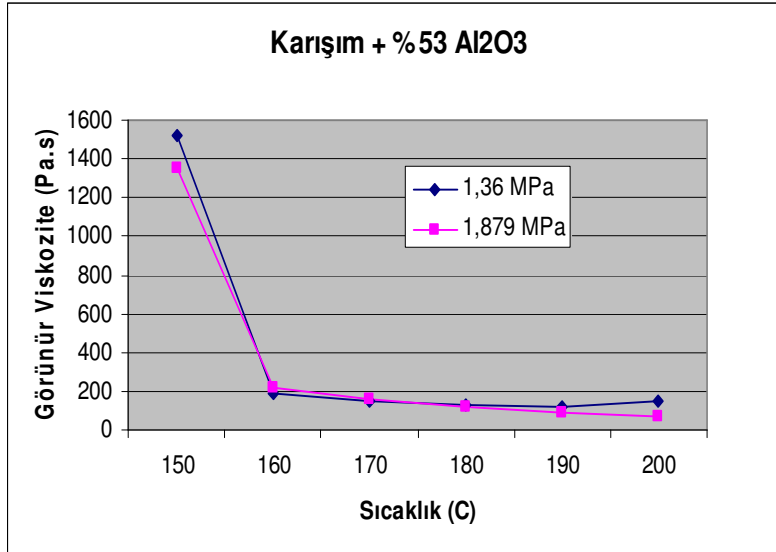
4.4.2. Bağlayıcı + %53 alumina karışımı

% 53 toz oranında denemeler 150-200 °C'ler arasında yine aynı basınçlar uygulanarak yapılmıştır. 170 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda viskozite değeri belirgin şekilde düşmekte olduğu görülmüştür. Bu sıcaklıktan sonra basınç değişiminin

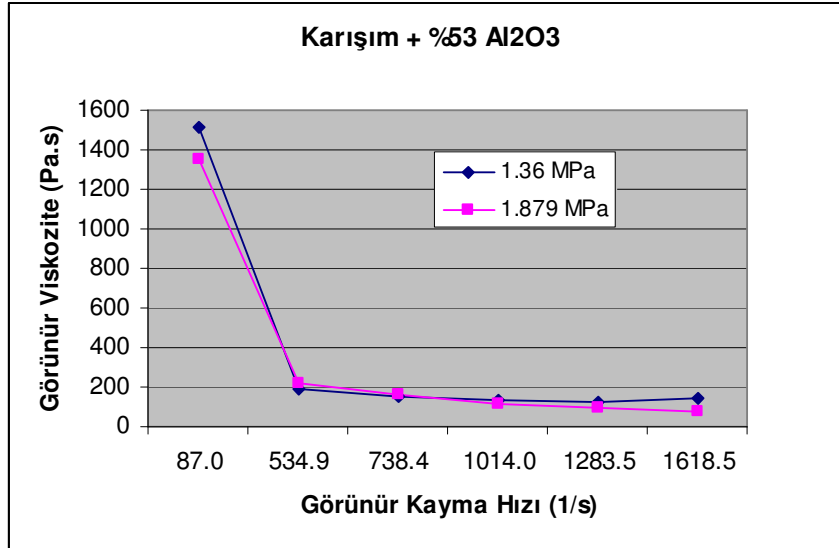
viskoziteye çok fazla etkisinin olmadığı görülmüştür. Ayrıca yine pseudo-plastik akış davranışı görülmektedir.

Çizelge 4.4. %53 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları

No	Toz %	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Akış Süresi (s)	Akan Miktar (g)	Kayma Gerilmesi (kPa)	Kayma Hızı (s-1)	Viskozite (Pa.s)	MFR (g/10dk)
1	53	150	1.36	40.212	4.638	85	56.07	1515.90	69.20
2	53	160	1.36	7.19	6.737	85	455.53	186.60	562.20
3	53	170	1.36	5.92	6.783	85	557.03	152.60	687.47
4	53	180	1.36	4.88	6.602	85	657.70	129.24	811.72
5	53	190	1.36	4.72	6.698	85	689.89	123.21	851.44
6	53	200	1.36	5.62	6.742	85	583.21	145.74	719.79
7	53	150	1.879	34.95	6.255	117.4375	87.01	1349.75	107.38
8	53	160	1.879	6.02	6.623	117.4375	534.85	219.57	660.10
9	53	170	1.879	4.38	6.653	117.4375	738.44	159.03	911.37
10	53	180	1.879	3.21	6.695	117.4375	1013.96	115.82	1251.40
11	53	190	1.879	2.55	6.732	117.4375	1283.45	91.50	1584.00
12	53	200	1.879	2.05	6.825	117.4375	1618.54	72.56	1997.56



Şekil 4.3. Hacimce %53 Alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği



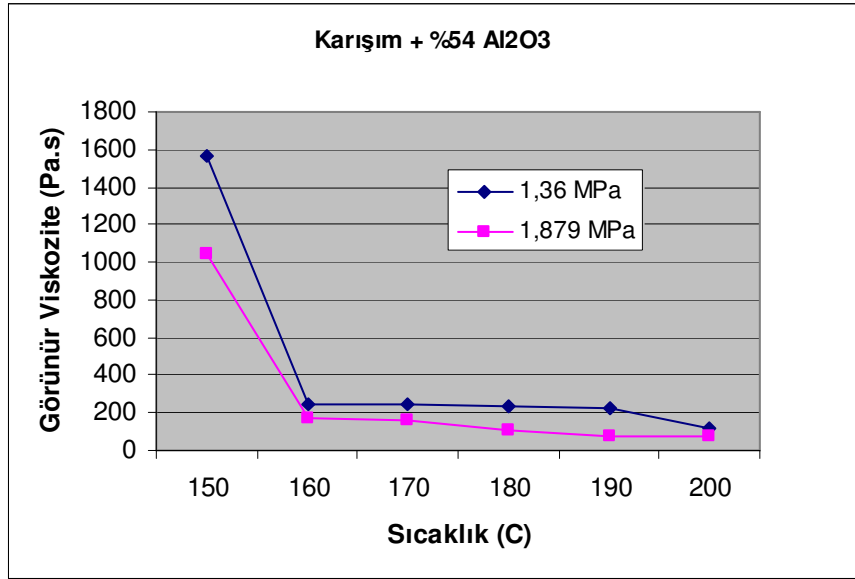
Şekil 4.4. Hacimce %53 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği

4.4.3. Bağlayıcı + %54 alumina karışımı

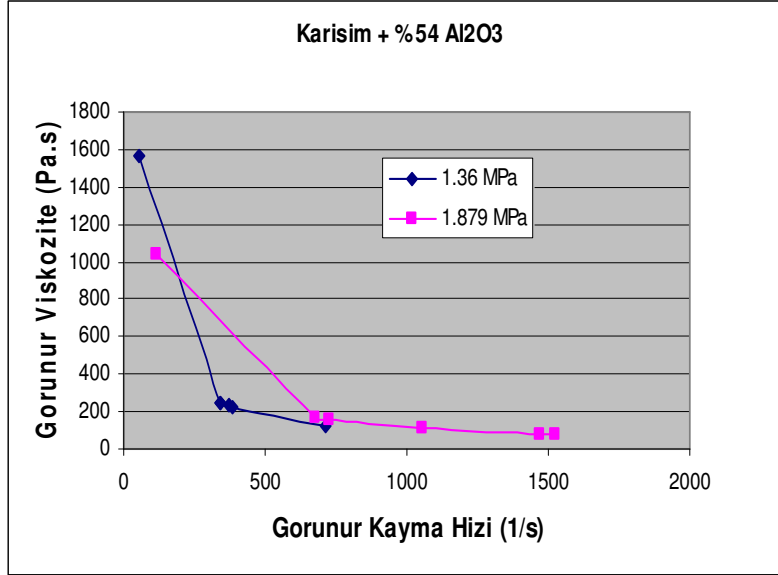
Bu karışım oranında da 150-200 °C sıcaklıklar arasında denemeler yapılmıştır. Bu denemeler sonunda Viskozitenin 160-200 °C sıcaklıklar arası çok az değiştiği görülmektedir ve bu durum Newtoniyen akış özelliğine benzemektedir. Fakat buna rağmen azda olsa viskozitenin sıcaklıkla azaldığı da görülmektedir. Bu karışımda basıncın değişimi MFR değerlerinde oldukça etkili olmuştur. Yüksek basınçta MFR değerleri daha fazla olmaktadır.

Çizelge 4.5. %54 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları

No	Toz %	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Akış Süresi (s)	Akan Miktar (g)	Kayma Gerilmesi (kPa)	Kayma Hızı (s1)	Viskozite (Pa.s)	MFR (g/10dk)
1	54	150	1.36	46.84	5.273	85.00	54.15	1569.72	67.54
2	54	160	1.36	9.19	6.571	85.00	343.93	247.14	429.01
3	54	170	1.36	9.14	6.541	85.00	344.23	246.92	429.39
4	54	180	1.36	8.55	6.587	85.00	370.58	229.37	462.25
5	54	190	1.36	8.02	6.411	85.00	384.51	221.06	479.63
6	54	200	1.36	4.48	6.662	85.00	715.29	118.83	892.23
7	54	150	1.879	26.18	6.14	117.44	112.81	1041.00	140.72
8	54	160	1.879	4.71	6.643	117.44	678.42	173.10	846.24
9	54	170	1.879	4.38	6.617	117.44	726.68	161.61	906.44
10	54	180	1.879	3.06	6.703	117.44	1053.67	111.46	1314.31
11	54	190	1.879	2.2	6.727	117.44	1470.80	79.85	1834.64
12	54	200	1.879	2.12	6.726	117.44	1526.08	76.95	1903.58



Şekil 4.5. Hacimce %54 Alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği



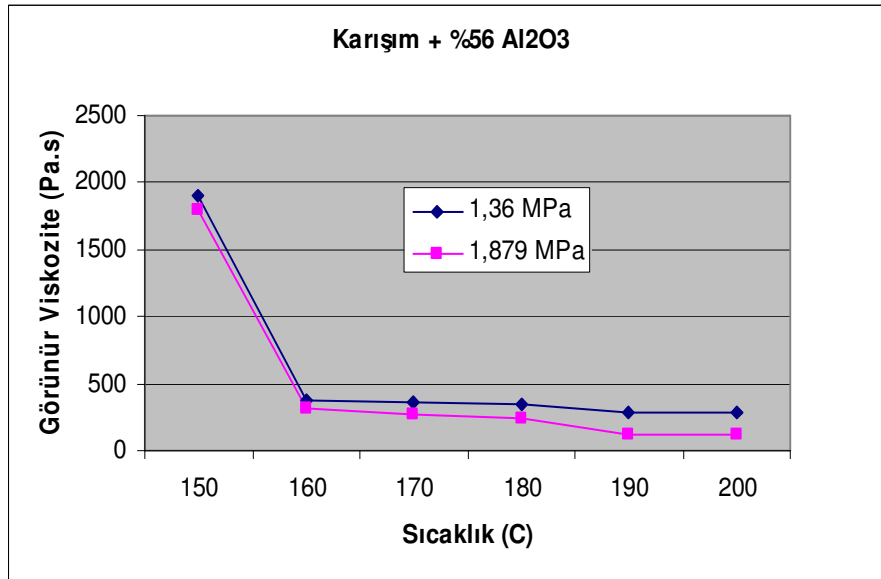
Şekil 4.6. Hacimce %53 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği

4.4.4. Bağlayıcı + %56 alumina karışımı

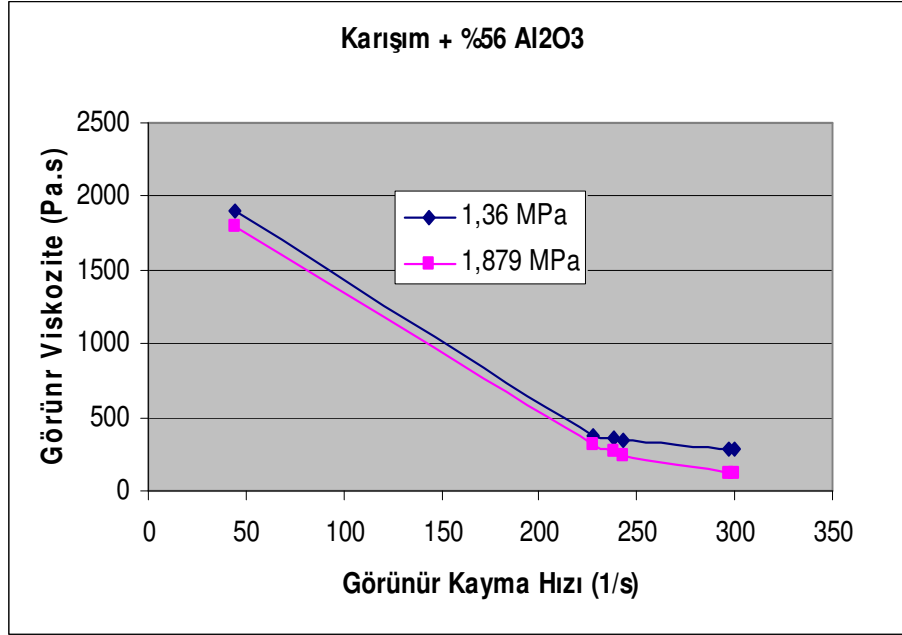
Bu karışım oranında da aynı sıcaklık aralıklarında denemeler yapılmıştır. 160 °C sıcaklıktan sonra viskozitenin 500 Pa.s'nin altına indiği görülmektedir. TEK besleme stoklarının viskozitesinin 1000 Pa.s'nin altında olması gerektiği bilinmektedir. Bundan dolayı viskozitenin 160-200 °C arasında TEK için uygun olduğu sonucuna varılmaktadır. Ayrıca %54 karışım oranındaki viskozite değerleri ile karşılaştırıldığında aynı sıcaklıklarda viskozitenin arttığı görülmektedir. MFR değerlerine bakıldığında düşük basınçta oldukça azaldığı görülmektedir. Akış davranışının grafiğine bakıldığında psedo-plastik akış davranışına benzemektedir.

Çizelge 4.6. %56 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları

No	Toz %	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Akış Süresi (s)	Akan Miktar (g)	Kayma Gerilmesi (kPa)	Kayma Hızı (s-1)	Viskozite (Pa.s)	MFR (g/10dk)
1	56	150	1.36	45.72	4.328	85	44.56	1907.63	56.80
2	56	160	1.36	13.21	6.397	85	227.94	372.91	290.55
3	56	170	1.36	12.75	6.459	85	238.45	356.47	303.95
4	56	180	1.36	12.38	6.401	85	243.37	349.26	310.23
5	56	190	1.36	10.22	6.438	85	296.51	286.67	377.96
6	56	200	1.36	10.12	6.452	85	300.09	283.24	382.53
7	56	150	1.879	35.12	4.874	117.438	65.32	1797.77	83.27
8	56	160	1.879	8.15	6.514	117.438	376.21	312.16	479.56
9	56	170	1.879	7.35	6.632	117.438	424.72	276.51	541.39
10	56	180	1.879	6.25	6.57	117.438	494.80	237.34	630.72
11	56	190	1.879	3.35	6.669	117.438	937.04	125.33	1194.45
12	56	200	1.879	3.26	6.612	117.438	954.68	123.01	1216.93



Şekil 4.7. Hacimce %56 Alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği



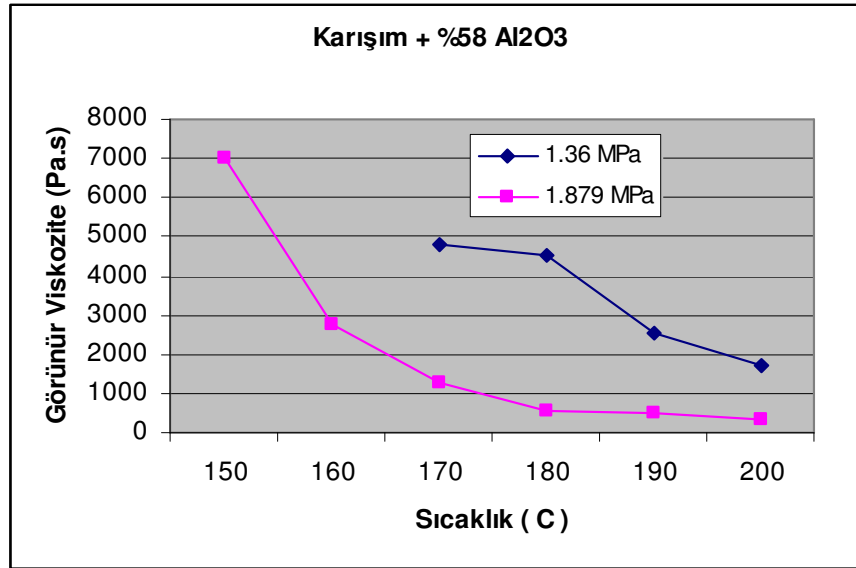
Şekil 4.8. Hacimce %56 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği

4.4.5. Bağlayıcı + %58 alumina karışımı

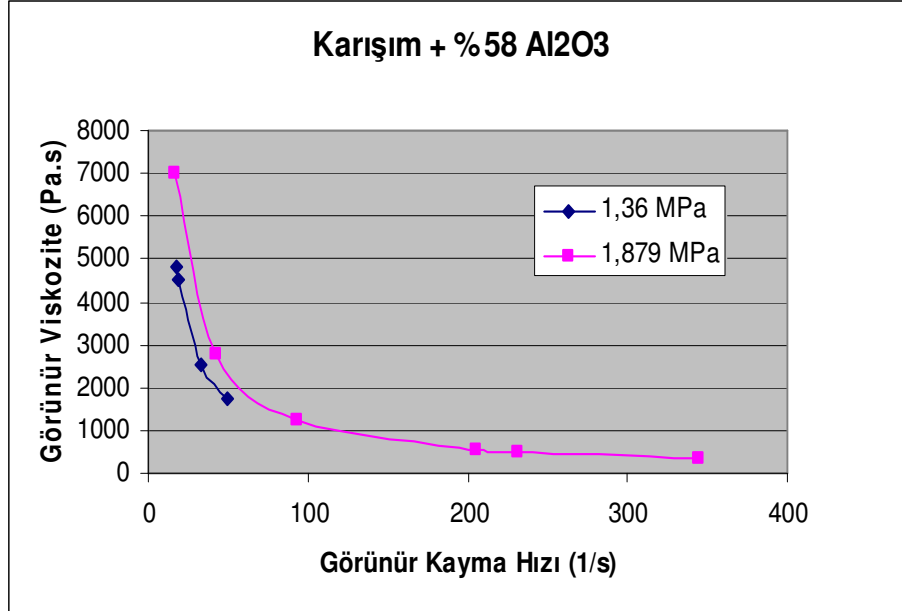
Bu karışımda yapılan denemelerde 150 ve 160 °C'lerde düşük basınçta hiç akma görülmemiştir. Yine düşük basınçta 170 °C ve üstü sıcaklıklarda çok yüksek viskoziteler meydana gelmektedir ve TEK'e uygun değildir. Yüksek basınçta yapılan denemelerde ise az da olsa akış sağlanmıştır fakat akış gözlemlendiğinde düzenli olmadığı görülmüştür. MFR değerleride incelendiğinde akan miktarın az olduğu görülmektedir. Bu nedenlerle bu oran kritik oran olarak belirlenebilir. Kritik oranın hacimce %2-5'i altında bir oran besleme stoğu oluşturmak için en iyi oran olarak bilindiğinden dolayı [7] besleme stoğu karışım oranımızı %55 toz oranı olarak belirleyip, bu oranda enjeksiyon kalıplama için karışım hazırlanmıştır.

Çizelge 4.7. %58 toz oranlı besleme stoğu deney sonuçları

No	Toz %	Sıcaklık (°C)	Basıç (MPa)	Akış Süresi (s)	Akan Miktar (g)	Kayma Gerilmesi (kPa)	Kayma Hızı (s-1)	Viskozite (Pa.s)	MFR (g/10dk)
1	58	150	1.36	akmadı					
2	58	160	1.36	akmadı					
3	58	170	1.36	62.57	2.398	85	17.67	4811.16	23.00
4	58	180	1.36	63.93	2.603	85	18.77	4528.59	24.43
5	58	190	1.36	44.4	3.216	85	33.39	2545.65	43.46
6	58	200	1.36	45.38	4.832	85	49.09	1731.69	63.89
7	58	150	1.879	61.88	2.257	117.44	16.81	6984.56	21.88
8	58	160	1.879	44.88	4.13	117.44	42.42	2768.36	55.21
9	58	170	1.879	25.93	5.258	117.44	93.48	1256.33	121.67
10	58	180	1.879	13.73	6.122	117.44	205.55	571.34	267.53
11	58	190	1.879	12.22	6.14	117.44	231.62	507.02	301.47
12	58	200	1.879	8.44	6.299	117.44	344.05	341.34	447.80



Şekil 4.9 Hacimce %58 Alumina içeren görünür viskozite/sıcaklık grafiği



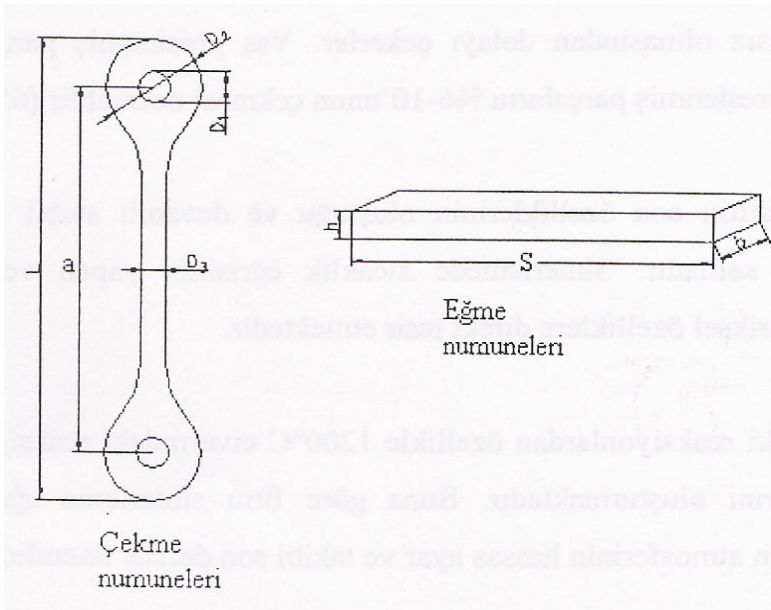
Şekil 4.10. Hacimce %58 alumina içeren görünür viskozite/görünür kayma hızı grafiği

4.5. Kalıplama

Kılcal reometre denemelerinden elde edilen sonuca göre hacimce %55 toz, %45 bağlayıcı içeren besleme stoğu hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stoğu ile kılcal reometrede granül yapılmıştır. Granül hale getirilen besleme stoğundan Makina Mühendisliği Bölümü Toz Metalurjisi laboratuvarında bulunan ARBURG marka Allrounder 220S model enjeksiyon makinası ile iki farklı boyutta çekme numuneleri ve eğme numuneleri basılmıştır. Enjeksiyon makinası Resim 4.4'de görülmektedir. TEK işlemi ile imal edilen çekme ve eğme numuneleri Resim 4.5'de boyutları ise Çizelge 4.8'de verilmektedir.



Resim 4.4. Enjeksiyon kalıplama makinası (Arburg Allrounder 220S)



Şekil 4.11. Çekme ve üç nokta eğme numunelerinin geometrileri



Resim 4.5. Kalıplanmış numuneler

Çizelge 4.8. Çekme ve eğme numuneleri ham yoğunluktaki boyutları

	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	

Çizelge 4.9. TEK işleminde kullanılan parametreler

	Enjeksiyon basıncı (bar)	Silindir sıcaklığı (°C)	Mal alma (cm ³)	Kalıp sıcaklığı (°C)
Eğme numuneleri	760	200	12.5	20
Çekme numuneleri	1045	200	15.8	20

4.6. Bağlayıcı Giderme

TEK ile üretilen numunelerde bulunan bağlayıcılardan, PEG suda çözündürme yöntemiyle bu aşamada, PE ve SA ise sinterleme aşamasının ilk bölümünde uzaklaştırılmıştır. İlk bağlayıcı giderme işlemi, numuneleri metal bir kap içerisine yerleştirip Resim 4.6'daki fırında 50°C sıcaklığa ayarlayarak gerçekleştirilmiştir. Suda çözündürme işlemine başlamadan önce bütün numuneler ayrı ayrı tartılıp numaralandırılmıştır. Suda çözündürme işlemi numunelerin tamamen su içerisine batırılarak yapılmıştır. Küçük boyutlu çekme numuneleri, 15 saat su içerisine batırılıp çözündürüldükten sonra numuneler 7 saat kurutulup bütün numuneler tekrar tartılıp uzaklaşan PEG miktarı bulunmuştur. Küçük çekme numunelerinde %89 ile %99 arasında PEG değerlerinin uzaklaştırıldığı görülmüştür. Aynı metot büyük çekme numunelerine uygulandığında %79 ile %89 arasında değerler elde edilmiştir. Eğme numuneleri ise 24 saat suda bekletilip içerisindeki PEG çözündürülüp, 7 saat kurutulduktan sonra numuneler tekrar tartılmıştır ve yapılan hesaplamalardan sonra %86 ile %93 arasında PEG'in numunelerden uzaklaştırıldığı belirlenmiştir.

Bu sonuçlarla bağlayıcı giderme işleminde, kesit alanı ve numune boyutlarının önemli etki ettiği görülmektedir.



Resim 4.6. Protherm markalı bağlayıcı giderme işleminde kullanılan fırın

4.7. Farklı ısıtma rejimlerinde sinterleme

Sinterleme işlemi için üç farklı sinterleme fırını kullanılmıştır. İlk denemeler Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Kimya Mühendisliği laboratuvarında bulunan, 1600°C’de çalışabilen protherm marka programlanabilir fırında gerçekleştirilmiştir. İkinci deneme ise Sakarya Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü labratuvarında bulunan 1750°C’ye çıkabilen Gero markalı sinterleme fırınında yapılmıştır. Son deneme ise Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Bölümü Fırınlara Labratuvarında bulunan Nabertherm marka (Resim 4.7) 1800°C sıcaklığa çıkabilen yüksek sıcaklık fırınında gerçekleştirilmiştir.



Resim 4.7. Nabertherm marka yüksek sıcaklık fırını

Sinterleme işlemlerinde kademeli ısıtma uygulanmıştır. Kimya Mühendisliği labratuvarında yapılan denemede 500°C’ye kadar 2°C/dak hızla çıkılmıştır orada 1 saat bekletildikten sonra 5°C/dak hız ile 1550°C’ye çıkılmış ve burada 6 saat bekletilerek soğumaya bırakılmıştır. Çıkarılan numunelerde çarpıklıklar meydana gelmiştir. 500°C’ye kadar olan sıcaklık artış hızını 1°C/dak’ya düşürüldüğünde çarpıklığın olmadığı görülmüştür. Bundan sonraki grafiklerde bu numunelerden alınan sonuçlar “Isıtma rejimi 1” olarak adlandırılacaktır.

Sakarya Üniversitesi laboratuvarında yapılan denemede de kademeli sinterleme gerçekleştirilmiştir. 500°C'ye kadar 3°C/dak hız ile çıkılıp orada 1 saat bekletildikten sonra 6°C/dak hız ile 1200°C sıcaklığa çıkılmış ve orada 1 saat bekletilip aynı hızla 1700°C'de 2 saat bekletilmiştir. Sinterleme sonrasında numunelerde çarpıklıklar görülmüştür. Mekanik özellik grafiklerinde buradan elde edilen numunelerden bulunan sonuçlar "Isıtma rejimi 2" olarak gösterilecektir.

Anadolu Üniversitesi Fırınlar laboratuvarında yapılan deneme ise iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Sinterlemenin ilk aşamasında polimer esaslı bağlayıcılar organik bağlayıcı uzaklaşımına fırınında 1°C/dak sıcaklık artış hızı ile 500°C sıcaklığa kadar ısıtıp, 1 saat bekletildikten sonra soğumaya bırakılmıştır. Soğuma işlemi tamamlandıktan sonra numuneler yüksek sıcaklık fırınına konulup 5°C/dak sıcaklık artış hızı ile 1750°C'ye çıkartılıp 1 saat bekletilmiş daha sonra aynı hız ile 1800°C'ye çıkartılıp 10 dakika bekletildikten sonra soğumaya bırakılmıştır. Fırından çıkan numunelerden eğme numunelerinde herhangi bir çarpıklık görülmemektedir fakat çekme numunelerinin bir kısmının kırılmış olduğu görülmüştür. Burada yapılan sinterleme sonrası sonuçları grafiklerde "Isıtma rejimi 3" olarak adlandırılacaktır.



(a)

(b)

(c)

Resim 4.8. Sinterleme sonunda elde edilen numuneler

a) Isıtma rejimi 1

b) Isıtma rejimi 2

3) Isıtma rejimi 3



Resim 4.9. Ham ve sinterlenmiş numuneler

4.7.1. Sinterlenmiş parçaların yoğunluklarının ve % büzülme oranlarını ölçme

Sinterlenmiş çekme numunelerinin yoğunluklarının hesaplanmasında Arşimet prensibi kullanılmıştır. İlk önce numunelerin kuru haldeki ağırlıkları ölçülmüştür. Daha sonra numunelerin iç yüzeyine su girmemesi için TS 2305’de belirtildiği gibi %5 parafin mumu + %95 xylene çözeltisine batırılarak yüzeyleri ince bir film tabakası ile kaplanmıştır [45]. Yüzeylerinin kaplanmasından sonra havada kurutulup tekrar ağırlıkları ölçülmüş ve bulunan değerler,

$$\text{yoğunluk} = \left(\frac{m_1}{m_2 - m_1} \right) \times D_w$$

denkleminde yerine yazılarak yoğunlukları hesaplanmıştır. Burada,

m_1 : Numunenin kuru haldeki ağırlığı

m_2 : Numunenin çözelti içerisinde batırılıp kurutulduktan sonraki ağırlığı

D_w : Oda sıcaklığındaki saf suyun yoğunluğu, 0,997 olarak alınmıştır.

Standartta belirtildiği gibi m_1 ve m_2 değerlerinin birbirine çok yakın olmasına özen gösterilmiştir.

Sinterlenmiş eğme numunelerinin yoğunluklarının hesaplanmasında TS EN 623-2'deki yöntem kullanılmıştır [46]. Burada parçanın boyutlarının düzgün olmasından yararlanılarak,

$$\text{yoğunluk} = \left(\frac{\text{kütle}}{\text{hacim}} \right)$$

formülü ile hesaplamalar yapılmıştır.

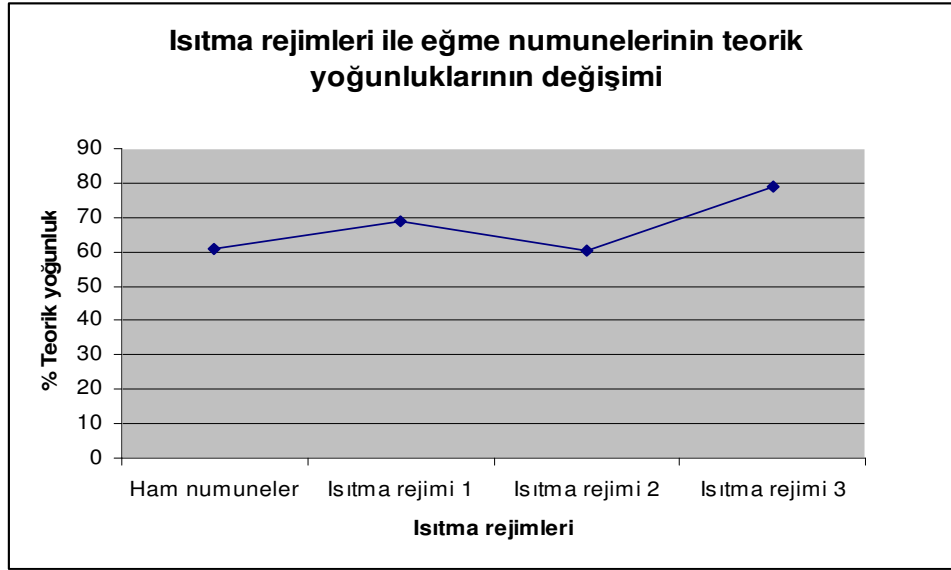
Bulunan yoğunluk değerleri alüminanın yoğunluk değeri olan $3,96 \text{ g/cm}^3$ ile oranlanarak teorik yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

Yapılan hesaplamalar sonunda eğme numunelerinde en yüksek yoğunluk Isıtma rejimi 3'de meydana gelmiştir. Bu ısıtma rejiminde % 78 teorik yoğunluk meydana gelmiştir. İkinci ısıtma rejimindeki yoğunluk değerlerinin birinci ısıtma rejiminde elde edilen değerlerden düşük olduğu görülmektedir. Bunun sebebi ise yüksek sinterleme hızından dolayı meydana gelen çarpıklıklar olduğu tahmin edilmektedir. Yoğunluğun düşük olması diğer mekanik özelliklerini de olumsuz yönde etkilemektedir.

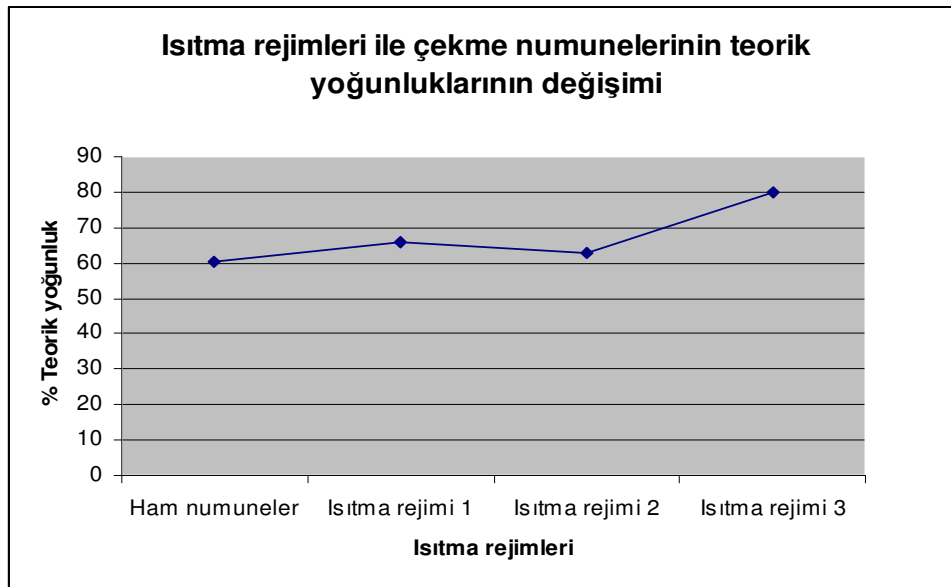
Çizelge 4.10. Eğme ve çekme numuneleri yoğunluk değerleri

	Eğme numuneleri						Çekme numuneleri					
	yoğunluk			% teorik yoğunluk			Yoğunluk			% teorik yoğunluk		
	maks	min	ort	maks	min	ort	maks	min	ort	maks	min	ort
Ham numuneler	2.44	2.36	2.41	61.63	59.60	60.78	2.41	2.33	3.37	61.61	59.41	60.51
Isıtma rejimi 1	2.72	2.72	2.72	68.76	68.76	68.76	2.73	2.52	2.60	69.15	63.86	65.73
Isıtma rejimi 2	2.40	2.40	2.40	60.57	60.56	60.57	2.50	2.46	2.48	63.32	62.13	62.72
Isıtma rejimi 3	3.17	3.08	3.12	79.96	77.82	78.79	3.39	3.01	3.17	85.74	76.08	80.09

Çekme numunelerinin yoğunluk değerleri hesaplandığında, eğme numunelerindekine benzer sonuçlar elde edilmiştir. En yüksek yoğunluk değeri ısıtma rejimi 3’de %85 teorik yoğunlukla elde edilmiştir.



Şekil 4.12. Eğme numunelerinin teorik yoğunluk değişimi



Şekil 4.13. Çekme numunelerinin teorik yoğunluk değişimi

Eğme ve çekme numunelerinin % büzülme oranlarının hesabında, numunelerin her birinin boyutları sinterlemeden önce ve sinterlemeden sonra kumpas ile ölçülmüş ve aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır.

$$\%büzülme = \left(\frac{b-a}{a} \right) \times 100$$

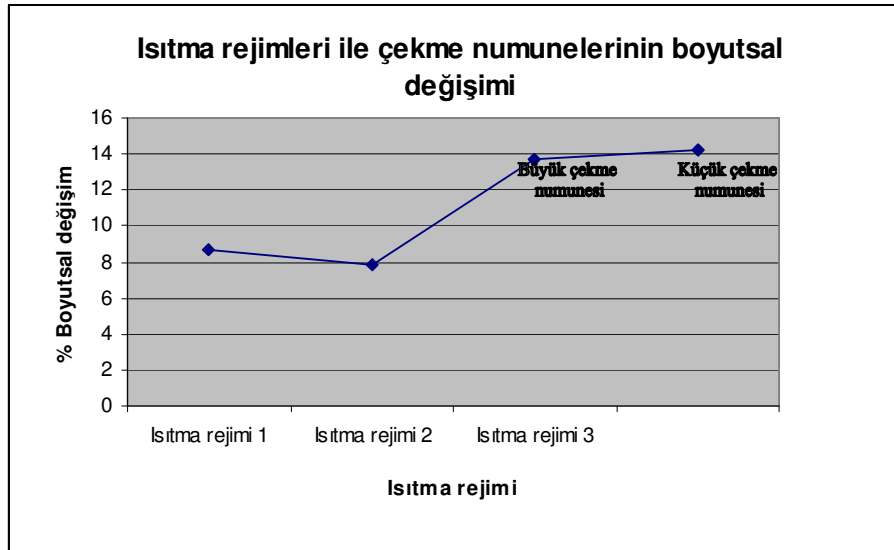
a : sinterleme öncesi ölçülen değer

b : sinterleme sonrası ölçülen değer

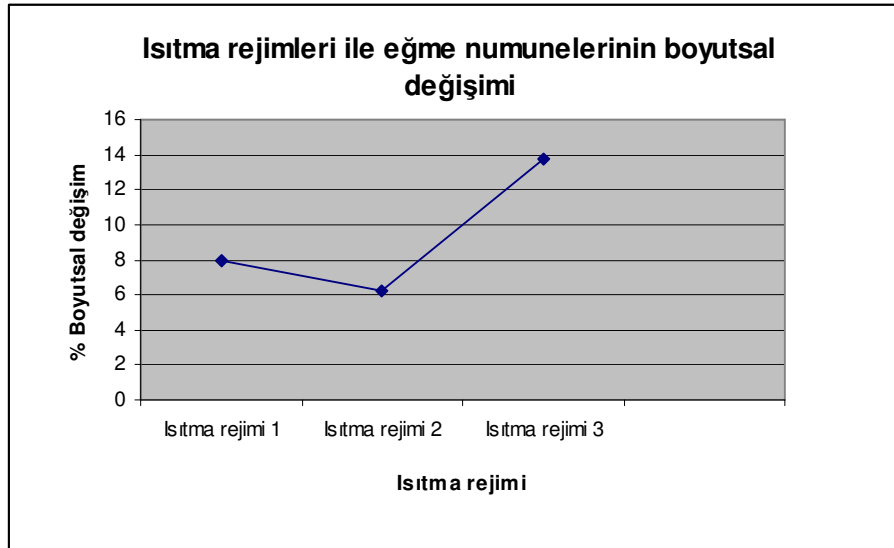
Çizelge 4.11. Eğme ve çekme numuneleri % büzülme değerleri

	Çekme numuneleri			Eğme numuneleri		
	ilk boyut	son boyut	% büzülme	ilk boyut	son boyut	% büzülme
Isıtma rejimi 1	11.8	10.78	8.64	8.95	8.24	7.93
Isıtma rejimi 2	11.8	10.87	7.88	8.95	8.39	6.26
Isıtma rejimi 3	11.8	10.18	13.73	8.95	7.72	13.74
	10.8	9.27	14.17			

Eğme ve çekme numunelerinin sinterleme sonrası boyutları ölçüldüğünde aynı ısıtma rejiminde elde edilen numunelerin herbirinin aynı son boyuta sahip olduğu saptanmıştır. En yüksek büzülme oranı ısıtma rejimi 3'de meydana gelmiştir. Bu ısıtma rejiminde küçük çekme numunelerinde %14,17 oranında boyutta çekme meydana gelmiştir. Eğme numunelerinde ise yine aynı ısıtma rejiminde en yüksek %13,74 büzülme meydana gelmiştir. Büzülme miktarı ile yoğunluk doğru orantılı olarak artmaktadır.



Şekil 4.14. Çekme numunelerinin boyutsal değişimleri



Şekil 4.15. Eğme numunelerinin boyutsal değişimleri

4.7.2. Çekme ve eğme deneyleri

Çekme deneyleri Kimya Mühendisliği labratuvarında bulunan Shimadzu marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Cihaz Resim 4.10'da görülmektedir. Cihazda alt ve üst tarafı makinaya bağlanıp-sökülebilen 2'şer adet oynar çene bulunmaktadır. Cihaz

bilgisayar kontrollü olup 5 kN kapasitelidir. Deney kafa hızı sabit olarak 0,5 mm/dak seçilip yükü artırmak suretiyle TS ISO 15490 numaralı standart esas alınarak yapılmıştır [47]. Çekme mukavemetinin hesaplanmasında aşağıdaki formül kullanılmıştır.

$$\sigma_{\varphi} = \frac{F_{\varphi}}{A}$$

σ_{φ} : Çekme mukavemeti

F : En büyük çekme yükü

A : En kesit alanı



Resim 4.10. Schimadzu markalı çekme ve eğme deneylerinin gerçekleştirildiği cihaz

Eğme deneyleri de çekme deneylerinin yapıldığı cihazda yapılmıştır. Alt ve üst çeneler sökülüp yerlerine destek silindirleri bağlanmıştır. Deney, kafa hızı sabit olarak 0,5 mm/dak seçilip yükü artırmak suretiyle TS 12789 standartına göre yapılmıştır [48]. Alt destek silindirlerinin arasındaki mesafe 40 mm olarak sabitlenmiştir. Eğme mukavemetinin hesaplanmasında aşağıdaki formül kullanılmıştır.

$$\sigma_f = \frac{3xFL}{2xbxh^2}$$

σ_f : Üç noktalı eğme mukavemeti

F : En büyük eğme yükü

L : Dış açıklık (40mm)

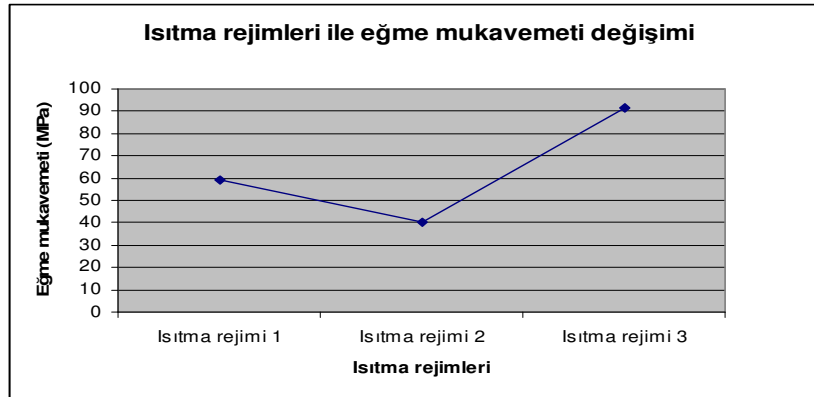
b : Numune genişliği

h : Numune kalınlığı

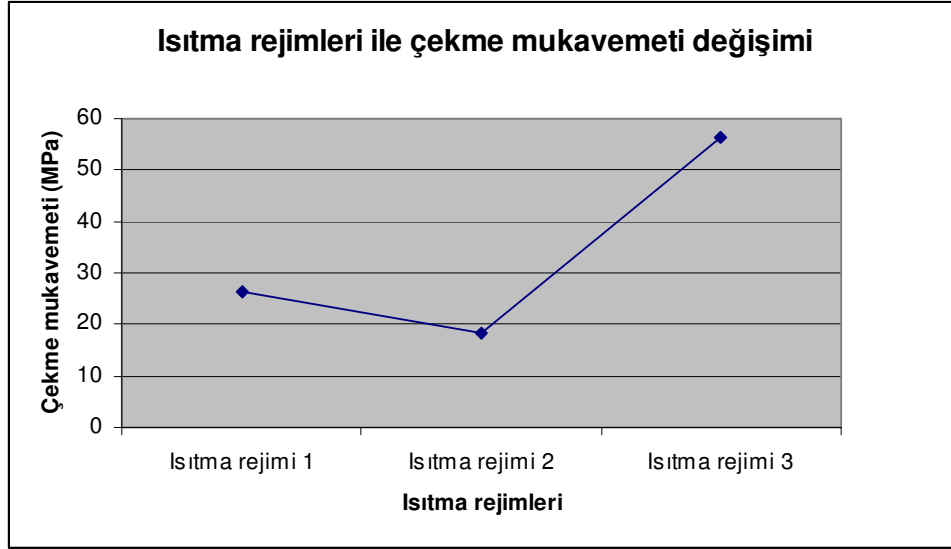
Çizelge 4.12. Eğme ve çekme numunelerinin mukavemet değerleri

	Eğme mukavemeti (MPa)			Çekme mukavemeti (MPa)		
	maks	min	ort	maks	min	Ort
Isıtma rejimi 1	66.28	43.98	58.89	29.98	22.54	26.38
Isıtma rejimi 2	40.78	39.48	40.14	22.36	14.29	18.32
Isıtma rejimi 3	133.01	60.3	91.33	64.17	49.17	56.51

Çekme ve eğme deneylerinde bulunan sonuçlar yoğunluk ve büzülme değerleri ile doğru orantılıdır. Çekme numunelerinde en yüksek 64,17 MPa olarak hesaplanmıştır. Eğme numunelerinde ise en yüksek mukavemet 133,01 MPa olarak ölçülmüştür. En yüksek değerler yine ısıtma rejimi 3'te elde edilmiştir. Eğme numunelerinin mukavemeti düşük olanlarının kırık yüzeyleri incelendiğinde boşluklar olduğu görülmüştür. Bu boşluklar numunelerin mukavemet değerlerini düşürmüştür.



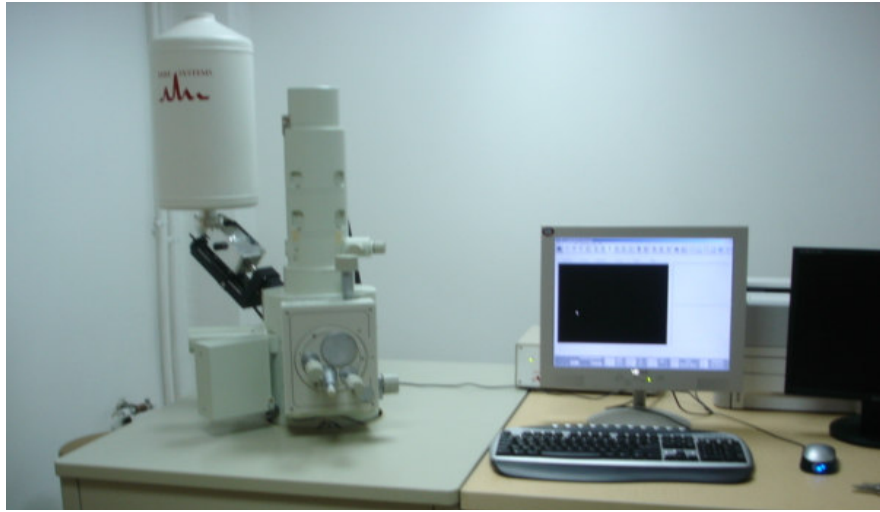
Şekil 4.16. Eğme numunelerinin mukavemet değerleri değişimi



Şekil 4.17. Çekme numunelerinin mukavemet değerlerinin değişimleri

4.7.3. Kırık yüzey incelemesi

Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü Malzeme laboratuvarında bulunan JEOL markalı JSM-6060LV modeli elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak numunelerin kırık yüzeylerinden görüntüler alınmıştır.



Resim4.11. Mikroyapı incelemelerinde kullanılan SEM cihazı (Jeol JSM-6060LV)



Resim 4.12. Altın kaplama cihazı

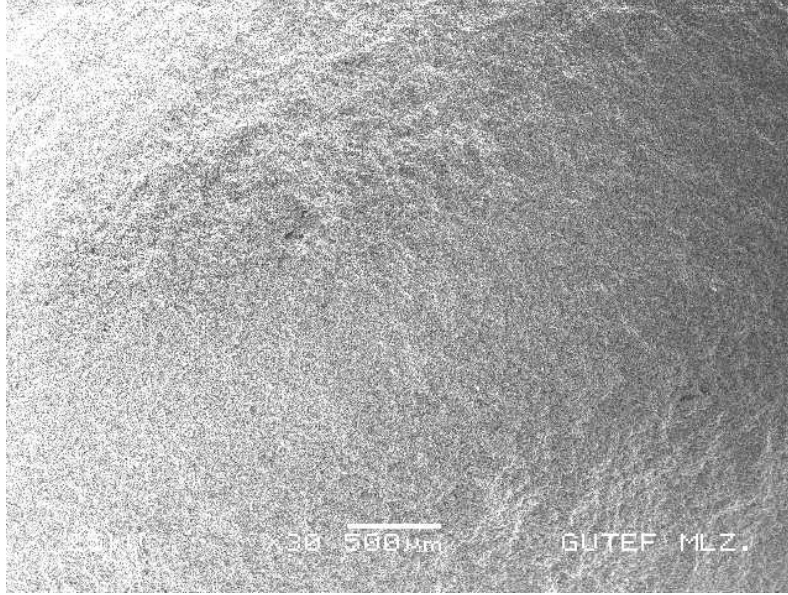
Numunelerin incelenecek yüzeyleri, SEM cihazına konulmadan önce altınla kaplanmıştır.

Mikroskobik incelemelerde ısıtma rejimi 1 ve ısıtma rejimi 3 sonunda, eğme ve çekme numunelerinde elde edilen görüntüler kullanılmıştır.

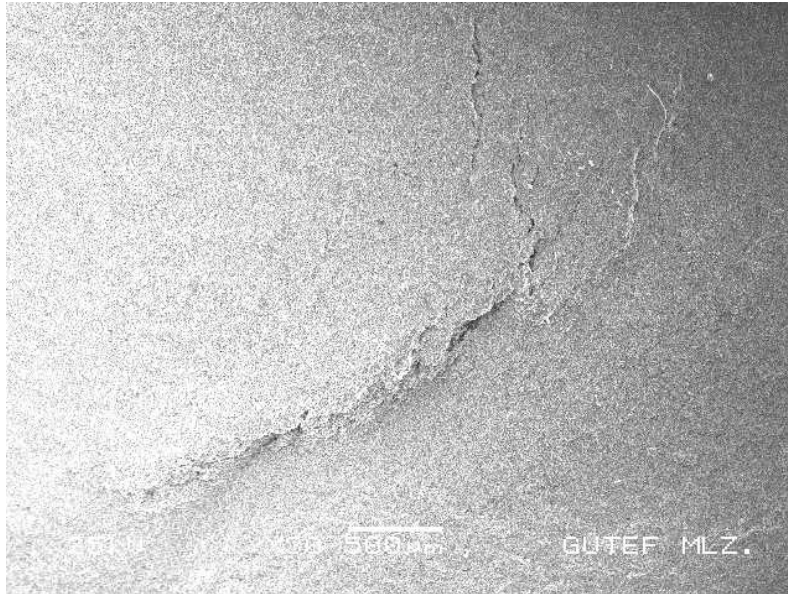
Resim 4.13 ve Resim 4.15’de sırasıyla eğme ve çekme numunelerinin kırılan yüzeyleri karşılaştırıldığında yüksek sıcaklıktaki ısıtma rejiminde numunelerde çatlak oluşumlarının meydana geldiği görülmüştür.

Resim 4.14 ve Resim 4.16’da yine sırasıyla eğme ve çekme numunelerinin kırılan yüzeylerinde mikroyapıları karşılaştırıldığında ise düşük sıcaklıktaki ısıtma rejiminde kaba taneli tozların sinterlenmesinin gerçekleşmediği yalnızca ince taneli tozların sinterlemesi gerçekleştiği görülmüştür. Yüksek sıcaklıktaki ısıtma rejiminde ise sinterlemenin kaba taneli tozlarda da gerçekleştiği görülmektedir.

Resim 4.17’de ise en yüksek mukavemet deęerlerinin elde edildięi ısıtma rejimi 3’deki eęme numuneleri karşılaştırılmıřtır. Maksimum ve minimum mukavemetlerin elde edildięi eęme numunelerinin kırılan yüzeylerindeki çatlakların büyüklükleriyle, elde edilen mukavemet deęerlerinin doęru orantılı olduęu görölmektedir.

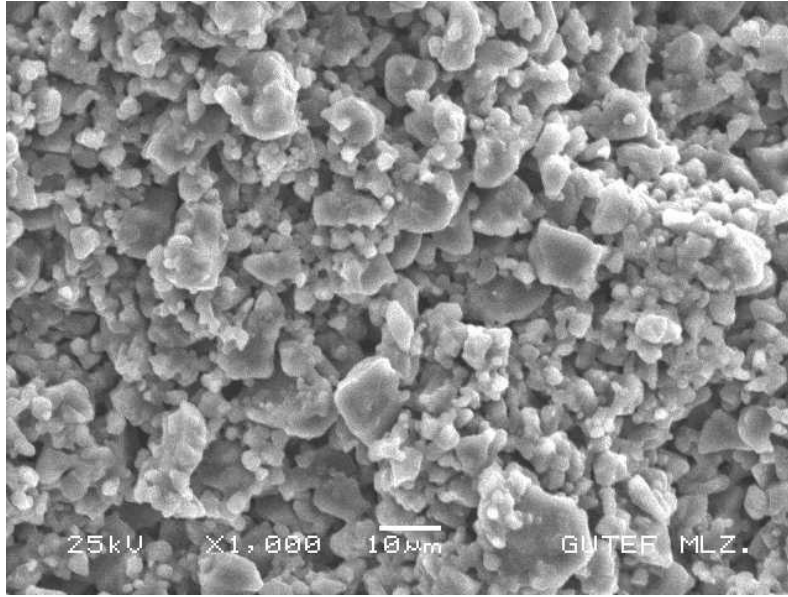


a)

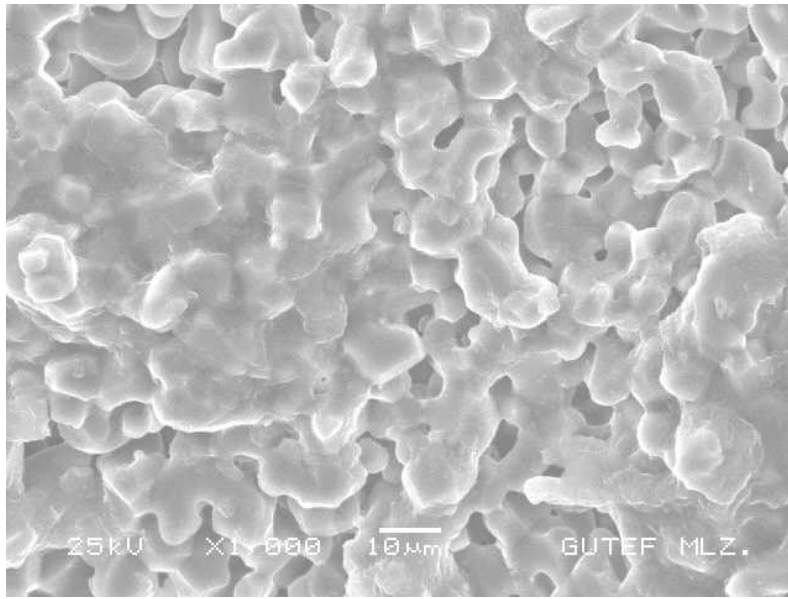


b)

Resim 4.13. Eğme numuneleri kırılan yüzey genel görüntüleri
a) Isıtma rejimi 1 b) Isıtma rejimi 3

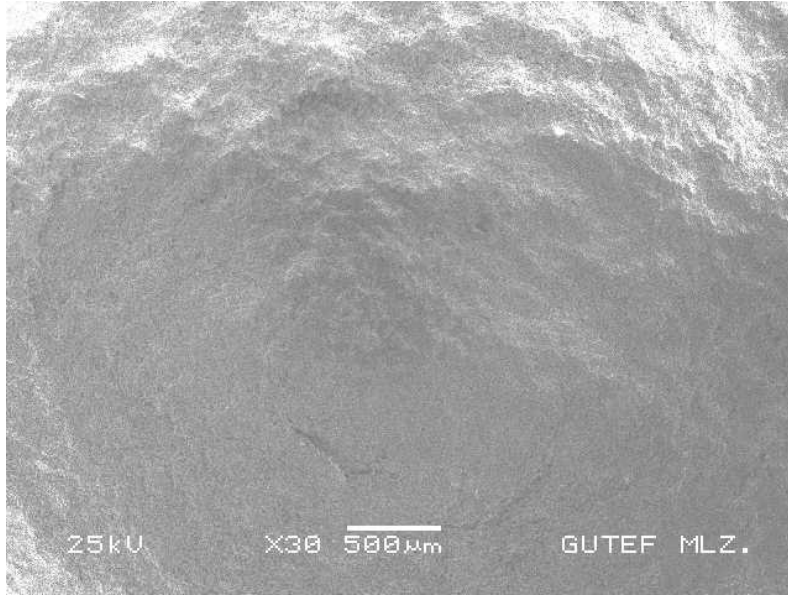


a)



b)

Resim 4.14. Eğme numuneleri kırılan yüzey mikroyapı görüntüleri
a) Isıtma rejimi 1 b) Isıtma rejimi 3

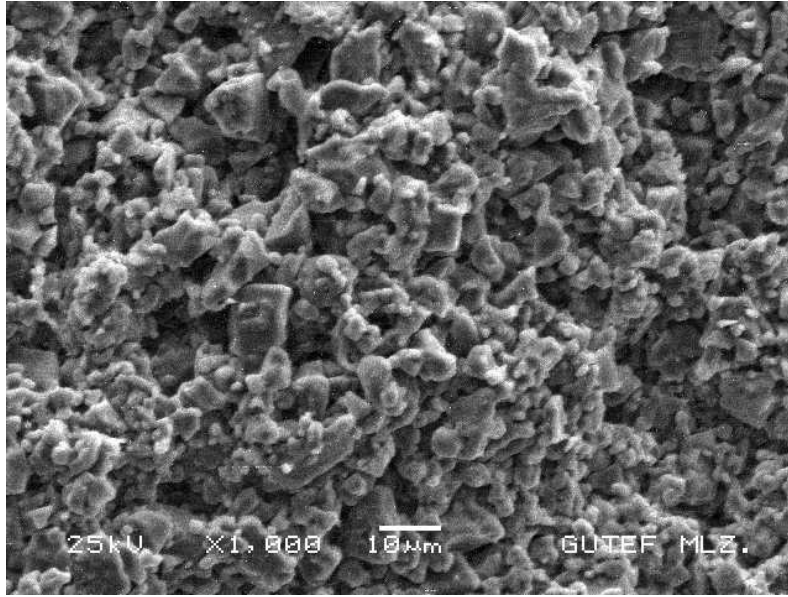


a)

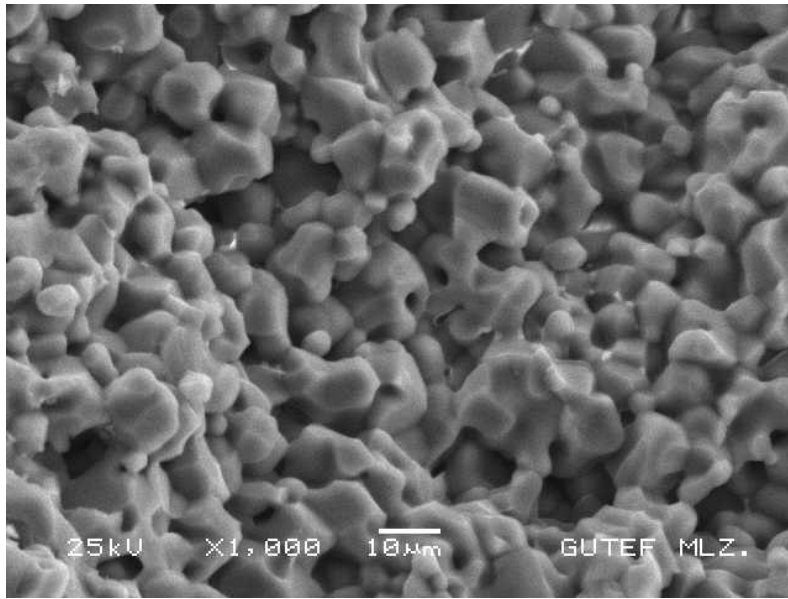


b)

Resim 4.15. Çekme numuneleri kırılan yüzey görüntüleri
a) Isıtma rejimi 1 b) Isıtma rejimi 3



a)

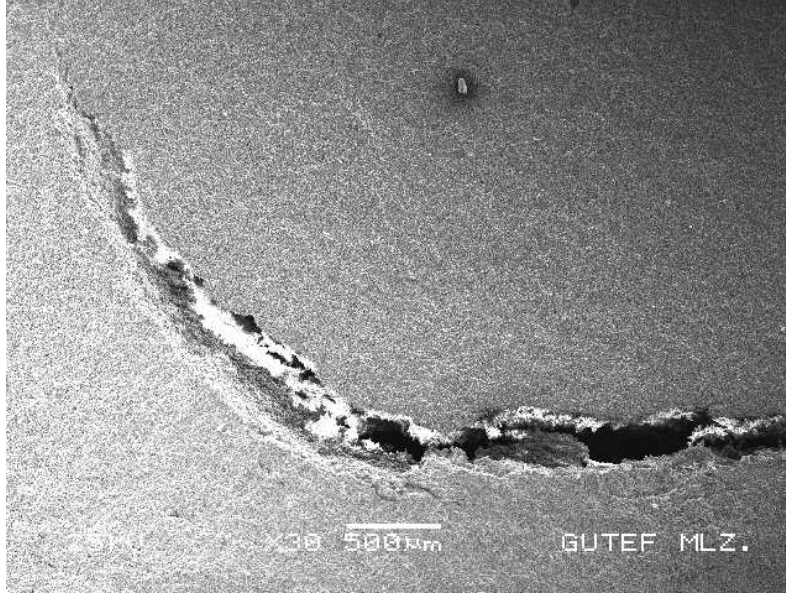


b)

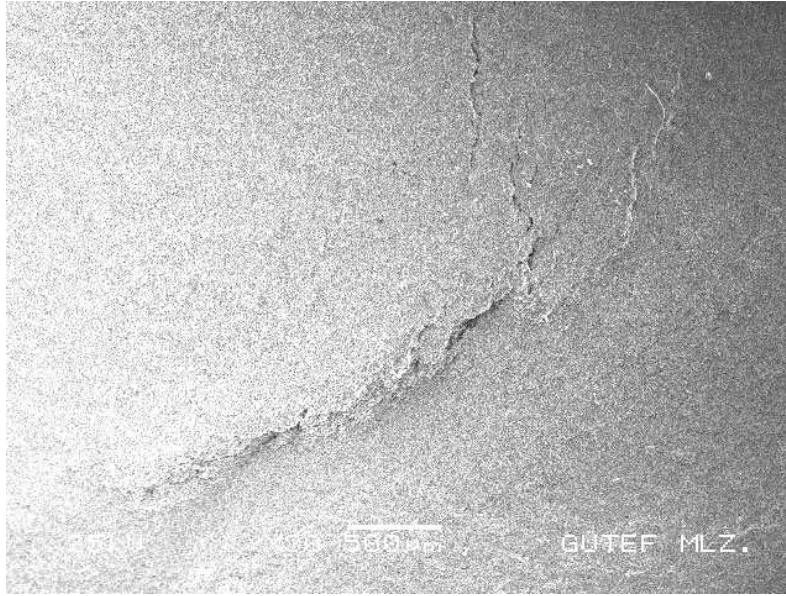
Resim 4.16. Çekme numuneleri kırılan yüzey mikroyapı görüntüleri

a) Isıtma rejimi 1

b) Isıtma rejimi 3



a)



b)

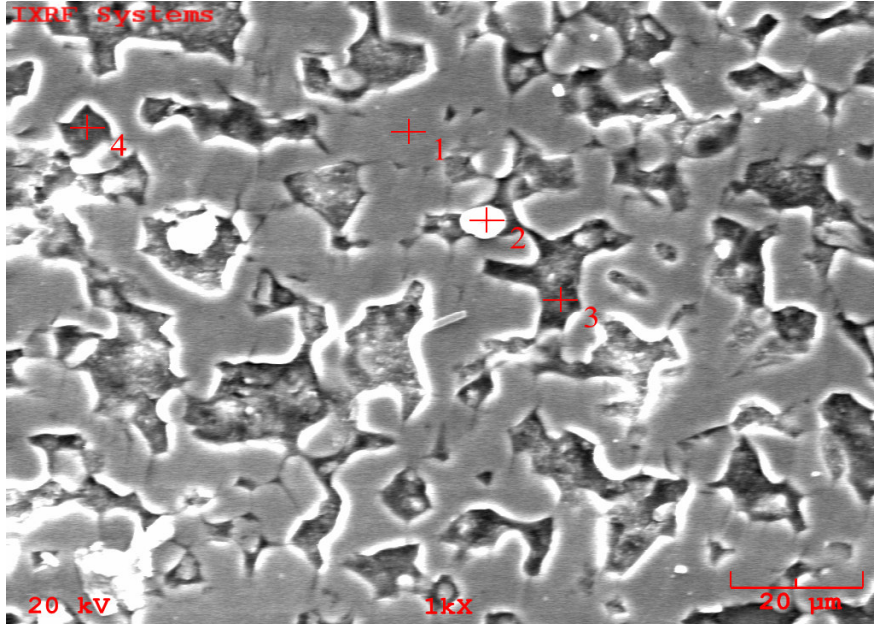
Resim 4.17. Isıtma rejimi 3' de maksimum ve minimum mukavemet değerlerinin elde edildiği çekme numuneleri
a) Min. mukavemet (60.3 MPa) b) Maks.mukavemet (133.01 MPa)

4.7.4. Mikroyapı incelemesi

Malzemenin iç yapısının incelendiği bilim dalı Metalografi olarak adlandırılmaktadır. Metalografik işlemler numunenin hazırlanması ile başlamaktadır. Numunenin hazırlanmasında ilk işlem bütünden onu temsil eden örneğin alınması ile başlar. Alınan örnek kalıplanarak zımparalama ve parlatma işlemlerinden geçirilir ve mikroskopta incelenecek hale getirilmiş olur.

Bu tez çalışmasında, 3. ısıtma rejiminde elde edilen eğme numunesinin mikroyapısı incelenmiştir. Gazi Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü Toz Metalurjisi laboratuvarında bulunan elmas diskli kesici ile eğme numunesinden bütünü temsil eden parça kesilmiş daha sonra kesilen parça TOBB-ETU Makina Mühendisliği Bölümü Metalografi laboratuvarında bulunan kalıba alma cihazında bakalit ile kalıplanmıştır. Kalıba alınan numune 600 ve 1000'lik zımparalardan geçirildikten sonra yüzeyi alkol ile temizlenmiştir. Son olarak da ultrasonik banyodan geçirilerek parçanın yüzeyi kirlerden temizlenmiştir.

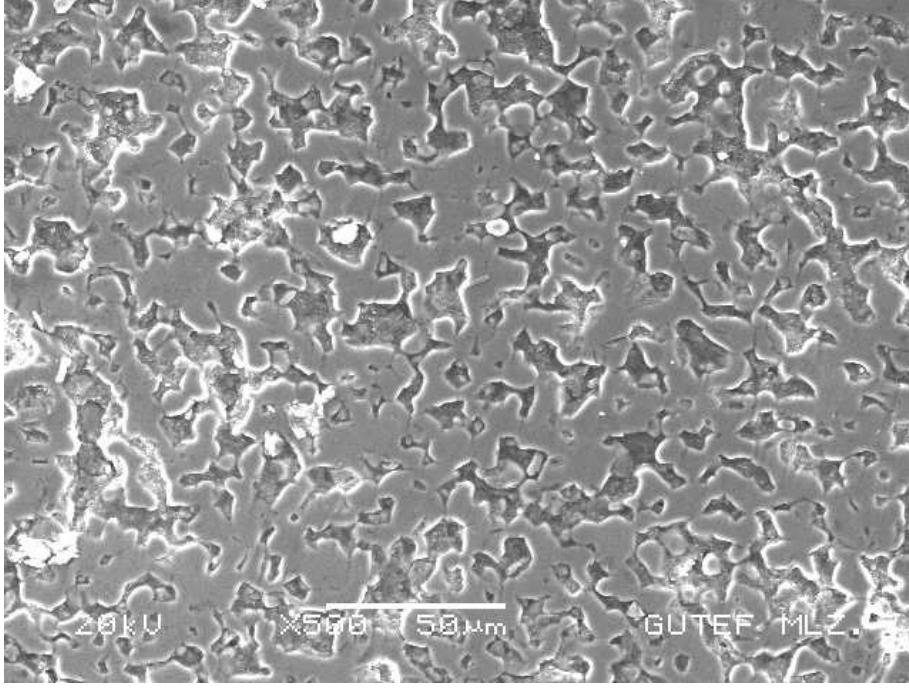
Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesinde bulunan SEM cihazında, hazırlanan numunenin üzeri altın ile kaplanıp gümüş ile bakalit üzerinden kontak sağlanarak yüzeyi incelenmiştir. Matris içerisinde ve gözeneklerdeki elementlerin kimyasal yapılarını ve oranlarını belirlemek amacıyla EDX analizleri yapılmıştır. 1 ve 2 numaralı noktaların buldukları yüzeyler matris, 3 ve 4 numaralı noktaların bulunduğu yüzeyler ise gözenek olarak tanımlanmaktadır. EDX analizleri Resim 4. 18'de görülen 4 farklı noktada yapılmıştır. 1 ve 2 numaralı bölgelerde yapılan analiz sonuçlarında Al ve O elementleri görülmektedir. 3 ve 4 numaralı bölgelerde yapılan analiz sonuçlarında ise Al ve O elementlerinin yanında düşük miktarlarda Si, C, Ca gibi zımparalama sırasında oluşan kirler de bulunmaktadır. Bu dört noktanın EDX analiz grafikleri EK-4 - EK-7'de verilmiştir.



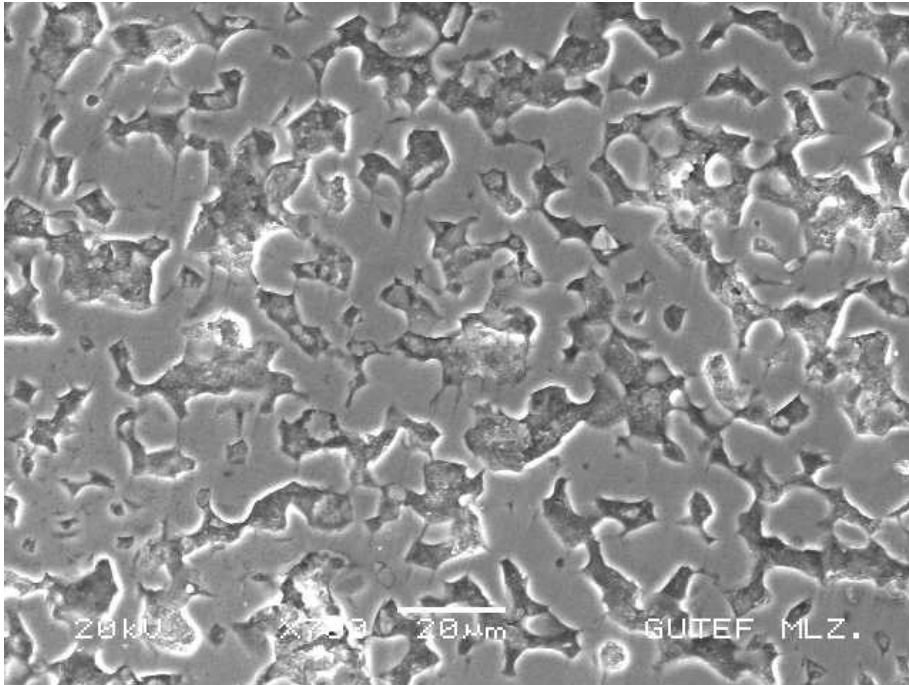
Resim 4.18. Mikroyapıda EDX analizi alınan bölgeler

Mikroyapıda bulunan gözenekler malzemenin mekanik özelliklerini direk olarak etkilemektedir. Düşük teorik yoğunluklu parçalarda gözenek miktarı fazla olmakta bu da parçanın mukavemetinin düşük olmasına yol açmaktadır. Resim 4.18, 3. ısıtma rejiminde %80 teorik yoğunluğa sahip eğme numunesinin mikroyapısındaki gözenekleri göstermektedir. Bu gözenekler parçada yüksek mukavemet elde edilmesini engellemiştir.

Resim 4.19'da eğme numunesinin değişik büyütmelemlerde farklı bölgelerden alınan mikroyapı resimleri görülmektedir.



a)



b)

Resim 4.19. Değişik büyütmelerde mikroyapı görüntüleri
a) 500X büyütme b) 700X büyütme

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada alumina tozları ile TEK yöntemi kullanılarak üretilen malzemelerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

1. Kullanılan alumina tozu ve bağlayıcı karışımı ile yapılan reoloji denemelerinde toz bağlayıcı kritik katı yükleme oranının hacimce % 58 toz içerdiği bulunmuştur.

2. Bağlayıcı giderme işlemleri 15 saat 50°C suda bekletilerek yapılmıştır. İşlemler sonunda eğme numunelerinde %70 PEG uzaklaşırken, büyük çekme numunelerinde %84, küçük çekme numunelerinde %94 oranında PEG uzaklaşmıştır.

3. Sinterlemenin ilk aşamasındaki sıcaklık artış hızı 1°C/dak ve 2°C/dak sıcaklık artış hızları denendiğinde yüksek hızda çarpıklıklar meydana geldiği görülmüştür. Bundan dolayı sinterlemenin ilk aşaması olan sıcaklık etkisi ile bağlayıcı giderme aşaması oldukça düşük sıcaklık artış hızı ile yapılmalıdır.

4. Sinterleme sonrası en yüksek yoğunluğun elde edildiği ısıtma rejiminde en yüksek eğme ve çekme gerilmeleri değerleri ile en yüksek % büzülme oranları elde edilmiştir. Bu ısıtma rejiminde 1°C/dak hız ile 500°C'ye çıkılıp orada 1 saat bekletildikten sonra, yüksek sıcaklık fırınında 5°C/dak hızla 1750°C çıkılmış ve orada 1 saat bekletildikten sonra aynı hızla 1800°C'ye çıkılıp 10 dak bekletilerek soğumaya bırakılmıştır.

5. Çekme numunelerinde yukarıdaki ısıtma rejiminde 3,39 g/cm³ yoğunluk ve % 85 teorik yoğunluk ile (alumina yoğunluğu 3,96 g/cm³) en yüksek değerlere ulaşılmıştır. Yine bu ısıtma rejiminde elde edilen numunelerde yapılan çekme deneyleri sonrası en yüksek 64,17 MPa mukavemet ve %14,17 büzülme değerleri elde edilmiştir.

6. Eğme numunelerinde yine aynı ısıtma rejiminde 3,17 g/cm³ yoğunluk ve % 79 teorik yoğunluk ile en yüksek değerlere ulaşılmıştır. Bu numunelerde yapılan eğme

deneylerinde elde edilen en yüksek deęer ise 133 MPa ve en yüksek bzlme deęeri %13,74 olarak bulunmuştur.

Yapılan literatr araştırmalarında bu alıřmada kullanılan toz boyutlarına ve zelliklerine yakın alumina tozu kullanılarak yapılan alıřmada 7µm toz boyutundaki aluminada 1700°C 'de yaklaşık %75 yoęunluk elde edilmiřtir [11]. Elde edilen yoęunluk deęeri alıřmamızda 3. ısıtma rejiminde yakalanmıřtır.

Bu alıřmada kullanılan aluminanın boyutu iyi mekanik zellikler elde etmek iin yeterli deęildir. Kullanılan alumina toz boyutunu 1µm altına dřrlerek ve sinterleme maliyetini azaltmak iin sinterleme sıcaklıęını dřrc MgO, CuO, NiO vb. katkı malzemeleri kullanılarak mekanik zelliklerde iyileřme saęlanabilir [1,7,8,23,33].

KAYNAKLAR

1. Geçkinli, A., E., "İleri teknoloji malzemeleri", *İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalürji Mühendisliği Bölümü*, İstanbul, 60-91 (1991).
2. Kaya, T., "Sol-Jel yöntemi ile $ZrO_2-Al_2O_3$ seramik kompozit oksit üretimi, karakterizasyonu ve ZrO_2 'nin parametric etkilerinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 5-10 (2006).
3. Say, C., A., Earl, D., A., Thompson, M., J., "Optimization of the sintered density of aluminum oxide compacts" *Materials Letters*, 53:262-267 (2002).
4. Karataş, Ç., Santaş, S., "Toz enjeksiyonla kalıplama: Bir ileri teknoloji imalat metodu", *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 13 (2):193-228 (1998).
5. Karataş, Ç., "Toz enjeksiyonla kalıplamada kaşımın Teolojisi", Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 20-35 (1997).
6. Sungur, H., "Geleceğin teknolojisi; Metalin plastik gibi şekillendirilmesi", *Teko Tek Kesici Takımlar Ltd, İstanbul*, 2-3 (2005).
7. German, R.M., Bose, A. " Injection Molding of Metals and Ceramics ", *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, NJ, USA, 08540-6692 (1997).
8. Mutsuddy, B., C, Ford, R., G., "Ceramic injection molding", *Chapman&Hall*, U.S.A., 291-351 (1995).
9. Nyberg, E., Miller, M., Simmons, K., Weil, K., S., "Microstruture and mechanical properties of titanium components fabricated by a new powder injection moulding technique", *Materials science& engineering C* 25:336-342 (2005).
10. Yang, W., W., Yang, K., Y., Hon, M., H., "Effects of PEG moleculer weights on rheological behavior of alumina injection moulding feedstocks" *Materials Chemistry and Physics*, 78:416-424 (2002).
11. Zemig, H., Ma, J., "Constitutive modeling of alumina sintering: grain-size effect on dominant densification mechanism" *Computational Materials Science*, 32:196-202 (2005).
12. Oliveira, R., V., B., Soldi, V., Fredel, M., C., Piresa, A., T., N., "Ceramic injection moulding: influence of specimen dimensions and temperature on solvent debinding kinetics", *Journal of Materials Processing Technology* 160:213-220 (2005).

13. Wei, W., J., Wu, R., Y., Ho, S., J., “Effects of pressure parameters on alumina made by powder injection moulding”, *Journal of the European Ceramic Society* 20:1301-1310 (2000).
14. Shkarupa, I., L., Klimov, D., A., “Mechanical treatment of ceramic materials based on aluminum oxide, silicon nitride, and silicon carbide”, *Glass and ceramics*, 61:16-18 (2004).
15. Rak, Z., S., Czechowski, J., “The influence of powder characteristics on the properties of alumina ceramics shaped by injection moulding from water based suspensions”, *Engineering ceramics'96*, Netherlands, 71-82 (1997).
16. Thian, E., S., Loh, N., H., Khor, K., A., Tor, S., B., “Microstructures and mechanical Ti-6Al-4V/HA powder” *Biomaterials*, 23:2927-2938 (2002).
17. Soykan, H., S., Karakas, Y., “Preparation of Homogeneous Feedstocks for Injection Moulding of Zirconia-Based Ceramics”, *Turk J Engin Environ Sci*, 25:315-319 (2001).
18. Ekşi, A., Sarıtaş, S., “Effects of Powder Hardness and Particle Size on the Densification of Cold Isostatically Pressed Powders”, *Turkish J. Eng. Env. Sci*, 26:377-384 (2002).
19. Wei, J., W., Tsai, S., J., Hsub, K., C., “Effects of Mixing Sequence on Prepared by Injection Molding Alumina”, *Journal of the European Ceramic Society*, 18:1445-1451 (1998).
20. Suri, P., Koseski, R., P., German, R., M., “Microstructural evolution of injection molded gas- and water-atomized 316L stainless steel powder during sintering”, *Materials Science and Engineering*, A(402):341-348 (2005).
21. Piottter, V., Gieltzelt, T., Merz, L., “Micro powder-injection moulding of metals and ceramics”, *Sadhana*, 28(1-2):299-306 (2003).
22. Schneider, J., Iwanek, H., Zum Gahr, K., H., “Wear behaviour of mould inserts used in micro powder injection moulding of ceramics and metals”, *Wear*, 259:1290-1298 (2005).
23. Hwang, K., S., Hsieh, C., C., “Injection-molded alumina prepared with mg-containing binders” *The American Ceramic Society*, 88(9):2349-2353 (2005).
24. Sarıkaya, Y., “İleri teknoloji seramikleri”, *TMMOB Jeoloji Mühendisleri Odası Seramik Semineri*, Ankara, 126-129 (2003).

25. Özcömert, M., "İleri malzeme teknolojileri sektör raporu", *İstanbul Ticaret Odası*, İstanbul, 7 (2005).
26. Sarıdere, M.,N., Birol, B., "Özel alüminalar-1, kalsine alüminalar", *Metalurji dergisi*, 141:2-10 (2005).
27. DPT, "Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı: Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Metal Madenler Alt Komisyonu Boksit Çalışma Grubu Raporu" *DPT. 2625 - ÖİK. 636, Ankara*, 6-8 (2001).
28. Zeytin, K.,H., "Alüminyum alaşımları otomotiv endüstrisinde uygulamaları ve geleceği", *MAM-MKTAE/OSD, İzmit*, 15 (2000).
29. Sarıdere, M.,N., Birol, B., "Özel alüminalar-2, alüminyum hidroksit ve aktif alüminalar", *Metalurji dergisi*, 144:2-7 (2006).
30. İnternet: The A to Z of materials "Alumina-The different types of commercially available grades" <http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=1389#> (2007)
31. İnternet: Treibacher Schleifmittel "The working minerals" <http://www.treibacher-schleifm.com/fused.html> (2007)
32. Kalpakçan, S., Schmid, R.S., "Manufacturing processes for engineering materials 4.th ed.", 660-668 (2003).
33. Tekeli, S., "Alüminanın düşük sıcaklık sinterlemesi", *Uluslararası katılımlı 2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, Ankara, 489-492 (1999).
34. Tekeli, S., "Alümina tozların slip dökümü ve dökülebilirliğini etkileyen faktörler", *Uluslararası katılımlı 2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, Ankara, 675-681 (1999).
35. ASM Handbook Committee, "Powder Metal Technologies and Applications" 7:831-852 (1998).
36. Uslan, İ., "Toz Metalürji Üretim Yöntemleri", *Gazi Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü*, Ankara, 50-60 (2005).
37. 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).
38. Alcock, J., Stephenson, D., "Powder injection moulding process", *Materials World*, 629 (1996).

39. Liu, D., M., Tseng, W., J., "Influence of Debinding Rate, Solid Loading and Binder Formulation on the Green Microstructure and Sintering Behaviour of Ceramic Injection Mouldings", *Ceramics International* 24: 471-481 (1998).
40. Ergüney, S., M., "Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan besleme stoklarının kalıplanabilirliklerinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 62-69 (2005).
41. Ersümer, A., "Toz metalürjisi sert metal sinterleme", *İstanbul Teknik Üniversitesi Makine Fakültesi*, İstanbul, 30-40 (1993).
42. German, M., R., "Sintering theory and practice" *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, New Jersey, 1-20 (1996).
43. Kurt, A., O., " Toz üretim yöntemleri ve sinterleme", *Sakarya Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü*, Sakarya, 23-40 (2006).
44. Berber, M., "Toz enjeksiyon kalıplama ile steatitten üretilmiş parçaların sinterleme davranışlarının araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 19-31 (2005).
45. TS 2305, "Sinterlenmiş geçirgen metal malzeme-yoğunluk ve açık gözeneklilik tayini", *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, 5 (2002).
46. TS EN 623-2, "İleri teknoloji seramikleri-monolitik seramikler-genel ve dokusal özellikler-bölüm 2: yoğunluk ve gözeneklilik tayini", *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, 8 (1999).
47. TS ISO 15490, "İleri teknoloji seramikleri-monolitik seramikler-oda sıcaklığında çekme mukavemetinin tayini için deney metodu", *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, 4 (2003).
48. TS ENV 12789 "İleri teknoloji seramikleri-seramik kompozitler-yüksek sıcaklıkta atmosfer başındaki havada mekanik özellikler-eğilme mukavemetinin tayini", *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, 4 (2002).
49. Karataş, Ç. And Sarıtaş, S., "Rheological properties of mixed gas and water atomized stainless steel powder MİM feedstock", *Int J. Powder Metallurgy*, 37(8):39-44 (2001).
50. Palacı, Y., Kayalı, E.S., "Al₂O₃ Esaslı yapısal seramiklerin düşük basınçlı enjeksiyon kalıplama yöntemiyle şekillendirilmesi", *TMMOB Jeoloji Mühendisleri Odası*, 339-344 (2003).

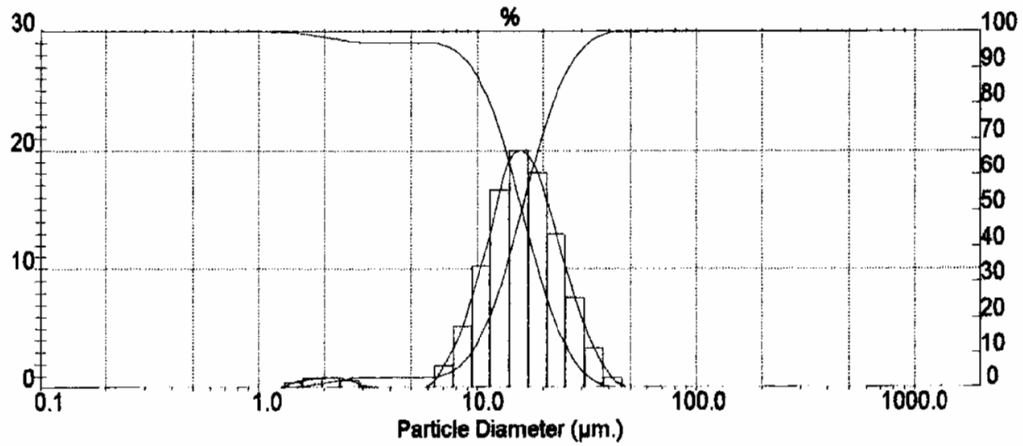
51. Yiğit, İ., "Toz enjeksiyon kalıplama makinalarında enjeksiyon hızı ve kalıp içi basıncı kontrolünün teorik ve deneysel olarak incelenmesi", Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 20 (2000).
52. Karataş, Ç., "Alumina, demir ve kurşunun toz enjeksiyon kalıplama ile basılabilirliğinin araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 36-45 (1992).
53. Sarıdere, M.,N., Birol, B., "Özel aluminalar-2, alüminyum hidroksit ve aktif aluminalar", *Metalurji dergisi*, 144:2-7 (2006).
54. DPT, "Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı: Demirdışı Metaller Sanayi Özel İhtisas Komisyon Raporu.", *DPT. 2537 - ÖİK. 553, Ankara*,10 (2000).

EKLER

EK-1. Alumina tozunu ilk boyut analizi

Presentation: 20HD Polydisperse model	Volume Result	Focus = 300 mm.
Residual = 0.272 %	Concentration = 0.026 %	Obscuration = 14.90 %
d (0.5) = 15.98 μm	d (0.1) = 9.41 μm	d (0.9) = 26.42 μm
D [4, 3] = 16.99 μm	Span = 1.06	Mode = 15.72 μm
Sauter Mean (D[3,2]) = 12.48 μm		Density = 1.00 gm. / c.c.
Specific Surface Area = 0.4807 sq. m. / gm		

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %	Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
0.50	0.09	1.32	0.09	25.46	7.60	31.01	95.80
1.32	0.50	1.60	0.59	31.01	3.38	37.79	99.18
1.60	0.82	1.95	1.41	37.79	0.82	46.03	100.00
1.95	0.92	2.38	2.34	46.03	0.00	56.09	100.00
2.38	0.70	2.90	3.03	56.09	0.00	68.33	100.00
2.90	0.13	3.53	3.17	68.33	0.00	83.26	100.00
3.53	0.00	4.30	3.17	83.26	0.00	101.44	100.00
4.30	0.00	5.24	3.17	101.44	0.00	123.59	100.00
5.24	0.00	6.39	3.17	123.59	0.00	150.57	100.00
6.39	1.90	7.78	5.07	150.57	0.00	183.44	100.00
7.78	5.21	9.48	10.28	183.44	0.00	223.51	100.00
9.48	10.25	11.55	20.53	223.51	0.00	272.31	100.00
11.55	16.66	14.08	37.19	272.31	0.00	331.77	100.00
14.08	20.01	17.15	57.19	331.77	0.00	404.21	100.00
17.15	18.08	20.90	75.27	404.21	0.00	492.47	100.00
20.90	12.93	25.46	88.20	492.47	0.00	600.00	100.00

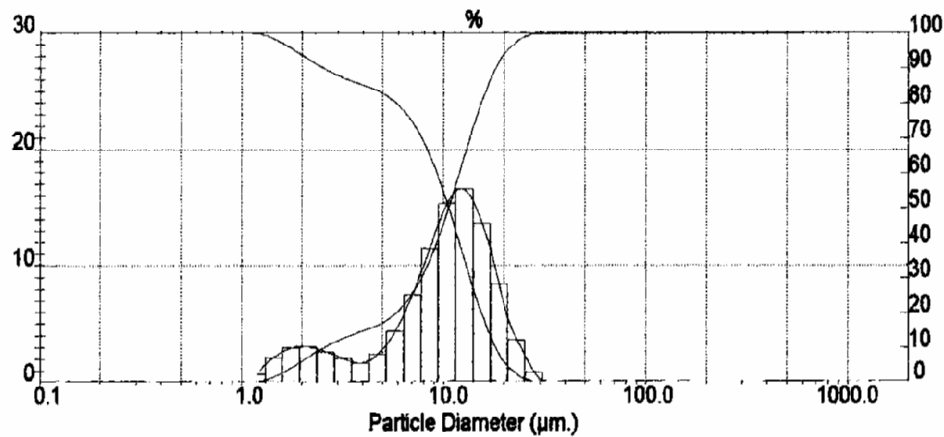


EK-2. Alumina tozunun öğütmeden sonraki boyut analizi

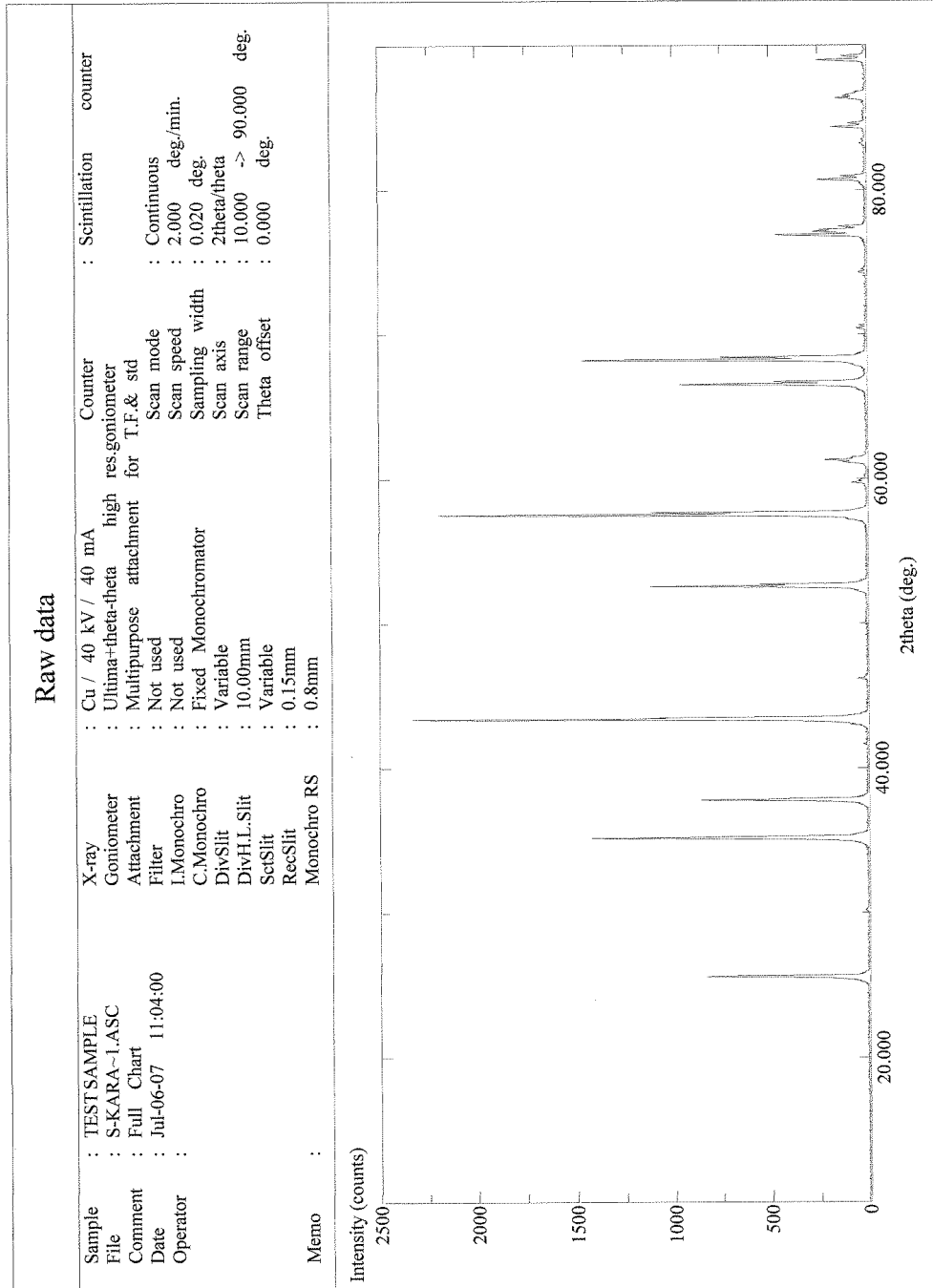
Presentation: 20HD Polydisperse model		Volume Result	Focus = 300 mm.
Residual = 0.332 %		Concentration = 0.029 %	Obscuration = 29.85 %
d (0.5) = 10.66 μm		d (0.1) = 2.56 μm	d (0.9) = 18.13 μm
D [4, 3] = 10.81 μm		Span = 1.46	
Sauter Mean (D[3,2]) = 6.42 μm			Mode = 12.31 μm
Specific Surface Area = 0.9341 sq. m. / gm			Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
0.50	0.73	1.32	0.73
1.32	2.13	1.60	2.86
1.60	2.99	1.95	5.85
1.95	3.11	2.38	8.96
2.38	2.66	2.90	11.62
2.90	2.09	3.53	13.71
3.53	1.68	4.30	15.39
4.30	2.43	5.24	17.83
5.24	4.38	6.39	22.21
6.39	7.54	7.78	29.75
7.78	11.52	9.48	41.27
9.48	15.35	11.55	56.62
11.55	16.65	14.08	73.27
14.08	13.71	17.15	86.98
17.15	8.43	20.90	95.41
20.90	3.67	25.46	99.08

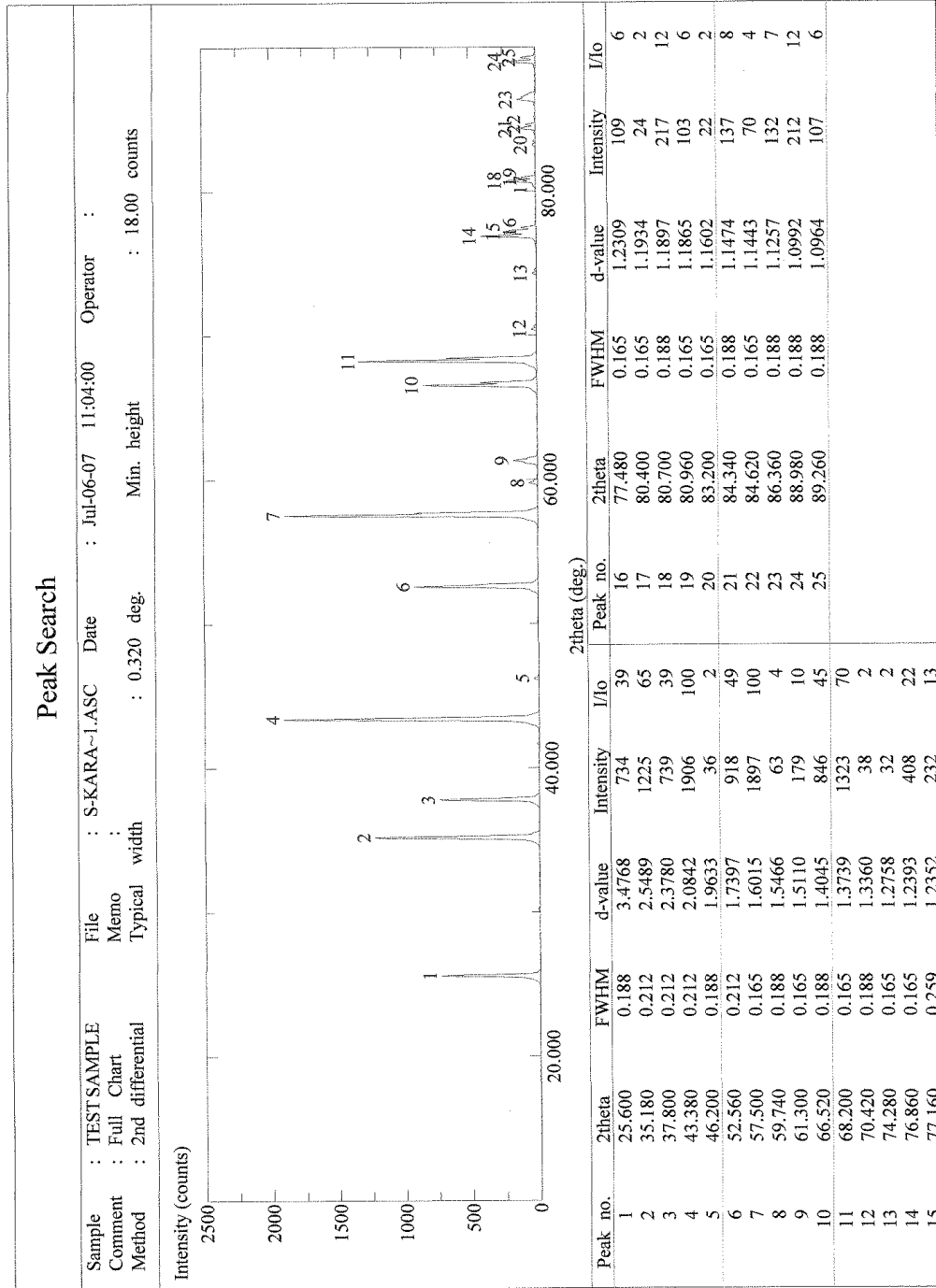
Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
25.46	0.92	31.01	100.00
31.01	0.00	37.79	100.00
37.79	0.00	46.03	100.00
46.03	0.00	56.09	100.00
56.09	0.00	68.33	100.00
68.33	0.00	83.26	100.00
83.26	0.00	101.44	100.00
101.44	0.00	123.59	100.00
123.59	0.00	150.57	100.00
150.57	0.00	183.44	100.00
183.44	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



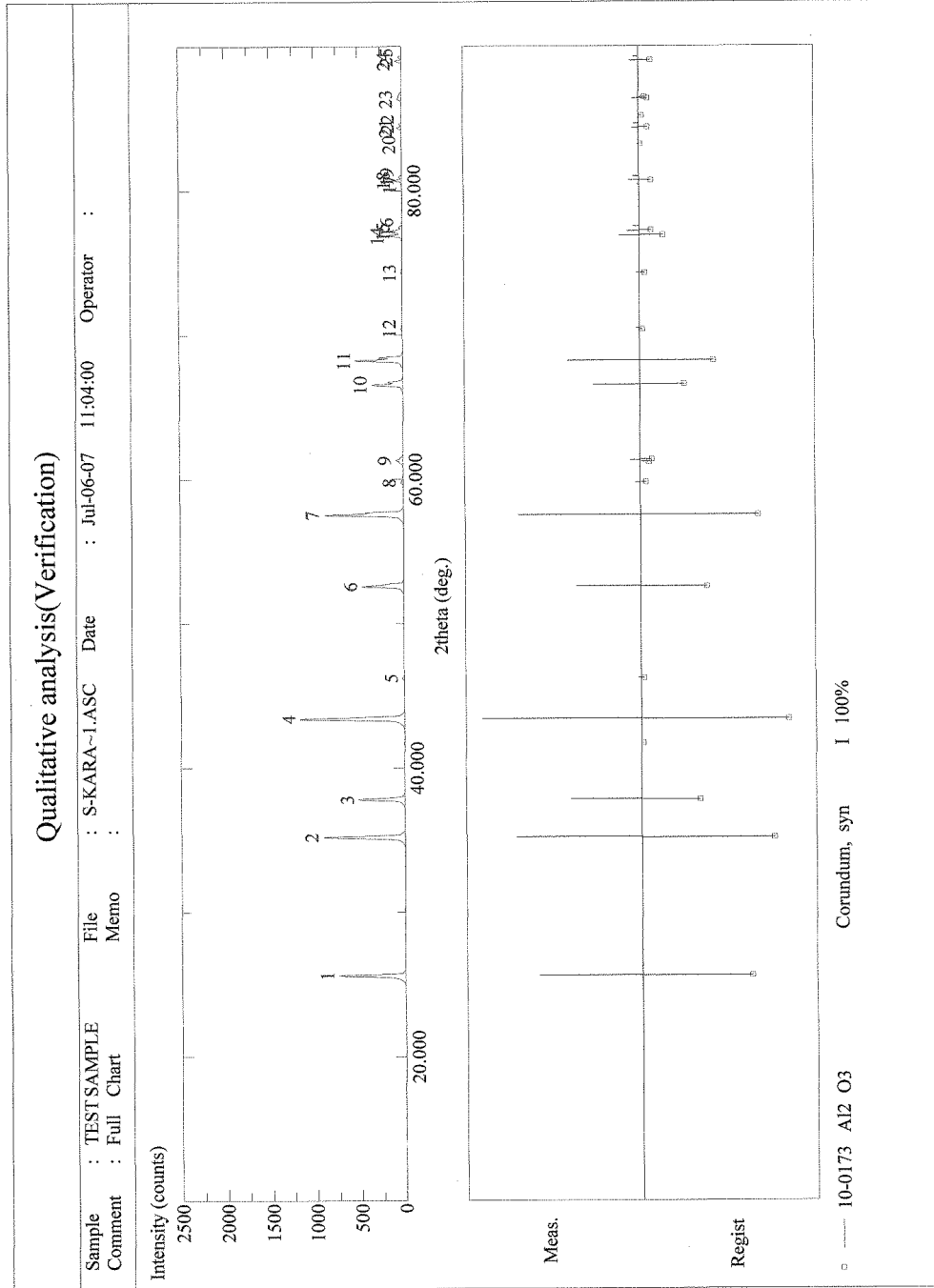
EK-3. X-Ray Diffraction (XRD) sonuçları



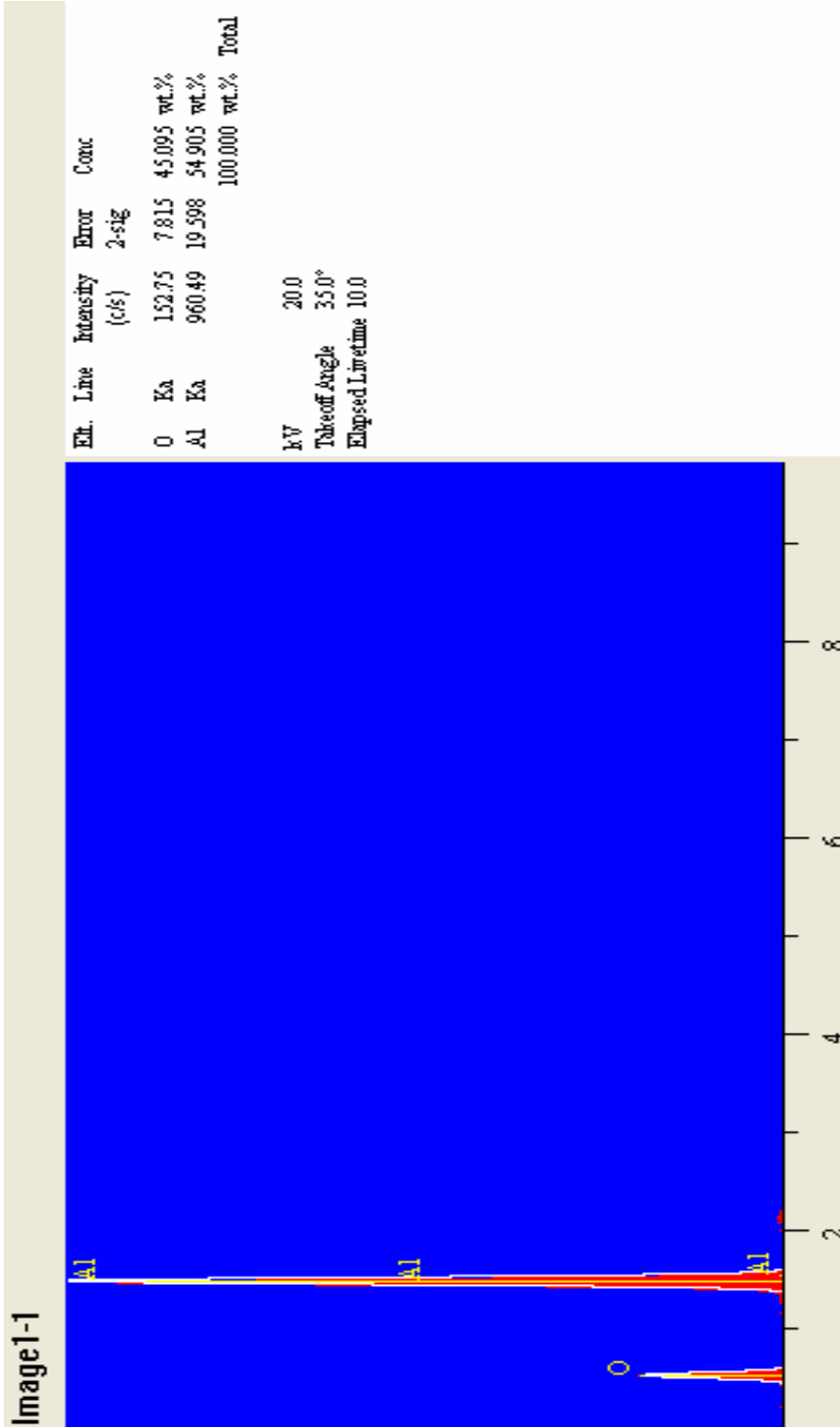
EK-3. (Devam) X-Ray Diffraction (XRD) sonuçları



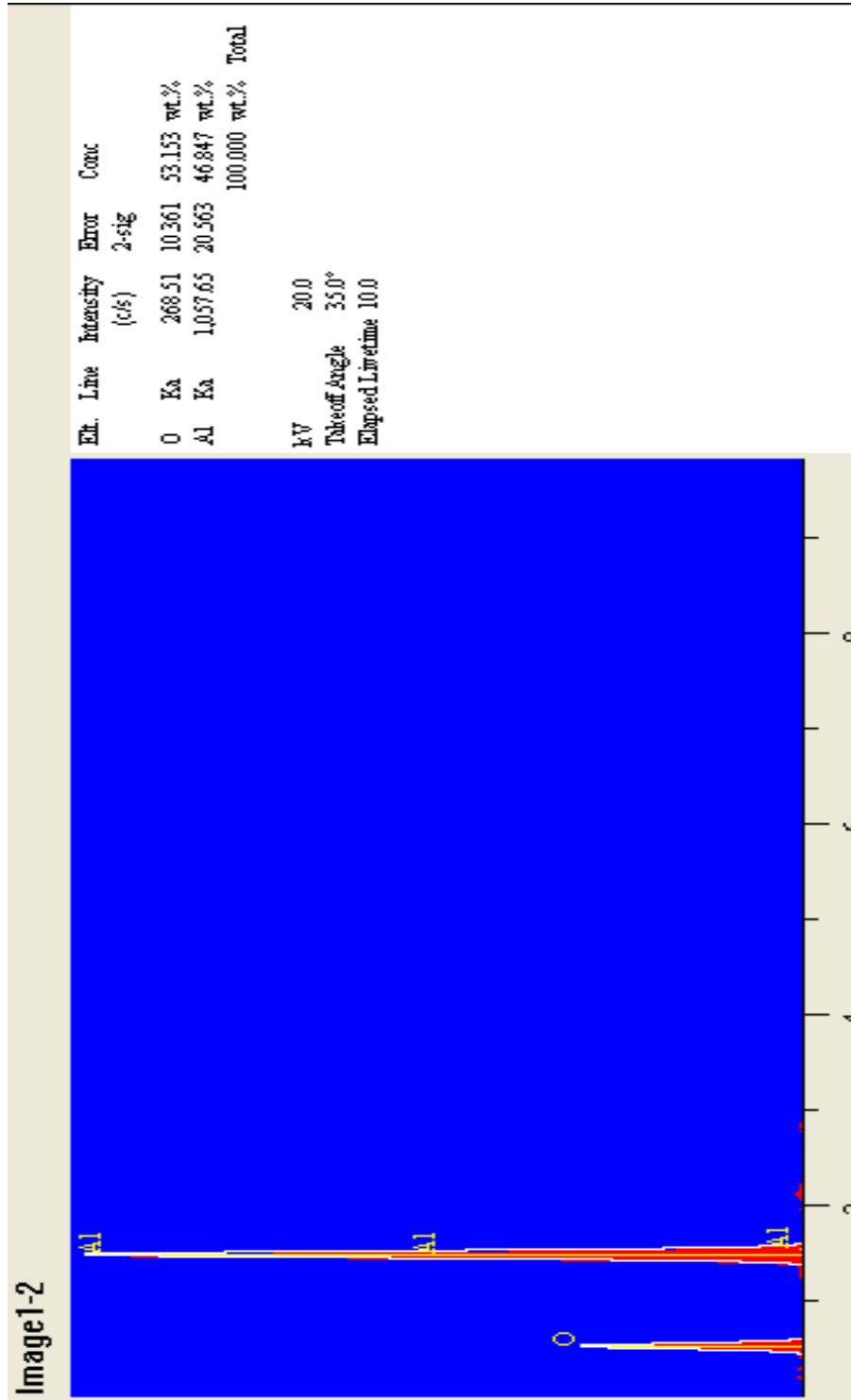
EK-3. (Devam) X-Ray Diffraction (XRD) sonuçları



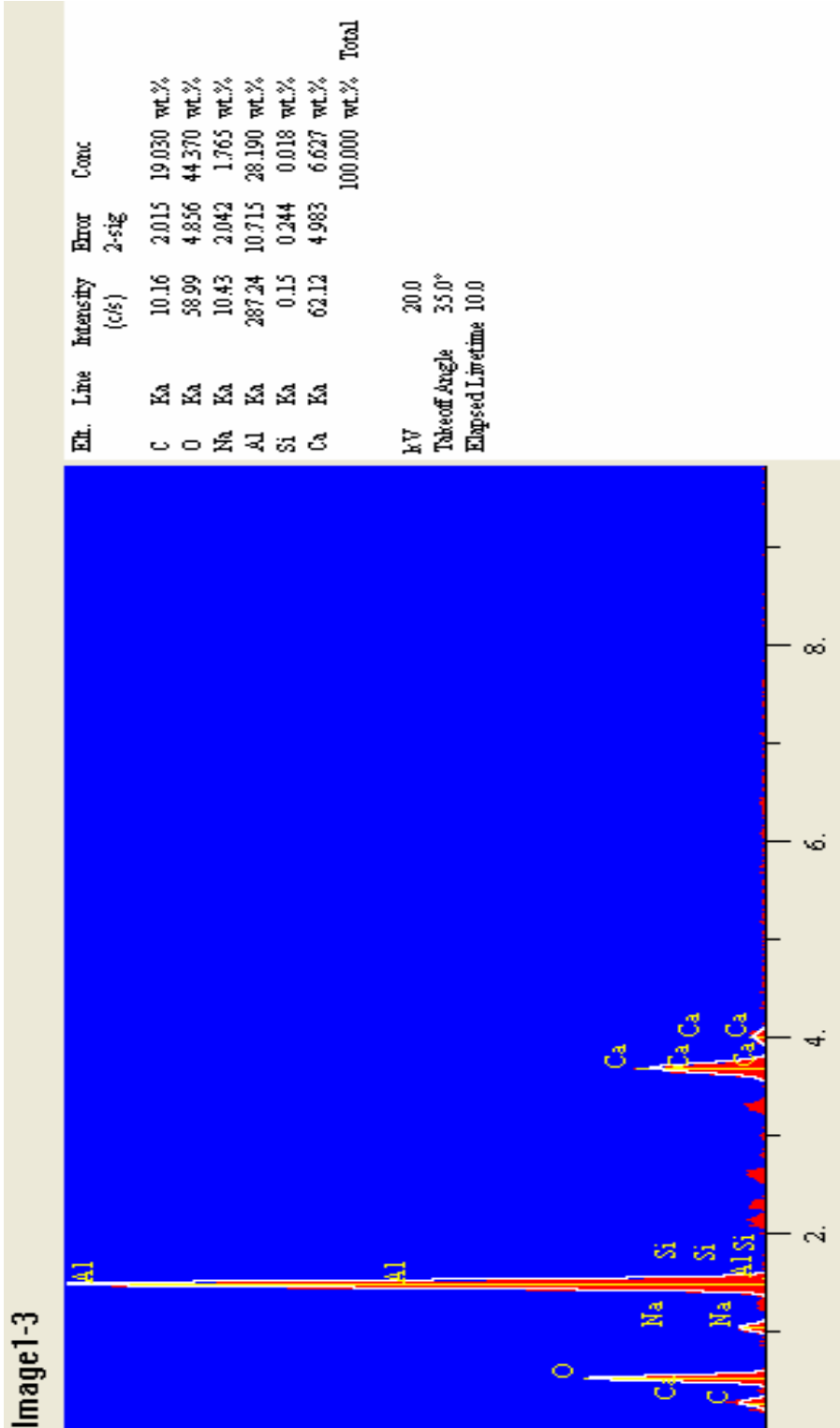
EK-4. Mikroyapı EDX analizi (1 numaralı bölge)



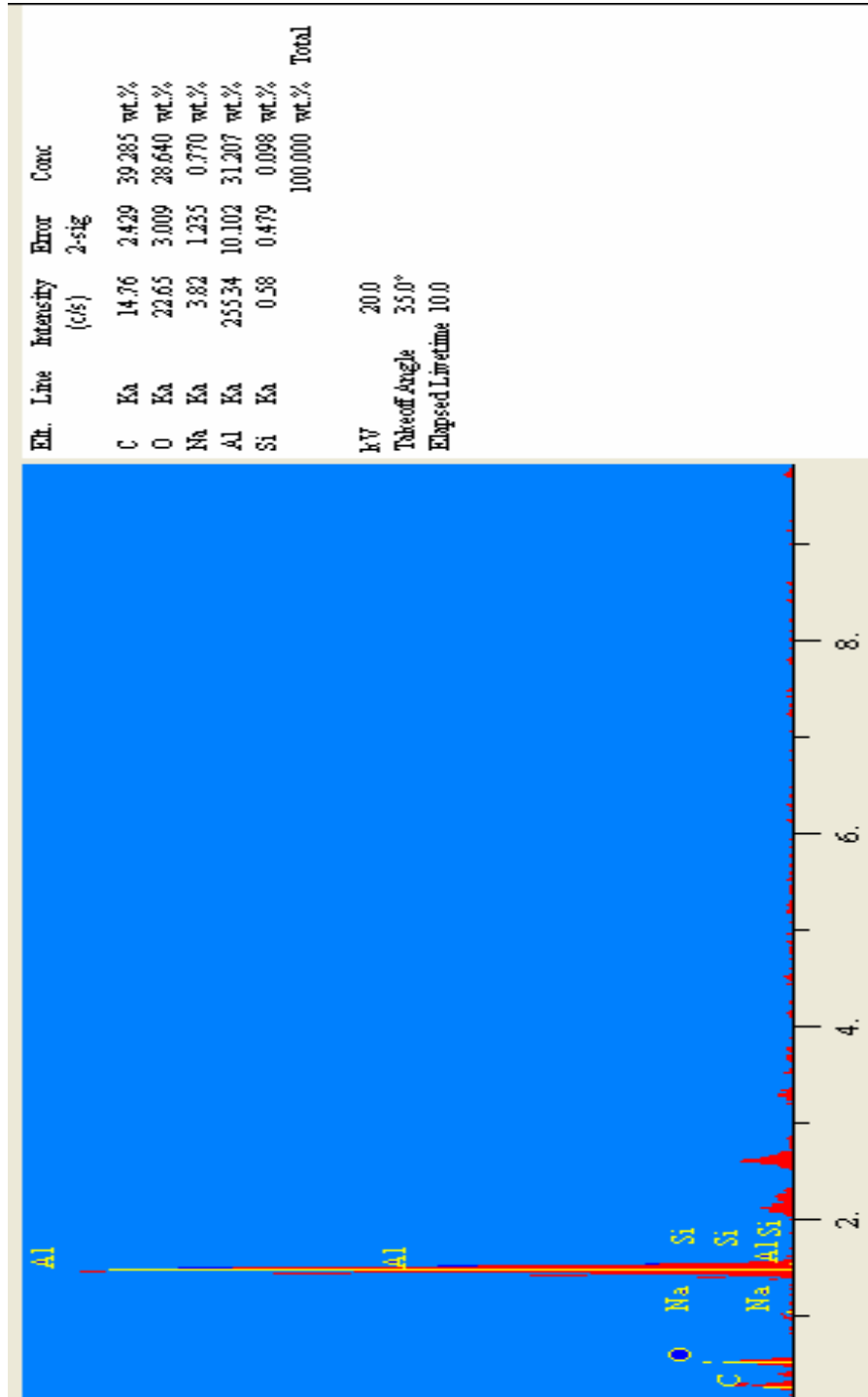
EK-5. Mikroyapı EDX analizi (2 numaralı bölge)



EK-6. Mikroyapı EDX analizi (3 numaralı bölge)



EK-7. Mikroyapı EDX analizi (4 numaralı bölge)



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : YÜCEL, İlyas
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 06.04.1980 BOLU
Medeni hali : Bekar
Telefon : 0 (374) 215 99 61 / 0 535 846 81 94
E-mail : ilyas_yucel@hotmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Lisans	Gazi Üniversitesi/ Makina Müh.Böl.	2004
Lise	Bolu Atatürk Lisesi	1999

Yabancı Dil

İngilizce

Hobiler

İnternet, doğa gezisi, futbol