

**NİKEL ESASLI METAL TOZLARININ ENJEKSİYON
KALIPLANABİLMESİ İÇİN BAĞLAYICI SİSTEMİNİN
GELİŞTİRİLMESİ VE SİNERLENMESİ**

Uğur GÖKMEN

**DOKTORA TEZİ
METAL EĞİTİMİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**OCAK 2014
ANKARA**

Uğur GÖKMEN tarafından hazırlanan NİKEL ESASLI METAL TOZLARININ ENJEKSİYON KALIPLANABİLMESİ İÇİN BAĞLAYICI SİSTEMİNİN GELİŞTİRİLMESİ VE SİNTERLENMESİ adlı bu tezin Doktora tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Mehmet TÜRKER
Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Metal Eğitimi Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Halil ARIK
(Metalurji ve Malzeme Müh., Gazi Üniversitesi)

Prof. Dr. Mehmet TÜRKER
(Metalurji ve Malzeme Müh., Gazi Üniversitesi)

Doç. Dr. Halil İbrahim BAKAN
(Malzeme Enstitüsü, TÜBİTAK, MAM)

Doç. Dr. Çetin KARATAŞ
(İmalat Mühendisliği, Gazi Üniversitesi)

Doç. Dr. Bülent BOSTAN
(Metalurji ve Malzeme Müh., Gazi Üniversitesi)

Tarih: 30/01/2014

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

Prof. Dr. Şeref SAĞIROĞLU
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

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

Uğur GÖKMEN

**NİKEL ESASLI METAL TOZLARININ ENJEKSİYON
KALIPLANABİLMESİ İÇİN BAĞLAYICI SİSTEMİNİN GELİŞTİRİLMESİ
VE SİNERLENMESİ**

(Doktora Tezi)

Uğur GÖKMEN

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Ocak 2014

ÖZET

Yapılan çalışmada, nikel esaslı süperalaşım INCONEL 625 tozu ve farklı bağlayıcı sistemleri kullanılarak hazırlanan besleme stoklarının toz enjeksiyon kalıplama işlemi için uygun reolojik özellikleri tespit edilmiş ve klasik iki farklı bağlayıcının yanı sıra özgün bir bağlayıcı kullanılarak INCONEL 625 tozunun kalıplanabilirliği incelenmiştir. İlk aşamada iki farklı bağlayıcı sistemi (Polietilen glikol/ polipropilen / stearik asit ve parafin wax/ carnauba wax/ polipropilen/ stearik asit) ile farklı oranlarda (hacimce %59-71) toz içeren besleme stokları hazırlanarak reolojik özellikler tespit edilmiştir. Reoloji sonuçlarına paralel olarak özgün bir bağlayıcı sistemi (Polietilen glikol/ parafin wax/ carnauba wax/ polipropilen/ stearik asit) geliştirilmiştir. İkinci aşamada geliştirilen bağlayıcı sistemi ile INCONEL 625 tozu karıştırılarak farklı oranlarda besleme stokları hazırlanmıştır ve kayma hızı, viskozite, akış davranış indeksi ve akış aktivasyon enerjileri belirlenmiştir. Bütün reoloji çalışmaları için, kılcal reometrenin sıcaklıkları 110-200°C arasında, basınç değerleri ise 0,165-2,069 MPa arasında değiştirilmiştir. Geliştirilen bağlayıcı sistemi ve INCONEL 625 tozu ile hazırlanan besleme stokları için ideal toz yükleme oranının %65 olduğu ve bu toz yükleme oranında en uygun akış davranışlarının 160-180°C aralığında olduğu tespit edilmiştir. INCONEL 625 (%65) ve yeni geliştirilen bağlayıcı sistemi (%35) karıştırılarak hazırlanan besleme stokları çekme numunesi olarak kalıplanmıştır. Kalıplama işlemi

sonrası numuneler çözücü içerisinde (heptan) ve ısı olarak bağlayıcı giderme işlemlerine tabi tutulmuştur. Bağlayıcı giderilmiş numuneler yüksek saflığa sahip argon atmosferinde 1250, 1270, 1290, 1300 ve 1310°C (1 saat) sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Maksimum teorik yoğunluğa (%98) 1290 ve 1300°C sıcaklıklarda yapılan işlemlerde ulaşılmıştır. Sinterleme işlemi sonrası çekme deneyleri yapılmıştır, çekme dayanımı ve % uzama değerleri tespit edilmiştir.

Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde oluşabilecek fazları ve kafes parametrelerini tespit etmek amacıyla XRD analizleri yapılmıştır. SEM ve optik mikroskop kullanılarak sinterlenmiş numunelerin mikroyapısal değişimleri incelenmiştir. EDS yardımı ile element analizleri yapılmış ve yapısal farklılıklar incelenmiştir.

Bilim Kodu : 710.1.092
Anahtar Kelimeler : Toz enjeksiyon kalıplama, Süperalaşım, Reoloji
Sayfa Adedi : 205
Tez Yöneticisi : Prof. Dr. Mehmet TÜRKER

**DEVELOPING AND SINTERING OF BINDER SYSTEM FOR NICKEL
BASE METAL POWDERS FOR INJECTION MOLDING**

(Ph.D. Thesis)

Uğur GÖKMEN

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

January 2014

ABSTRACT

In the study, the suitable rheological properties for powder injection molding process of feedstocks which have been prepared by using nickel based superalloy INCONEL 625 and different binder systems have been identified and also, the moldability of INCONEL 625 powder has been examined by using a unique binder in addition to two different classical binders. In the first stage, the rheological properties have been determined by preparing two different binders system (Polyethylene glycol / polypropylene/ stearic acid and paraffin wax/ carnauba wax/ polypropylene/ stearic acid) and feedstocks containing different proportions (59 to 71% by volume) of powder. A unique binder system (Polyethylene glycol / paraffin wax/ carnauba wax/ polypropylene/ stearic acid) has been developed in parallel to the results of rheology. In the second step, the feedstocks in different proportions have been prepared by mixing INCONEL 625 powder with the developed binder system and shear rate, viscosity, flow behavior index and the flow activation energy have been determined. For all rheology studies, the capillary rheometer temperatures have been changed between 110-200°C, while the pressure values have been changed from 0.165 to 2.069 MPa. It has been determined that the ideal powder loading ratio for the feedstocks prepared by the developed binder system and INCONEL 625 powder is %65 and the optimal flow behaviors in the powder loading ratio is in the range of 160-180°C. The feedstocks prepared by mixing INCONEL 625 (65%) and recently developed system binder (35%), have been molded as tensile

samples. After the molding process the samples were subjected to thermal debinding, in solvent (heptane). Debinded samples have been sintered under an argon atmosphere with high purity at 1250, 1270, 1290, 1300 and 1310°C temperatures for 1h. The maximum theoretical density (98%) has been reached at the operations conducted at 1290 and 1300°C temperatures. Tensile tests have been performed after the sintering process, tensile strength and elongation % values have been determined.

XRD analyses have been carried out to determine to lattice parameters and phases that may occur in the samples which were sintered at different temperatures. Microstructural changes of sintered samples have been examined by using SEM and optical microscopy. Elemental analyses have been performed by means of EDS and structural differences were examined.

Science Code : 710.1.092
Keywords : Powder injection moulding, Superalloys, Rheology
Page Number : 205
Supervisor : Prof. Dr. Mehmet TÜRKER

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım süresince çok kıymetli vaktini ayırıp yardım ve katkılarını esirgemeyen danışmanım sayın Prof. Dr. Mehmet TÜRKER'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez izleme komitesi toplantılarındaki katkı ve değerlendirmelerinden dolayı tez izleme komitesi üyeleri Prof. Dr. Halil ARIK ve Doç. Dr. Halil İbrahim BAKAN'a teşekkür ederim.

Çalışmalarım esnasındaki yardımlarından dolayı Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU'ya, Doç. Dr. Şükrü ÇAVDAR'a, Doç. Dr. Haluk KORALAY'a, Doç. Dr. Bülent BOSTAN'a, Doç. Dr. Ahmet GÜRAL'a, Doç. Dr. Özcan YALÇINKAYA'ya, Doç. Dr. Çetin KARATAŞ'a, Yrd. Doç. Dr. Volkan Kılıçlı'ya, Yrd. Doç. Dr. Hanifi ÇİNİCİ'ye, Öğr. Gör. Arif UZUN'a, Öğr. Gör. Mehmet SUBAŞI'na, Öğr. Gör. Sinan AKSÖZ'e, Hakan GÖKMEŞE'ye ve Aslıhan ŞENZEYBEK'e ayrı ayrı teşekkürü ederim. Manevi desteklerini her zaman yanımda hissettiğim sevgili aileme teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca tezimi 07/2011-57 kod ve "Nikel esaslı metal tozlarının toz enjeksiyon kalıplanabilmesi için bağlayıcı sisteminin geliştirilmesi ve sinterlenmesi" konulu projeye desteklediği için Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım boyunca yalnız bıraktığım eşime ve oğlum Muhammed Akın GÖKMEN'e ithaf ediyorum.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xiv
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xxi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xxii
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR TARAMASI.....	4
3. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA.....	20
3.1. TEK İşleminde Karşılaşılan Sınırlamalar ve Avantajlar.....	27
3.2. Besleme Stoğu Hazırlama (Karıştırma) ve Granülleme İşlemi.....	32
3.2.1. TEK işleminde kullanılan tozların özellikleri.....	33
3.2.2. TEK işleminde kullanılan bağlayıcıların özellikleri.....	37
3.2.3. Reoloji ve akış davranışları.....	41
3.3. Toz Enjeksiyon Kalıplama.....	49
3.4. Kalıplanmış Numunelerden Bağlayıcı Giderme.....	51
3.5. Kalıplanmış Numunelerin Sinterlenmesi.....	54
4. SÜPERALAŞIMLAR VE UYGULAMA ALANLARI.....	63
4.1. Süperalaşımların Sınıflandırılması.....	67
4.1.1. Demir esaslı süperalaşımlar.....	68

	Sayfa
4.1.2. Kobalt esaslı süperalaşımalar.....	69
4.1.3. Nikel esaslı süperalaşımalar.....	70
4.2. Süperalaşım 625	77
4.3. Süperalaşımın Uygulama Alanları.....	81
5. MALZEME VE YÖNTEM.....	86
5.1. Malzeme.....	86
5.1.1. Metal Tozu.....	86
5.1.2. Bağlayıcı Bileşenleri ve Özellikleri.....	86
5.2. Toz Boyut Analizi.....	88
5.3. Karıştırma ve Besleme Stoğu Hazırlama.....	89
5.4. Reoloji Deneyleri.....	90
5.5. Enjeksiyon Kalıplama işlemi.....	93
5.6. Besleme Stokları İçerisinden Bağlayıcı Giderme.....	94
5.7. Sinterleme.....	96
5.8. Sinterlenmiş Numunelerin Yoğunluk ve Boyutsal Çekme Hesabı.....	97
5.9. Mikro Yapısal İncelemeler.....	98
5.9.1. Optik mikroskop çalışmaları.....	98
5.9.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve (EDS).....	98
5.10. Termal Analizler (DTA – TG).....	98
5.11. X – Işınları Dağılımı Analizi (XRD).....	99
5.12. Sertlik Deneyleri.....	99
5.13. Çekme Deneyleri.....	99
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	100

	Sayfa
6.1. Toz Boyut Analizi.....	100
6.2. K1, K2 ve K3 İle Besleme Stoğu Hazırlama.....	101
6.3. DTA ve TG analizleri	103
6.4. Farklı Besleme Stokları İçin Reoloji Sonuçları.....	107
6.4.1. INCONEL 625 + K1 ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özellikleri.....	107
6.4.2. INCONEL 625 + K2 ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özellikleri.....	111
6.4.3. INCONEL 625 + K3 ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özellikleri.....	119
6.4.4. INCONEL 625 + K3 besleme stoklarının akış davranış indeksi değerleri.....	124
6.4.5. INCONEL 625 + K3 besleme stoklarının akış aktivasyon enerjisi değerleri.....	127
6.4.6. INCONEL 625 ve K1, K2, K3 sistemleri ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özelliklerinin karşılaştırılması.....	130
6.5. Enjeksiyon Kalıplama.....	133
6.6. Bağlayıcı Giderme.....	135
6.7. Yoğunluk ve % Boyutsal Çekme Değişimleri.....	139
6.8. X – Işınları Dağılımı Analizi (XRD)	143
6.9. Mikroyapısal Değerlendirmeler	148
6.9.1. Optik Mikroskop İncelemeleri.....	148
6.9.2. SEM ve EDX İncelemeleri.....	153
6.10. Kalıplanmış Numunelerin Mikro Sertlik Değişimleri.....	170
6.11. Kalıplanmış Numunelerin Çekme Deneyi Sonuçları.....	173
6.12. Çekme Deneyi Yapılmış Numunelerin Kırık Yüzey İncelemeleri.....	179

	Sayfa
7. SONUÇLAR.....	184
KAYNAKLAR.....	187
ÖZGEÇMİŞ.....	203

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. TEK uygulama alanları.....	24
Çizelge 3.2. Tozların özellikleri ve TEK'e etkileri.....	36
Çizelge 3.3. TEK işlemi için bağlayıcı nitelikleri.....	41
Çizelge 3.4. %60 katı yükleme oranında, 5 µm partükül boyutunda, 10 mm kesit kalınlığında numunelerin, bağlayıcı giderme tekniklerinin ve zamanlarının mukayese edilmesi.....	54
Çizelge 3.5. Taşıma mekanizmaları.....	56
Çizelge 4.1. Süperalaşım Üzerine Elementlerin Etkisi.....	65
Çizelge 4.2. Süperalaşım içinde gözlemlenen başlıca bileşenler.....	74
Çizelge 4.3. Inconel 625 alaşımının tipik kompozisyonu.....	78
Çizelge 5.1. Ön alaşımlı INCONEL 625 süperalaşım tozunun kimyasal bileşimi.....	86
Çizelge 5.2. PEG esaslı bağlayıcı sistemi.....	87
Çizelge 5.3. Parafin Wax esaslı bağlayıcı sistemi.....	87
Çizelge 5.4. Özgün bağlayıcı sistemi.....	87
Çizelge 6.1. INCONEL 625 süperalaşım tozunun $D_{(10)}$, $D_{(50)}$ ve $D_{(90)}$ değerleri.....	100
Çizelge 6.2. Besleme stoku içerisinde bulunan toz miktarları ve bağlayıcı sistemleri.....	102
Çizelge 6.3. Akış davranış indeksi değerleri.....	127
Çizelge 6.4. Sinterleme Sıcaklığına bağlı olarak kafes parametresi değişimi.....	146
Çizelge 6.5. Döküm, Dövme ve ısıl işlem görmüş TEK 625 malzemenin özelliklerinin karşılaştırılması.....	175

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. Toz enjeksiyon kalıplama işlem basamakları.....	21
Şekil 3.2. Herhangi bir uygulama için TEK yönteminin seçilmesinde etkili beş faktör.....	22
Şekil 3.3. Hassas ve karmaşık şekilli mini boyutlu TEK parçalar.....	23
Şekil 3.4. TEK yöntemiyle üretilmiş özel parçalar.....	23
Şekil 3.5. TEK ve MEK için dünya çapındaki yıllık satışlar.....	24
Şekil 3.6. Kuzey Amerika TEK ürünlerin piyasa dağılımı.....	25
Şekil 3.7. Kuzey Amerika TEK ürünlerin ağırlıkça alalım dağılımı.....	26
Şekil 3.8. Japonya TEK piyasası, ürün satış değerleri.....	26
Şekil 3.9. Standart Çin TEK malzemeler.....	27
Şekil 3.10. Başlıca Çin TEK piyasası.....	27
Şekil 3.11. TEK işleminde bazı sınırlamaların şematik gösterimi.....	28
Şekil 3.12. Yerçekimin sinterleme süresince etkisi.....	29
Şekil 3.13. TEK ve diğer üretim süreçlerinin karşılaştırılması.....	30
Şekil 3.14. Dört ana bölüm altında TEK işleminin akış şeması; besleme stoğu hazırlama, kalıplama, bağlayıcı uçurma ve yoğunluk kazandırma.....	31
Şekil 3.15. Homojen ve homojen olmayan karışımın kayma hız-viskozite değişimi.....	33
Şekil 3.16. Olası parçacık şekilleri ve önerilen niteliksel tanımlayıcılar.....	35
Şekil 3.17. Toz-Bağlayıcı karışımı içerisinde üç olası durum.....	37
Şekil 3.18. Kaymanın şematik gösterimi.....	43
Şekil 3.19. Farklı akış tipleri için kayma hızı – kayma gerilmesi eğrileri.....	44
Şekil 3.20. Kılcal reometrenin şematik diyagramı.....	46

Şekil	Sayfa
Şekil 3.21. Çeşitli tozlar için katı yüklemenin kritik yüklemeye oranı ile karışımın viskozitesinin bağlayıcının viskozitesine oranının, 100 s^{-1} kayma hızında gösterdiği değişim.....	48
Şekil 3.22. Wax-Polimer bağlayıcı içerisinde küresel şekilli tozun, yükleme miktarı - yoğunluk değişimi.....	49
Şekil 3.23. Bir enjeksiyon kalıplama makinesinin kesiti.....	50
Şekil 3.24. TEK işlemi.....	51
Şekil 3.25. Çeşitli ayrıştırma teknikleri.....	52
Şekil 3.26. Frenkel modeli.....	55
Şekil 3.27. Sinterleme sırasında oluşmuş boyun bölgesinin SEM görüntüsü.....	56
Şekil 3.28. Sinterleme esnasında parçacıklar arası temas.....	57
Şekil 3.29. Parçacıkların nokta temasından başlayarak sinterleme sırasındaki gözenek yapı değişimlerinin şematik gösterimi.....	58
Şekil 3.30. Sıvı faz sinterlemede katı tanelerin sıvı ile ıslatılması.....	59
Şekil 3.31. Sıvı faz sinterlemenin kavramsal aşamaları.....	60
Şekil 3.32. İdeal sinterlemede büzülme.....	62
Şekil 3.33. Küresel iki parçanın sinterlenmesi ve %20 çekme.....	62
Şekil 4.1. Periyodik tablo üzerinde elementlerin süperalaşımlardaki işlevleri.....	64
Şekil 4.2. Süperalaşım mikroyapısı ve alaşım elementleri etkisi.....	66
Şekil 4.3. Nikel esaslı süperalaşımlarda krom içeriğinin mikroyapıya etkileri.....	67
Şekil 4.4. Nikel ve nikel bazlı bir süperalaşımın kristal kafes yapısı.....	72
Şekil 4.5. 1280°C de IN 718 içerisinde çökelmiş fazların SEM görüntüsü.....	76
Şekil 4.6. INCONEL 625 alaşımının oda sıcaklığındaki akma dayanımı üzerine tavlama ve yaşlandırmanın etkisi.....	79
Şekil 4.7. Alaşım 625 in kopma mukavemeti üzerine Ni etkisi.....	79

Şekil	Sayfa
Şekil 4.8. Mo, Cr ve Nb'un IN 625 alaşımına etkileri.....	80
Şekil 4.9. Alaşım 625 in türevleri.....	81
Şekil 4.10. Bir gaz türbini içerisinde kullanılan malzemelerin gelişimi.....	82
Şekil 4.11. Nikel Esaslı Süperalaşımın Etkin Olarak Kullanıldığı Gaz Türbin.....	84
Şekil 4.12. Bilgisayarla Simule Edilmiş Bir Uçak Motoru ve Önemli Bölümleri.....	84
Şekil 4.13. Nikel alaşımının uçak motorunda kullanıldığı bölgeler.....	85
Şekil 5.1. Isıl bağlayıcı giderme döngüsü.....	95
Şekil 5.2. %65 INCONEL 625 + %35 K3 içeren besleme stokunun TG ve DTA analizleri.....	96
Şekil 6.1. INCONEL 625 süperalaşım tozunun boyut dağılım grafiği.....	100
Şekil 6.2. K1 bağlayıcı kürünün TG ve DTA grafiği.....	104
Şekil 6.3. K2 bağlayıcı kürünün TG ve DTA grafiği.....	104
Şekil 6.4. K3 bağlayıcı kürünün TG ve DTA grafiği.....	105
Şekil 6.5. K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürlerine ait TG eğrileri.....	106
Şekil 6.6. K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürlerine ait DTA eğrileri.....	106
Şekil 6.7. K1 bağlayıcı kürü ve hacimce %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	108
Şekil 6.8. K1 bağlayıcı kürü ve hacimce %61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	110
Şekil 6.9. K1 bağlayıcı kürü ve hacimce %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	110
Şekil 6.10. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	112
Şekil 6.11. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	113

Şekil	Sayfa
Şekil 6.12. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	114
Şekil 6.13. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %65 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	115
Şekil 6.14. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %67 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	116
Şekil 6.15. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %69 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	117
Şekil 6.16. K2 bağlayıcı kürü ve hacimce %71 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	117
Şekil 6.17. K3 bağlayıcı kürü ve hacimce %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	120
Şekil 6.18. K3 bağlayıcı kürü ve hacimce %61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	120
Şekil 6.19. K3 bağlayıcı kürü ve hacimce %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	121
Şekil 6.20. K3 bağlayıcı kürü ve hacimce %65 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri.....	121
Şekil 6.21. %59 toz + K3 içeren besleme stoku için Log(Kayma Hızı)-Log(Kayma Gerilmesi) Grafiği ve “n” değerleri	125
Şekil 6.22. %61 toz + K3 içeren besleme stoku için Log(Kayma Hızı)-Log(Kayma Gerilmesi) Grafiği ve “n” değerleri....	125
Şekil 6.23. %63 toz + K3 içeren besleme stoku için Log(Kayma Hızı)-Log(Kayma Gerilmesi) Grafiği ve “n” değerleri.....	126
Şekil 6.24. %65 toz + K3 içeren besleme stoku için Log(Kayma Hızı)-Log(Kayma Gerilmesi) Grafiği ve “n” değerleri....	126
Şekil 6.25. % 59 toz yükleme oranı için Log viskozite-1/T değişimi ve Ea değeri.....	129
Şekil 6.26. % 61 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri.....	129

Şekil	Sayfa
Şekil 6.27. % 63 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri.....	130
Şekil 6.28. % 65 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri.....	130
Şekil 6.29. INCONEL 625 tozu ve K1, K2, K3 kürlere ait viskozite-sıcaklık değişimi.....	131
Şekil 6.30. INCONEL 625 tozu ve K1, K2, K3 kürlere ait viskozite-kayma hızı değişimi.....	132
Şekil 6.31. Çekme numunesinin ham yoğunluktaki ölçüleri	133
Şekil 6.32. Bağlayıcı giderme (%65 toz + K3).....	137
Şekil 6.33. Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	140
Şekil 6.34. Sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi.....	141
Şekil 6.35. Sinterlenmiş numunelere ait XRD görüntüleri.....	144
Şekil 6.36. Sinterleme işlemi sonrası parlatılmış INCONEL 625 numunelerin optik mikroskop görüntüleri.....	149
Şekil 6.37. 1250°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü.....	150
Şekil 6.38. 1270°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü.....	151
Şekil 6.39. 1290°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü.....	151
Şekil 6.40. 1300°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü.....	152
Şekil 6.41. 1310°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü.....	152
Şekil 6.42. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü.....	154
Şekil 6.43. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü (X2000).....	155
Şekil 6.44. 1290°C sinterlenmiş numuneye ait genel EDX analizi.....	156
Şekil 6.45. Noktasal EDX analizi için alınmış SEM görüntüsü.....	158
Şekil 6.46. 1290°C sinterlenmiş numuneye ait noktasal EDX analizi.....	158

Şekil	Sayfa
Şekil 6.47. 1290°C de sinterlenmiş numunenin elementel analiz haritası.....	159
Şekil 6.48. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü.....	160
Şekil 6.49. Noktasal EDX analizi için alınmış SEM görüntüsü.....	161
Şekil 6.50. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait 4 farklı noktadan alınmış EDX analizleri ; a) 1 numaralı nokta b) 2 numaralı nokta c) 3 numaralı nokta d) 4 numaralı nokta.....	162
Şekil 6.51. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüleri.....	163
Şekil 6.52. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş Şekil 6.51 b' de verilen SEM görüntüsüne ait 4 farklı noktadan alınmış EDX analizleri; a) 1 numaralı nokta b) 2 numaralı nokta c) 3 numaralı nokta d) 4 numaralı nokta.....	164
Şekil 6.53. 1300°C de sinterlenmiş numunenin elementel analiz haritası.....	166
Şekil 6.54. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüleri.....	167
Şekil 6.55. 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş Şekil 6.54'de verilen SEM görüntüsüne ait 3 farklı noktadan alınmış EDX analizleri; a) 1 numaralı nokta b) 2 numaralı nokta c) 3 numaralı nokta.....	169
Şekil 6.56. Sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimi.....	170
Şekil 6.57. Farklı sinterleme sıcaklıklarında sinterleme süresine bağlı sertlik değişimi.....	172
Şekil 6.58. 1270°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi.....	174
Şekil 6.59. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi.....	175
Şekil 6.60. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi.....	176
Şekil 6.61. 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi.....	177

Şekil	Sayfa
Şekil 6.62. Sabit sıcaklıkta farklı sürelerde sinterlenmiş numunelerin çekme eğrileri.....	178
Şekil 6.63. 1270°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey; a) X500 büyütme b) X100 büyütme.....	180
Şekil 6.64. 1290°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey; a) X500 büyütme b) X1000 büyütme.....	180
Şekil 6.65. 1300°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey; a) X500 büyütme b) X1000 büyütme.....	181
Şekil 6.66. 1310°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey; a) X500 büyütme b) X1000 büyütme.....	181
Şekil 6.67. 1290°C'de sinterlenmiş numuneye ait partikül analizi.....	183
Şekil 6.68. 1300°C'de sinterlenmiş numuneye ait partikül analizi.....	183
Şekil 6.69. 1310°C'de sinterlenmiş numuneye ait partikül analizi.....	183

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 5.1. Ön alaşım INCONEL 625 süperalaşım tozunun SEM görüntüsü.....	87
Resim 5.2. Turbula marka T2F tipi üç boyutlu karıştırıcı.....	90
Resim 5.3. Sıcak karıştırma işlemi; a) Sıcak karıştırma sistemi b) Granül besleme stokları.....	90
Resim 5.4. Ergime Akış İndeks Cihazı.....	91
Resim 5.5. Laboratuvar tipi enjeksiyon kalıplama cihazı.....	93
Resim 5.6. TEK numunelerin sertlik ölçülen bölgeleri.....	99
Resim 6.1. 170°C sıcaklıkta kalıplanmış numuneye ait eksik dolun görüntüsü.....	134
Resim 6.2. Kalıplama işlemi sonrası çapak oluşumu.....	135
Resim 6.3. Tam dolun elde edilmiş numuneler.....	135
Resim 6.4. Bağlayıcı giderme işleminin numune üzerine etkisi.....	138
Resim 6.5. TEK çekme numunesi; a) Kalıplanmış (ham) b) Sinterlenmiş	143

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simgeler	Açıklama
d	Yoğunluk
D	Toz boyutu
Ea	Akış aktivasyon enerjisi
n	Akış davranış indeksi
η	Viskozite
γ	Kayma hızı
τ	Kayma gerilmesi
μm	Mikrometre
Pa.s	Pascal.saniye
Kısaltmalar	Açıklamalar
EDS	Enerji Dağılımlı X-ışını Spektrometresi
EVA	Etilen vinil asetat
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
DYPE	Düşük Yoğunluklu Polietilen
MEK	Metal Enjeksiyon Kalıplama
PW	Parafin wax
PE	Polietilen
PEG	Polietilen glikol
PEK	Plastik Enjeksiyon Kalıplama
PS	Polisitren
PMMA	Polimetilmetakrilak
PP	Polipropilen
SA	Stearik asit
SEK	Seramik Enjeksiyon Kalıplama

Kısaltmalar	Açıklamalar
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
TEK	Toz Enjeksiyon Kalıplama
TG	Termogravimetri
YYPE	Yüksek Yoğunluklu Polietilen
XRD	X - Işınları Dağılımı Analizi

1. GİRİŞ

Malzeme bilimi ve teknolojisindeki ilerlemelere paralel olarak alternatif imalat yöntemleri geliştirilmektedir. Teknolojik gelişmelere bağlı olarak seri üretim ve ekonomi, imalat sektöründe yaygın olarak aranılan nitelikler olmaya başlamıştır. Toz enjeksiyon kalıplama (TEK) özellikle yüksek boyutsal hassasiyet gerektiren, karmaşık şekilli metalik parçaların üretiminde hassas döküme alternatif olarak geliştirilmiş günümüzde uygulama alanı hızla genişleyen bir imalat yöntemidir.

Toz enjeksiyon kalıplama toz metalurjisi bileşenlerin üretimi için alternatif bir işlemdir. TEK teknolojisi küçük karmaşık, net şekle yakın parçaların üretiminde karlı bir yol olduğu için plastik enjeksiyon işleminden esinlenmiştir [Contreras ve ark., 2010, Shengen ve ark., 2006, Ye ve ark., 2008]. TEK yöntemi yüksek şekil karmaşıklığına sahip parçaları elde etme becerisi sunmaktadır [German, 1990, German ve Bose, 1997]. Son yıllarda işlenmesi sıkıntılı ve maliyetli malzemelerin seri olarak üretimine imkân sağlamasıyla araştırmacıların yoğun ilgisine mazhar olmaktadır. Özellikle şekillendirilmesi problemlili ve pahalı paslanmaz çelikler, titanyum alaşımları ve Ni esaslı süperalaşım tozları gibi imal edilmesi ve endüstriye uygun ürünler haline getirilmesi sıkıntılı malzemelerin pazar payını artırmada etkili bir yöntem olarak dikkat çekmektedir [Davies ve ark., 2004, Pawade ve ark., 2007, Zhang ve ark., 2009, Motorcu, 2010].

Bu teknoloji her yıl sayıları gittikçe artan birçok seramik ve metalik mühendislik malzemesine son yirmi yılda başarılı bir şekilde uygulanmıştır. Bu malzemeler arasında nikel esaslı süper alaşımların TEK tekniğiyle üretildiğinde döküm gibi diğer teknikler ile karşılaştırıldığı zaman maliyet tasarrufu sağlayabileceği görülmektedir [Contreras ve ark., 2010]. Süperalaşımlar; genellikle yüksek sıcaklıklarda kullanılmak için geliştirilen alaşım türleridir. Bu alaşımlar genellikle demir, nikel, kobalt ve krom'un farklı kombinasyonlarda bir araya getirilmesiyle üretilmektedir. Süperalaşımlar genel olarak üç ana gruba ayrılır; demir esaslı süperalaşımlar, kobalt esaslı süperalaşımlar ve nikel esaslı süperalaşımlar. Nikel esaslı süperalaşımlar ana element olarak %30 ile 70 Ni ve önemli miktarda, %30 ve üstü Cr içermektedir.

Inconel, Nimonic ve Hastelloy gibi düşük oranda demir elementi içeren nikel esaslı süperalaşım türleri vardır [Çay ve Ozan, 2005].

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi karıştırma, enjeksiyon kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterleme olmak üzere dört ana işlemden oluşmaktadır [Shengen ve ark., 2006, German, 1990]. Uygun bağlayıcı sisteminin seçilmesi ve toz/bağlayıcı karışımının hazırlanması bu işlemin en önemli aşamalarından birisidir [German ve Bose, 1997]. Toz/bağlayıcı (besleme stoğu) karışımlarının başlangıç özellikleri, dört ana işlem basamağının ve özellikle sinterleme sonrası son ürünün özelliklerini çok büyük oranda etkilemektedir. Dolayısıyla besleme stoğu bileşimi çok önemlidir. Besleme stokları içerisinde bulunan toz/bağlayıcı miktarı kalıplama sırasında meydana gelebilecek problemler dikkate alınarak belirlenmelidir. Reoloji çalışmalarıyla istenilen akış şekli sağlandıktan sonra optimum oranlarda toz ve bağlayıcı karışımları hazırlanarak enjeksiyon kalıplamaya hazır hale getirilmelidir [German ve Bose, 1997, Karataş ve Sarıtaş, 1998]. Malzemelerin reolojik özelliklerinin en önemlisi, viskozitedir. Viskozite, malzemenin akmaya karşı gösterdiği direnci ifade etmektedir ve ergiyik besleme stoğunun kalıp boşluğuna dolunun da etkili bir faktördür.

Yapılan bu çalışmada; nikel esaslı süperalaşım INCONEL 625 tozunun enjeksiyon kalıplanabilirliğini incelemek amacıyla iki farklı bağlayıcı sistemi [Polietilenglikol/ Polipropilen/ Stearik Asit (PEG/PP/SA) ve Parafin Wax/ Carnauba Wax/ Polipropilen /Stearik Asit (PW/CW/PP/SA)] ile farklı oranlarda toz içeren (hacimce %59-71) besleme stokları hazırlanarak reolojik özellikler tespit edilmiştir. Elde edilen reoloji sonuçlarına paralel olarak özgün bir bağlayıcı sistemi [Polietilenglikol/ Parafin Wax/ Carnauba Wax/ Polipropilen/ Stearik Asit (PEG/PW/CW/PP/SA)] geliştirilmiştir. İkinci aşamada geliştirilen bağlayıcı sistemi kullanılarak INCONEL 625 süperalaşım tozunun reolojik özellikleri incelenmiştir ve uygun değerler belirlenerek enjeksiyon kalıplama işlemi yapılmıştır. Enjeksiyon kalıplama sonrası elde edilen INCONEL 625 numuneler farklı sıcaklıklarda (1250, 1270, 1290, 1300 ve 1310°C) ve farklı sürelerde (1 ve 4 saat) argon atmosferinde sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme sonrası nihai ürünün yoğunluk ve boyutsal büzülme

oranı hesaplanmıştır. TEK numunelerin sertlik ölçümleri ve çekme mukavemeti testleri yapılmıştır. Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde oluşabilecek fazları ve kafes parametrelerini tespit etmek amacıyla XRD analizleri yapılmıştır. SEM, EDS ve optik mikroskop kullanılarak mikro yapı karakterize edilmiştir.

2. LİTERATÜR TARAMASI

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi kullanılarak çok farklı karakteristiğe sahip metal ve seramik malzemeler ürün haline getirilmeye çalışılmıştır. Enjeksiyon kalıplama parametreleri kullanılan malzemelerin kimyasal karakteristiklerine ve kullanılan bağlayıcı formüllerine göre değişkenlik sergilemiştir.

Anwar, M.Y. ve arkadaşları, paslanmaz çelik (316L) tozları için yeni bir bağlayıcı sistemi öngörmüşlerdir. Bağlayıcı kompozisyonun temel kısımları farklı molekül ağırlıklarındaki PEG' den (400-1500 g/mol) oluşmaktadır. Diğer kısımları ise uygun şekilde dağılmış PMMA' dan (polimetilmetakrilat) meydana gelmektedir. Besleme stokları oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Düşük bir kayma kuvvetine sahip karıştırıcı ile homojen hale getirilmiştir. Enjeksiyon kalıplanmış numunelerdeki PEG su kullanılarak giderilmiştir. Termal bağlayıcı giderme esnasında açılan gözenek kanallarında, PMMA bağlayıcıların bu kanallardan çok hızlı uzaklaştırılmasına imkân sağlamıştır. 350°C'de tüm bağlayıcılar yapıdan uzaklaştırılmıştır. Bağlayıcıları uçurulmuş numuneler farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş ve hatalar ile oluşan gözenek yapıları SEM ve optik mikroskopta incelenmiştir. 140-150°C'de yapılan termal bağlayıcı uçurma işlemi, besleme stoklarının iyi kalıplanmasını sağlamış ve enjeksiyon kalıplama sırasında bağlayıcı-toz ayrışması görülmemiştir. Yaklaşık 180°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda PMMA bozulduğunu bildirmişlerdir. Geliştirilen bağlayıcı sistemi, sinterleme ve termal bağlayıcı giderme esnasında geleneksel bağlayıcıdan daha yüksek ısıtma oranına sahip olduğu için mevcut işlem zamanını kısaltmıştır. 90 dak. sürede ve 1350°C sıcaklıkta parçalar sinterlenerek düzgün dağılmış, küresel, yapılara ulaşılmıştır. Elde edilen parçanın teorik yoğunluğu %97 olarak ölçülmüştür [Anwar ve ark., 1995].

Karataş, Ç. ve Sarıtaş, S., 316L paslanmaz çelik tozları ve polipropilen esaslı bağlayıcı karışımlarının reolojik özelliklerini araştırmışlardır. 316L paslanmaz çelik tozlarıyla termoplastik bağlayıcının farklı oranlarda karıştırılmasıyla hazırlanan besleme stoklarının akış hızlarını incelemişlerdir. Ortalama 5,84, 30,42, 40,35, 67,42 μm boyutlarında paslanmaz çelik tozları ile termoplastik bağlayıcı (%60 parafin, %35 polipropilen, %5 stearik asit) karıştırılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Akış

hızını incelemek amacıyla bir kılcal reometre tasarımı ve imalatı yapmışlardır. Yük olarak 63-55000 g ağırlıklar uygulanabilmekte ve sıcaklık 30 dakikada 300°C'ye çıkmaktadır. Hazırlanan besleme stokları için en iyi akışın 175°C de olduğu tespit edilmiştir. Toz boyutu küçüldükçe ve şekli küreselleştikçe akışın iyileştiği, kullanılan toz boyutuna göre akış sağlanabilen % katı miktarının %42 ile %74 arasında değiştiği belirtilmiştir [Karataş ve Sarıtaş, 1998].

Bakan, H. ve arkadaşları, ortalama toz boyutu 24,9 µm olan 316L paslanmaz çelik tozu ile PEG esaslı ve düşük oranda PMMA'dan oluşan bağlayıcı sistemi ile oluşturdukları besleme stoğunu enjeksiyon kalıplamada kullanmışlardır. Ara ara stearik asit eklenmiştir. Stearik asidin bağlayıcı sistemine ilave edilmesi, karışımdaki toz miktarının hacimce % 63'ten % 68'e çıkartılmasını sağlamıştır. Bağlayıcı sisteminin ağırlıkça % 88'ini oluşturan PEG, 60°C sıcaklığında 3 saat çözündürülerek enjeksiyon kalıplanmış parçadan uzaklaştırılmıştır. Numuneler daha sonra 1360°C sıcaklıkta 3 saat sinterlenmiştir. 135°C sıcaklıkta PEG-PMMA ve stearik asit içeren bağlayıcı sistemi ile %68 oranında 316L paslanmaz çelik tozu karıştırılarak hazırlanan besleme stoklarının başarılı şekilde kalıplanabileceği bildirilmiştir [Bakan ve ark., 1998].

Lee, S.H ve Jeung, W.Y. PEG ve PP içeren bağlayıcı sistemi ile stronsiyum ferrit tozunun anizotropik enjeksiyon kalıplanmasını incelemiştir. Kullanılan bağlayıcı sistemi hacimce % 30 PP, % 60 PEG 20000 ve %10 PEG 4000 oluşmaktadır. Enjeksiyon kalıplama sonrasında ilk olarak PEG, daha sonra PP yapıdan uzaklaştırılmıştır. Bağlayıcı sistemi içerisindeki PEG' in 12 saatte 70°C sıcaklıkta % 95'i yapıdan uçurulmuş ve suda çözünme sırasında numune içerisinde oluşan kanallar daha sonra ısıtılarak bağlayıcı çıkarma aşamasında yardımcı olmuştur. Numuneye ihtiyaç duyulan dayanımı sağlayan PP, son evrede yakılarak uzaklaştırılmıştır. Yapılan çalışmada kullanılan bağlayıcı formülünün stronsiyum ferrit tozunun enjeksiyon kalıplanabilmesi için geliştirilmiş yeni bir sistem olduğunu belirtmişlerdir. Geliştirilen bağlayıcı formülü için iki aşamalı bağlayıcı çıkarma (su içerisinde ve ısıtılarak) uygulandığını ve iyi sonuçlar elde edildiği rapor edilmiştir [Lee ve ark., 2001].

Sung, H. ve arkadaşları, 17-PH paslanmaz çelik tozlarından levha tipi çekme numuneleri kalıplamışlardır. Kullanılan paslanmaz çelik tozlarının ortalama boyutu $10 \mu\text{m}$ ' dir. Çözgen ayrıştırma ve termal bağlayıcı giderme işlemleri uygulandıktan sonra numuneler $900 - 1350^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralıklarında çeşitli değerlerde sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Başlangıç sıcaklığı olan 900°C sinterleme sıcaklığında %61 teorik yoğunluğa ve bu sıcaklıktan 1350°C sıcaklığa çıkılması ile %99 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Gözeneklerin şekli sinterleme sıcaklığının artmasıyla küreselleşmeye ve izole olmaya başlamıştır. Sinterlenmiş numunelerin çekme gerilmelerinin sinterleme sıcaklığıyla lineer olarak arttığını belirtmişlerdir [Sung ve ark., 2002].

Omar, M.A. ve arkadaşları, enjeksiyon kalıplanmış 316L paslanmaz çelik tozlarının hızlı bağlayıcı giderilmesi üzerine bir araştırma yapmışlardır. Parafin esaslı bağlayıcı sistemlerinin yaygın olarak kullanıldıklarını fakat bağlayıcı çıkarma zamanlarının uzun, çarpılma eğilimlerinin ise fazla olduğunu belirtmişlerdir. 316L paslanmaz çelik tozları, iki farklı bağlayıcı formülü ile enjeksiyon kalıplama işlemine tabi tutulmuştur. Kullanılan bağlayıcı sistemlerinden birisi PEG (ağırlıkça %80) ana bileşenli ve PMMA (ağırlıkça %20) içerikli sistem diğeri parafin esaslı PW (ağırlıkça % 35), PE (ağırlıkça %60) ve SA (ağırlıkça %5) oluşan bağlayıcı sistemidir. Yapılan çalışmada toz yükleme oranı %63 seçilmiştir. Numuneler heptan veya saf su içerisinde 60°C 'de 4 saat bekletilerek bağlayıcının bir kısmı giderilmiştir geriye kalan bağlayıcılar ise ısı yöntem ile uçurulmuştur. Bağlayıcı sistemlerinin hiçbirinde şişme veya bozulma gözlemlenmemiştir. Çözgen bağlayıcı giderme işlemi ile oluşan kanallar gaz çıkışını kolaylaştırmıştır. $3-15^{\circ}\text{C}/\text{dak.}$ arasında ısıtma hızlarında 440°C sıcaklıkta yapılan ısı bağlayıcı giderme işlemi gayet olumlu sonuçlar vermiştir. 316L paslanmaz çelik tozların sinterleme işlemi %5 hidrojen içeren atmosfer içerisinde 1360°C 'de 2 saat tutularak gerçekleştirilmiştir. Kalıplanmış numunelerden PW ve PEG sırasıyla kimyasal içerisinde ve su içerisinde hızlı bir şekilde uzaklaştırılmıştır. Hızlı bağlayıcı giderme işlemi ile oluşan gözenekler sayesinde kalan bağlayıcı elemanlarının hızlı bir şekilde silindiğini ve numune de meydana gelebilecek olumsuzlukların azaltıldığı belirtilmiştir [Omar ve ark., 2003].

Li, S. ve arkadaşları, son yıllarda toz metalurjisi içerisindeki araştırma alanlarının en yaygınlarından birisinin 316L paslanmaz çeliklerin toz enjeksiyon kalıplanarak yoğunlaştırılması olduğunu belirtmişlerdir. Bu bağlamda enjeksiyon kalıplanmış gaz atomize 316L paslanmaz çelik tozlarının yoğunlaşması üzerine sinterleme atmosferinin etkisini araştırmışlardır. Li ve arkadaşları yaptıkları çalışmada sinterlenme esnasında kullanılan N_2 , N_2+H_2 , Ar ve $Ar+H_2$ gibi atmosferlerin yoğunluğa, gözenek büyüklüğüne, şekline ve mekanik özelliklere etkisini araştırmışlardır. Ar ve $Ar+H_2$ atmosferlerinde yapılan sinterlemeler sonunda enjeksiyon kalıplanmış numunelerde %98 teorik yoğunluğa ulaşıldığı söylenmiştir. Optimum mekanik özellikler ise; eğme mukavemeti 630 MPa, akma mukavemeti 80 MPa, % uzama %52, sertlik 71 HRB olarak belirlenmiştir. N_2 ve N_2+H_2 atmosferlerinde yapılan sinterleme çalışmalarında ise kopma gerilmesi 765 MPa, sertlik ölçümlerinde ise 82 HRB değerine ulaşıldığı söylenmiştir [Li ve ark., 2003].

Karataş, Ç. ve arkadaşları, PEG esaslı bağlayıcılar kullanarak 316L paslanmaz çelik tozlarından ve steatite tozlarından farklı farklı besleme stokları hazırlayarak toz enjeksiyon kalıplama için optimum basınç ve sıcaklık şartlarını belirlemişlerdir. 5 farklı bağlayıcı sistemi kullanarak besleme stoklarını hazırlamışlardır. Bağlayıcıyı sistemini meydana getiren bileşenler PEG 8000, PEG 3000, yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE), polipropilen ve stearik asitten oluşmaktadır. 316L paslanmaz çelik tozları %60-70 arasında katı yüklemeye tabi tutularak besleme stokları incelenmiştir. Steatit tozları ise % 45-60, arasında katı yüklemeye tabi tutularak besleme stokları incelenmiştir. Kılcal reometre çalışmaları sonucunda, kritik toz yükleme oranı 316L paslanmaz çelik için % 66 ve steatit için %53 olarak belirtilmiştir. Reolojide en önemli özelliğin viskozite olduğu vurgulanmıştır. Yapılan çalışma sonucunda, reolojik özellikler, kalıplama şartları, besleme stoklarından bağlayıcı giderme durumları gibi özellikler incelenmiştir. Viskozite değerinin yükselmesiyle paralel olarak kalıplama işleminde zorlanmaların meydana geleceği belirlenmiştir [Karataş ve ark., 2005].

Eroglu, S. ve Bakan, H. I., enjeksiyon kalıplanmış 316L paslanmaz çelik tozların çözücü ayrıştırma kinetiği ve sinterleme özelliklerine bakmışlardır. TEK yöntemi

kullanılarak 316L paslanmaz çelik tozları ve PEG/PMMA bağlayıcıdan oluşan besleme stokları kalıplanmışlardır. Kullanılan metal tozunun boyutunun 25 µm olduğu belirtilmiştir. PEG uzaklaştırma işlemi 40°C sıcaklıkta, çözücü olarak kullanılan suyun içerisinde polimerin ayrışması ve suyun yayınımla takip edilmiştir. 180 dak. sonunda PEG su içerisinde tamamen uzaklaştırılmıştır. 60 ve 80°C sıcaklıklarda ise bağlayıcı giderme işlemi yayılım mekanizması ile kontrol edilmiştir. 1250-1370°C sıcaklık aralıklarında sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sinterleme vakum altında (6,5 Pa) yapılmıştır. Sinterleme işlemi 60 ve 120 dak. olarak uygulanmıştır. En yüksek yoğunluğa 1370°C sıcaklıkta ve 120 dak. yapılan sinterleme ile ulaşılmıştır ve yoğunluk değeri 7,5 g/cm³ olarak elde edilmiştir [Eroğlu ve Bakan, 2005].

Suri, P. ve arkadaşları, enjeksiyonla kalıplanmış gaz ve su atomize paslanmaz çelik tozlarının sinterleme sırasında ve sonrasında mikro yapı gelişimlerini incelemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre su atomize çelik tozlarında % 97 teorik yoğunluğa, gaz atomize çelik tozlarında % 99 teorik yoğunluğa ulaşıldığını belirtmişlerdir. Kullanılan atomize tozların her ikisi içinde parçacık boyutlarının ve parçacık boyut dağılımlarının eşit olduğu belirtilmiştir. Besleme stoklarının toz yükleme oranlarının su atomize tozları için hacimce % 53 gaz atomize tozları için hacimce % 65 oranlarında olduğu belirtilmiştir. Kalıplanmış parçalardan bağlayıcı çıkarma işlemi ilk aşamada 60°C sıcaklıkta heptan içerisinde 4 saat tutularak, daha sonra ise hidrojen atmosferinde 500°C sıcaklıkta 1 saat ısıtılarak gerçekleştirilmiştir. Gaz atomize ve su atomize tozlarından elde edilen ürünler dakikada 10°C hız ile 1350°C sıcaklıkta hidrojen atmosferinde ısıtılarak 1 saat süreyle sinterlenmiştir. Su atomize tozların geniş gözenek boyut dağılımına ve düşük katı yükleme oranına rağmen yine de yüksek bir yoğunluğa sahip olacak şekilde sinterlenebildiği vurgulanmıştır [Suri ve ark., 2005].

Johnson, J. ve arkadaşları toz enjeksiyon kalıplanmış Ni esaslı süperalaşımların mekanik özelliklerini ve korozyon dirençlerini incelemişlerdir. Hastelloy X (HX), Inconel 718 ve 625 alaşımlarının toz enjeksiyon kalıplanması değerlendirilmiştir. Kullanılan malzemelerin maksimum yoğunluğa ulaşması ve mikro yapı karakterlerini anlamak için sinterleme şartlarının en iyi şekilde ayarlanmasına

çalışılmıştır. Önceden rapor edilen TEK özellikleri, dövme ve döküm malzemeler ile toz enjeksiyon kalıplanmış 718 ve 625 malzemelerin mekanik özellikleri karşılaştırılmıştır. Bütün tozlar wax-polimer esaslı bağlayıcılar ile karıştırılmıştır. Ön alaşımlı tozlara hacimce %65 oranında katı yükleme yapılmıştır. Enjeksiyon kalıplanmış test çubuklarından ayrıştırma işlemi iki adımda yapılmıştır. İlk olarak bağlayıcının wax kısmı çözücü ayrıştırma ile bileşimden silinmiştir. Daha sonra parçalar hidrojen ortamında 900°C sıcaklıkta ısıtılarak ısıl ayrıştırma ve ön sinterleme işlemine maruz bırakılmıştır. Ayrıştırma ve ön sinterleme işlemi yapılmış HX çubuklar dakikada 10°C artış oranı ile 1260°C sıcaklıktan 1300°C sıcaklığa çıkarılarak sinterleme yapılmıştır. HX çubukların sinterleme işlemi hidrojen atmosferi ve 10^{-3} torr vakum altında gerçekleştirilmiştir. Ön sinterlenmiş ve ayrıştırılmış 718 çubuklar dakikada 10°C artış ile 1260°C sıcaklıkta 10^{-3} torr vakum altında 1-2 saat arasında sinterlenmiştir. Ayrıştırılmış ve ön sinterlenmiş 625 çubuklar dakikada 10°C artış ile 1290°C sıcaklıkta hidrojen atmosferinde 30 dakika süreyle sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası 625 çubuklar 1150°C sıcaklıkta 2 saat süreyle ısıl işleme maruz bırakılmış ve akabinde yağa daldırılmıştır. Metal enjeksiyon kalıplanmış 625 malzemenin denenen tüm korozif ortamlarda mükemmel direnç gösterdiği vurgulanmıştır [Johnson ve ark., 2007].

Bakan, H. I. ve arkadaşları suda çözünebilir bir bağlayıcı sistemi ile 316L paslanmaz çelik tozunu enjeksiyon kalıplanmışlar ve bor ilavesinin sinterleme karakteristiği üzerine etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar yaptıkları çalışmada su atomize karmaşık şekilli 316L paslanmaz çelik tozu ve suda çözünebilir poly (2-ethyl-2-oxazoline) esaslı bağlayıcı formülü kullanarak besleme stokları hazırlamışlardır. 125, 150 ve 175°C olmak üzere üç farklı sıcaklıkta besleme stokunun reolojik davranışını incelemişlerdir. Artan sıcaklık ile kayma inceliği olduğunu ve viskozitenin azaldığını vurgulamışlardır [Bakan ve ark., 2001].

Gülsoy, Ö. ve Karataş, Ç., paslanmaz çelik tozların enjeksiyon kalıplanabilmesi için suda çözünebilir poly (2-etil-2-oksalin) esaslı bir bağlayıcı sistemi geliştirmişlerdir. Bağlayıcı sistemi, temel bileşen olarak değişik molekül ağırlıklarında poly (2-etil-2-oksalin) ve az miktarda PP içermektedir. Poly (2-etil-2-oksalin) ağırlık oranı olarak

bağlayıcı sistemi içine %77 oranında katılmıştır. Besleme stoğunun reolojik özellikleri sistematik olarak incelenmiştir. Kullanılan bağlayıcı sistemi tatminkâr karışım kararlılığı, çok iyi kalıplanabilirlik, suda hızlı ayrışma ve iyi ısıl ayrılma sağlamıştır. Poly (2-etil-2-oksalin) 65°C'de 6,5 saat süreyle suda çözündürme yöntemiyle ortadan kaldırılmıştır. Geriye kalan bağlayıcılar 1 saat süreyle 600°C'de ısıl olarak yakılmıştır. 1350°C'de 1saat süreyle saf H₂ içinde sinterleme yapılmıştır. Poly (2-etil-2-oksalin) bazlı bağlayıcıların diğer suda çözünebilen sistemlere alternatif olabileceği ve farklı molekül ağırlığında poly (2-etil-2-oksalin) ve PEG karışımların ileride çalışılabileceği vurgulanmıştır [Gülsoy ve Karataş, 2007].

Li, Y. ve arkadaşları paslanmaz çeliklerin kalıplanması üzerine toz yükleme oranının etkisini araştırmışlardır. Toz yükleme oranın, toz enjeksiyon kalıplama üstünde önemli etkiye sahip, en kritik faktörlerden birisi olduğunu belirtmişlerdir. Küresel şekilli gaz atomize 17-4 PH paslanmaz çelik tozu ve %65 PW + %30 EVA + %5 SA bağlayıcı sistemi kullanılarak sırasıyla % 60, 64, 68 ve 72 toz yükleme oranlarına sahip 4 çeşit besleme stoğu hazırlanmıştır. Toz yüklemenin besleme stoğunun reolojik özellikleri üzerine etkileri; mekanik özellikler ve mikroyapılar ile birlikte incelenmiştir. %68 toz yüklemenin optimum değer olduğu kanıtlanmıştır. Diğerlerine göre geniş bir sıcaklık aralığında nispeten düşük viskozite ile %68 toz yüklemeli besleme stoğunun enjeksiyon kalıplama süresince yeniden toz paketleme ve bağlayıcı molekül oryantasyonunun hızlıca elde etmek için en iyisi olduğu sonucuna varılmıştır. Sinterleme işlemi %90 Ar + %10 H₂ karışım gazı altında 1380°C sıcaklıkta 90 dakika süreyle yapılmıştır. %68 toz yüklemeli besleme stoklarında üstün mekanik özelliklere ve mikro yapılara ulaşıldığı söylenmiştir [Li ve ark., 2007].

Ye, H. ve arkadaşları, toz enjeksiyon kalıplama için 17-4PH paslanmaz çelik malzemesinin sinterlenmesini incelemişlerdir. TEK için 17-4PH paslanmaz çelik tozu içeren besleme stokları için gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş parçacık boyutu 8 µm olan küresel şekilli tozlar ve ağırlıkça %6 oranında bağlayıcı kullanılmıştır. Toz enjeksiyon kalıplama için 17-4PH paslanmaz çelik malzemesinin sinterleme davranışı 650-1050°C sıcaklık değişiminde incelenmiştir. Sinterleme

sıcaklığı ve sinterleme atmosferi gibi sinterleme şartlarının etkisi test edilmiştir. Sonuçlar göstermiştir ki 17-4PH malzemesi hidrojen/azot atmosferinde sinterlendiğinde, sıcaklık değişiminin üst noktalarında oksitlenmiştir. Oksidasyonun derecesi sinterleme sıcaklığı ile artmıştır. Ana oksidasyon ürünü X-Ray kırınımı ve kompozisyon analizleri ile tespit edilen Cr_2O_3 ' dür. Elde edilen sonuçlara göre parçacık yüzeylerinde Cr_2O_3 oluşumundan hidrojen/azot atmosferinde sinterlenen numunelerde ağırlık artışı şeklinde sonuçlanmaktadır. Daha yüksek sıcaklıkların bu kinetik oluşumu geliştirildiği ve bu yüzden numunelerde Cr_2O_3 miktarı artacağı söylenmiştir. Parçacık yüzeylerinde Cr_2O_3 oluşumu, parçacıklar arasında bağlanma ve tam yoğunluk açısından atomik difüzyona bir engel teşkil eder. Yüksek bir sinterlenme yoğunluğu sağlamak için, sinterleme sırasında oksidasyondan kaçınılması gerektiğini ve oksidasyonun tam yoğunluk işlemlerini sınırlandırdığı ve istenmeyen bir durum olduğu vurgulanmıştır. Sinterleme işlemi için argon veya vakum atmosferi öncelikli seçim tercihi olması gerektiği önerilmiştir [Ye ve ark., 2008].

Gülsoy, Ö., ve German, R.M., toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle mikro-gözenekli östentik paslanmaz çelik üretimi üzerine çalışmışlardır. Yapılan çalışmada toz enjeksiyon kalıplama ve toz boşluk tutma (powder space holder – PSH) işlemleri kullanılarak mikro gözenekli östenitik paslanmaz çelik parçalar üretilmiştir. Boşluk tutucu malzeme olarak küresel poly (metilmetakrilat) (PMMA) kullanılmıştır. Sinterlenmiş mikro gözenekli östenitik paslanmaz numunelerin özellikleri üzerine PMMA' ın boyut dağılımı ve oranının etkisi araştırılmıştır. Kullanılan 316L paslanmaz çelik tozunun ortalama boyutu (D_{50}) 12 μm olarak verilmiştir. Küresel şekilli poly (metilmetakrilat) (PMMA) 10 ve 41 μm ölçülerinde seçilmiştir. Poly (metilmetakrilat) (PMMA) hacimce %40 ve %60 oranlarında kullanılmıştır. Kullanılan bağlayıcı sistemi parafin wax, polpropilen, carnauba wax ve stearik asitten oluşmaktadır. Sinterleme işlemi saf hidrojen ortamında 1200°C sıcaklıkta 60 dakika süreyle yapılmıştır. PMMA ve metal tozları kullanılarak üretilen besleme stokları iyi kalıplanabilirlik sergilemişlerdir ve kalıplama sırasında bağlayıcıda bozulma gözlenmemiştir [Gülsoy ve German, 2008].

Setasuwon, P., ve arkadaşları, toz enjeksiyon kalıplama için wax/oil içerikli bağlayıcı bileşenlerinin etkisini araştırmışlardır. Denemeler ortalama boyutu 9,58 µm olan 316L paslanmaz çelikleri kullanılarak yapılmıştır. İskelet bağlayıcı olarak iki farklı molekül ağırlığına sahip düşük yoğunluklu polietilen (DYPE) kullanılmıştır. Ana bağlayıcı olarak parafin wax seçilmiştir. Bağlayıcı sistemine DYPE ve PW'ye ilave olarak SA ve hurma yağı (palm oil) eklenmiştir. Bütün karışımlar için hacimce %40 oranında toz, %60 oranında bağlayıcı kullanılmıştır. Sinterleme işlemi H₂ atmosferinde 1300-1400°C sıcaklık aralığında yapılmıştır. Wax içeriğinin bir kısmının yerine hurma yağı kullanılarak yapılan deneyler sonucunda süneklikte yüksek oranda artış olduğu tespit edilmiştir. Üretilen numunelerin ticari olarak üretilen parçalar ile mekanik ve fiziksel özellikler bakımından kıyaslanabilir olduğu vurgulanmıştır [Setasuwon ve ark., 2008].

Tay, B.Y. ve arkadaşları, mikro toz enjeksiyon kalıplamayla üretilen mikro dişlilerin karakterizasyonu üzerine bir araştırma yapmışlardır. Yapılan çalışmada çapı ve yüksekliği 1 mm olan mikro dişlilerin mikro toz enjeksiyon kalıplamayla üretilmesinden bahsedilmektedir. Ortalama toz boyutu 2,4 µm (D₅₀) olan 316L paslanmaz çelik tozları çoklu bir bileşen wax esaslı bağlayıcı sistemi ile karıştırılmıştır. Çalışmada kullanılan 316L paslanmaz çelik tozu su atomizasyon yöntemiyle üretilmiştir ve yoğunluğu 7,6 g/cm³'dür. Toz çoklu bir bileşen wax esaslı bağlayıcı sistemi bir pervaneli mikserde, ana hat polimer olarak düşük yoğunluklu polietilen ile hacimce %59 oranında karıştırılmıştır. Besleme stoğunun termal özellikleri termal gravimetrik analiz kullanılarak karakterize edilmiştir. Besleme stoğunun çapı ve yüksekliği 1 mm olan 10 dişli mikro dişli şeklinde, 180°C' de enjeksiyon kalıplaması yapılmıştır. Sinterleme işlemi 1250°C' de 5°C/dak. hidrojen gazı altında 1 saat sürede gerçekleştirilmiştir. Araştırmacılar mikro dişlinin diş ve merkez mikro yapısı üzerine çalışmıştır. Merkezde ortalama tane boyutu 5 µm' dur. Ancak yüksek içerikli tavlama ikizlemeleri ve önemli bir tane büyümesinin dişte bulunduğunu belirtmiştir [Tay ve ark., 2009].

Cheng, L. ve arkadaşları geri dönüştürülmüş toz enjeksiyon besleme stoklarının bozulma sebeplerini ve kalıplama özelliklerini incelemiştir. Ortalama toz boyutu

4,88 μm ve yoğunluğu 7,57 g/cm^3 olan karbonil demir tozu kullanmışlardır. Demir tozu içerisinde ağırlıkça %2 nikel ve %6 bağlayıcı ilave etmişlerdir. Kullanılan bağlayıcı sistemi ağırlıkça %55 PW, %40 PE ve %5 SA dan oluşmaktadır. Üretim maliyetini azaltmak ve TEK sürecinin rekabetini artırmak için, atık malzemelerin genellikle geri dönüştürüldüğünü belirtmişlerdir. Geri dönüşümde TEK sanayicileri tarafından genellikle 2 metot kullanıldığını, ilkinin yeni malzemeler içerisinde ağırlıkça %30-50 geri dönüştürülmüş besleme stoklarının eklendiğini diğerinin ise % 100 geri dönüştürülmüş besleme stoğunun kullanmak olduğunu bildirmişlerdir. Sonuç olarak bu çalışmada ağırlıkça % 94 metal tozu ve % 6 bağlayıcı içeren geri dönüşümlü TEK besleme stoklarının özellikleri incelenmiştir. Bir kez geri dönüştürülen besleme stoğunun, ilk işlem boyunca varilin içinde yeniden yoğrulduktan sonra bağlayıcı dağılımı daha homojen hale geldiği için en düşük akışkanlığa sahip olduğunu belirtmişlerdir. Geri dönüşüm iterasyonlarının sayısı artırdıkça bağlayıcı bileşenlerinin bozulduğu ve daha yüksek akışkanlığa ve daha zayıf biçim verilebilirliğe neden olduğunu tespit etmişlerdir [Cheng ve ark., 2009].

Huang, M.S. ve Hsu, H.C. toz enjeksiyon kalıplanmış 316L paslanmaz çeliklerin özellikleri üzerine iskelet bağlayıcı olarak kullanılan polimerin etkisini araştırmışlardır. Yapılan çalışma toz enjeksiyon kalıplanmış 316L paslanmaz çelik kompaktların boyutsal ve mekanik özellikleri üzerine kullanılan 3 farklı polimer iskeletin (DYPE, YYPE, DYPE/YYPE) etkisinin kıyaslanmasını içermektedir. Yapılan çalışmada ortalama boyutu 10,21 μm olan su atomize 316L paslanmaz çelik tozları kullanılmıştır. Üç farklı bağlayıcı formülü hazırlanmıştır; A: ağırlıkça %55 PW, %40 DYPE, %5 SA. B: ağırlıkça %55 PW, %40 YYPE, %5 SA. C: ağırlıkça %55 PW, %20 DYPE, %20 YYPE, %5 SA. Hazırlanan besleme stokları ağırlıkça %93 toz ve %7 bağlayıcıdan oluşmaktadır. İskelet polimer olarak DYPE kullanılarak yapılan toz enjeksiyon kalıplanmış besleme stoklarının akış davranışlarının uygun olduğu fakat kaliteli bir enjeksiyon kalıplama için geliştirilmesi gerektiği vurgulanmıştır. Üretilen numunelerin boy, en, yoğunluk gibi boyutsal özellikleri açısından bakıldığında an kararlı ve iyi yapının YYPE' nin iskelet polimer olarak kullanıldığı bağlayıcı sisteminde elde edildiği vurgulanmıştır. DYPE/YYPE sistemli numunelerde sinterlemeden sonra çatlaklar gözlemlendiği ve bunları elimine etmeye

ihtiyaç duyulacağı söylenmiştir. Sonuç olarak sinterlenmiş parçaların boyutsal ve mekanik özelliklerinde iskelet olarak kullanılan polimerlerin güçlü etkisinin olduğu vurgulanmıştır. Kaliteli ürün ve boyutsal hassasiyet bakımından 316L Sinterlenmiş parçaların enjeksiyon kalıplanmasında iskelet bağlayıcı olarak YYPE kullanılmasının daha uygun olacağı sonucuna varılmıştır [Huang ve Hsu, 2009].

Zaky, M.T. ve arkadaşları wax esaslı bağlayıcı formüllerinin üzerine parafin wax'ın karakteristiğinin etkisini incelemişlerdir. Fiziksel ve moleküler olarak farklı olan 4 farklı parafin wax (PW1, PW2, PW3, PW4) ile 4 farklı bağlayıcı sistemi hazırlanmıştır. Ana bağlayıcı olan parafin wax ile etilen vinil asetat (EVA) ve sitarik asit karıştırılarak bağlayıcı sistemi formüle edilmiştir. DSC ve TGA analizleri kullanılarak formüle edilmiş bağlayıcı sistemini içerisindeki bağlayıcı bileşenleri değerlendirilmiştir. Kullanılan parafin wax'lar molekül ağırlıklarına göre hafif (PW1), orta (PW3) ve ağır (PW4) olarak sınıflandırılmışlardır. PW2 ağırlıkça %60 PW1 ve + 40 PW3 karışımı olarak verilmiştir. Enjeksiyon kalıplama ve toz sıkıştırma için uygun bağlayıcı sisteminin ağırlıkça %62 PW4, %35 EVA ve %3 SA içeren formül olduğunu belirtmişlerdir. Bu bağlayıcı sisteminin çok iyi reolojik özelliklere sahip olduğu ve viskozitelerinin 10 Pa.s'nin altında olduğu vurgulanmıştır. Bu sonuçlara dayanarak üretilen besleme stoklarının enjeksiyon kalıplama için uygun olduğu rapor edilmiştir [Zaky ve ark., 2009].

Miura, H. ve arkadaşları enjeksiyon kalıplanmış süperalaşım kompaktların yüksek sıcaklık ve yorulma özelliklerini incelemişlerdir. Inconel 718 Ni esaslı süperalaşımın örneklerinden biridir. Fakat kötü işlenebilirliğinden dolayı düşük maliyetli komplike şekilli parçalar üretilmesinin kolay olmamasına rağmen, Ni-esaslı üstün alaşımları temsil edebilmektedir. Yapılan çalışma da değişik tipteki tozlar (gaz ve su atomize tozlar) kullanılarak Inconel 718 parçaların üretilmesi için toz enjeksiyon kalıplama kullanılmıştır. Katı yükleme oranı su atomize tozlar için hacimce %62 gaz atomize tozlar için hacimce %65 oranında verilmiştir. Kullanılan toz boyutları su atomize tozlar için 10 µm altı, gaz atomize tozlar için 22 µm altı olarak belirtilmiştir. Wax esaslı bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Sinterleme işlemi 1100-1250°C sıcaklık aralığında 10⁻¹Pa vakum altında 1-6 saat arasında yapılmıştır.

Toz boyutu küçük numunelerin özkütlesinin düşük sinterleme sıcaklığında diğerlerine göre daha yüksek olduğu ve uygun sinterleme koşullarında, tüm toz numunelerde tam yoğunluğa yakın bir değere ulaşıldığı vurgulanmıştır (~%98-99). Inconel 718 çökeltme sertleştirilmiş bir alaşımdır, bu nedenle Ti,Al,ve Nb gibi elementlerin oranı önemlidir. Gaz ve su atomize tozlar arasındaki fark çekme mukavemetinde etkili olarak kendini gösterir. Su atomize tozların mekanik özelliklerinde gelişme sağlamak için Ni, Cr ve çökeltme sertleşmesi sağlayan elementlerin miktarını artırmanın ya da oksijen miktarını azaltmanın faydalı olacağı söylenmiştir. Ayrıca yorulma direncinde bir gelişme için de gözenekler azaltılmalıdır bunun için ise sıcak izostatik presleme ile kombinasyon yapılabileceği belirtilmiştir [Miura ve ark., 2010].

Youhua, H. ve arkadaşları toz enjeksiyon kalıplama yoluyla hazırlanmış Inconel 718 alaşımının mikro yapısı, yoğunluğu ve mekanik özellikleri üzerine sinterleme sıcaklığının, sıcak izostatik preslemenin ve ısıtma işlemin etkilerini incelemişlerdir. Parafin wax, yüksek yoğunluklu polietilen ve etilen vinilasetat'dan oluşan bir bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Besleme stokları hacimce %62 oranında toz içeriğine göre hazırlanmıştır. Sonuçlar 1275°C'de sinterlenmiş alaşımda %98 göreceli yoğunluğa ulaşılabilirliğini göstermiştir. Inconel 718 alaşımı için tam yoğunluğa sıcak izostatik presleme sonunda ulaşılabilirliğini belirtmişlerdir. Isıtma işlem sonrasında yüksek miktarda γ' ve γ'' fazlarının çıktığını ve bu fazların alaşımın çekme mukavemetini artırdığını, sünekliğini azalttığını vurgulamışlardır. Sinterleme ve sıcak izostatik presleme işlemlerinden sonra numunelerin oda sıcaklığında çekme dayanımı 1009 MPa, akma dayanımı 824 MPa ve uzama %99,9 olarak bulunduğu belirtilmiştir. Bu değerlerin ısıtma işlem sonrasında oda sıcaklığında çekme dayanımı için 1250 MPa, akma dayanımı için 1078 MPa ve uzama için %21,7 olduğu ve 650°C sıcaklık için sırasıyla 1177 MPa, 1050 MPa ve %16,6 olduğu sonucu verilmiştir [Youhua ve ark., 2010].

Abolhasani, H. ve Muhamad, N. toz enjeksiyon kalıplama için yeni bir nişasta esaslı bağlayıcı üzerine çalışmışlardır. Bir nişasta kompozisyonu ve düşük yoğunluklu polietilen bağlayıcı olarak hazırlanmıştır ve hacimce % 57 oranında 316L paslanmaz

çelik tozu ile karıştırılarak besleme stokları oluşturulmuştur. Yerel bir nişasta (ağırlıkça %41.3), stearik asit (ağırlıkça %5), sitrik asit (ağırlıkça %1.9) ve susuz gliserol (ağırlıkça %23.3), düşük yoğunluklu bir polietilen (ağırlıkça %28.5) ile karıştırılarak bağlayıcı sistemi temin edilmiştir. Çalışmalarda ortalama boyutu 20 µm olan su atomize 316L paslanmaz çelik tozu kullanılmıştır. Bağlayıcı giderme işleminin tayini için 70, 80, 90°C sıcaklık adımları takip edilmiştir. Numuneler 1 saat süreyle sıcak suda bekletilmiş ve sonrasında 45 dak. kuru ortamda tutulmuştur. Sinterlemenin TEK işleminde yoğunluk ve mukavemet artışı açısından son işlem adımı olduğu belirtilmiştir ve fazla (çöküntü) bağlayıcının uzaklaştırılması için fırın sıcaklığı 500°C'ye yavaş bir şekilde artırılmıştır. Numuneler bu sıcaklıkta 1 saat tutulmuş ve sonra sıcaklık 5°C/dak. ile 1300 °C ye artırılmıştır. Yüksek sıcaklıkta bağlayıcı bileşenlerinin ayrışmasının belirlenmesi için TGA analizi yapılmıştır. İlk ağırlık kaybının 160°C de %2,81 olduğu söylenmiş ve bu ayrışmanın gliserol ile alakası ilişkilendirilmiştir. Nişastanın 270-392°C aralığında %3,37 ağırlık kaybı sergilediği belirlenmiştir. Polietilen ayrışması ise 400°C nin üzerinde % 3,05 kayıpla ayrıştığı belirtilmiştir. Genellikle bağlayıcının uzaklaştırılması daha yüksek difüzyondan dolayı yüksek sıcaklıklarda artırıcı belirtilmiştir. 2 saat sonra termoplastik nişastanın %60'dan fazlasının çıkarılması 80 ve 90 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerde gösterilmiştir. Bu durum 70°C için 3 saat sonra sağlanmıştır. Sonuçlara göre termoplastik nişastanın maksimum ayrışması 5 ve 6 saat sonra, 80 ve 90°C'lerde % 83,33 oranında olduğu bulunmuştur. Bu çalışmada kullanılan nişastanın TEK işleminde temel bir bağlayıcı olarak kullanılabilirliği gösterilmiştir. TEK işleminin temel adımlarını oluşturan, bağlayıcı ve besleme stoğu hazırlanması, enjeksiyon kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterlemenin başarılı bir şekilde gerçekleştirildiği belirtilmiştir [Abolhasani ve Muhamad, 2010].

Hidalgo, J. ve arkadaşları wax esaslı bağlayıcı sistemi ile toz enjeksiyon kalıplanarak üretilmiş besleme stoklarının termal ve reolojik davranışlarını incelemişlerdir. Araştırmacılar yaptıkları çalışmada düşük alaşımlı 4140 çelik tozunu farklı tipte wax ile üretilmiş bağlayıcılar ile karıştırarak, termal ve tork ölçümleri yaparak bağlayıcı tipinin reolojik ve termal davranışlara etkisini incelemişlerdir. Besleme stoklarının hazırlanmasında ortalama boyut dağılımı yaklaşık 20 µm olan gaz atomize 4140

çelik tozu kullanılmıştır. Bağlayıcı sistemlerin hazırlanmasında 8 farklı tip (vaseline, parafin1, parafin2, parafin3, microcrystalline1, microcrystalline2, carnauba wax, polietilen) wax kullanılmıştır. Belirtilen wax esaslı bağlayıcılar hacimce farklı oranlarda karıştırılarak 8 farklı bağlayıcı formülü hazırlanmıştır. Carnauba wax içeren bağlayıcı sistemleri ile yapılan denemelerde %70 üzerinde toz taşıma bildiğini ve bu değer toz yükleme de önemli bir rakam olduğunu vurgulamışlardır. Carnauba wax ile bu oranda toz taşıma bilmesinin sebebinin CW'nin moleküler içeriği ile ilgili olduğuna bağlamışlardır. Moleküler içeriğinden dolayı carbauba wax'ın iyi bir yağlayıcı olduğunu, toz-bağlayıcı arasında ıslatılabilirliği iyileştirdiği söylenmiştir. [Hidalgo ve ark., 2010].

Klöden, B. ve arkadaşları 2 nikel esaslı toz metal süperalaşımı (IN 713C ve UDIMET 720) toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretmişlerdir. Bu alaşımlar yüksek sıcaklık özellikleriyle ilgili olarak analiz edilmiştir. Yapılan testlerin 900°C sıcaklığa kadar çekme testlerini ve 1100°C sıcaklığa kadar oksidasyon dirençlerinin ölçümlerini içerdiğini belirtmişlerdir. Yapılan çalışmalarda Inconel 713C alaşımına 100 MPa, 1200°C sıcaklıkta 4 saat süreyle sıcak izostatik presleme uygulandığı belirtilmiştir. Udimet 720 alaşımına ise 140 MPa, 1130°C sıcaklıkta 4 saat süreyle sıcak izostatik presleme ve daha sonra ısıl işlem uygulanmıştır. Metal enjeksiyon kalıplanan numunelerin çekme testine uygun şekilde olduğu belirtilmiştir. IN 713C alaşımının yüksek sıcaklık oksidasyon dirençleri üzerine yapılan testlerde iyi sonuçlar verdiğini vurgulamışlardır [Klöden ve ark., 2010].

Sotomayor, M.E. ve arkadaşları ön karışimli östenitik ve ferritik paslanmaz çelik tozlarının toz enjeksiyon kalıplanması üzerine bir çalışma yapmıştır. Yapılan deneysel çalışmalarda, dupleks paslanmaz çelik elde etmek için ön karışimli gaz atomize 316L ve 430L tozların toz enjeksiyon kalıplanması geliştirilmiştir. Başlangıçta 316L ve 430L gaz atomize tozlar 50/50 hacim oranında turbula karıştırıcı ile 30 dakika karıştırılmıştır. Yüksek yoğunluklu polietilen ve parafin wax (PW) 50/50'lik bir hacim oranında karıştırılarak bağlayıcı sistemi oluşturulmuştur. Toz-bağlayıcı karışımları 45 dakika süreyle 40 rpm ve 170°C sıcaklıkta yapılmıştır. Hacimsel olarak % 50, 65, 68 ve 70 toz yükleme oranlarına sahip besleme stokları

hazırlanmıştır. Bütün besleme stoklarının enjeksiyon kalıplama için uygun olan pseudoplastik davranış sergiledikleri belirtilmiştir. Besleme stoklarının reolojik karakterizasyonu, toz akış indeksi ve aktivasyon enerjisi gibi farklı reolojik parametrelere bakılarak besleme stoklarının enjeksiyon kalıplamaya uygun olup olmadıkları tespit edilmiştir. Besleme stokları 170°C’ de enjeksiyon kalıplanmıştır. Elde edilen parçalar üç nokta eğme ve çekme testlerine uygun şekilde elde edilmiştir. Düşük vakumda 1250°C sıcaklıkta sinterlenmiş paslanmaz çelik parçalarda %97 teorik yoğunluğa ve 280 HV₃₀ sertliğe ulaşıldığını belirtmişlerdir [Sotomayor ve ark., 2010].

Hidalgo, J. ve arkadaşları polisakkarit esaslı termoplastik bağlayıcı sistemi ile üretilmiş toz enjeksiyon kalıplama besleme stoklarının reolojik davranışlarını incelemişlerdir. Besleme stoklarının üretiminde kullanılan bağlayıcı sistemlerinin polisakkarit esaslı termoplastik esaslı olduğu belirtilmiştir. Bağlayıcı sisteminin temel bileşeni olarak selüloz asetat bütirat kullanılmıştır. Kullanılan selüloz asetat bütirat düşük molekül ağırlıklı polietilen glikol ve gliserin ile kombine edilerek toz enjeksiyon kalıplama için uygun özelliklerde besleme stokları hazırlanmıştır. Bağlayıcı sistemi 3 farklı malzeme (316L paslanmaz çelik, T15 takım çeliği, Ni-Zn Ferrit) ile karıştırılarak besleme stokları üretilmiştir. Bağlayıcı giderme işlemi katalitik ayrıştırma ile yapılmıştır. Enjeksiyon kalıplanan malzemeler eğme testine uygun şekilde hazırlanmıştır. Yapılan çalışmalar sonunda polisakkarit esaslı bağlayıcı sisteminin toz enjeksiyon kalıplama için uygun olduğu, selüloz asetat bütiratın ana bağlayıcı olarak kullanılabileceği belirtilmiştir. PEG ve gliserin gibi plastikleştiricilerin kullanımının gerekli başarıyı sağlamada etkili olduğunu vurgulamışlardır. Bu plastikleştiricilerin hacimce % 30’dan fazla ilave edilmeleri gerektiğini belirtmişlerdir. Karışım ve kalorimetre çalışmalarına göre PEG ve gliserin ilavesinin selüloz asetat bütiratların erime noktasını düşürdüğü ve yumuşama sıcaklığını azalttığı tespit edilmiştir. Hacimde %65 katı yükleme oranında iyi reolojik özelliklere ulaşılmıştır [Hidalgo ve ark., 2010].

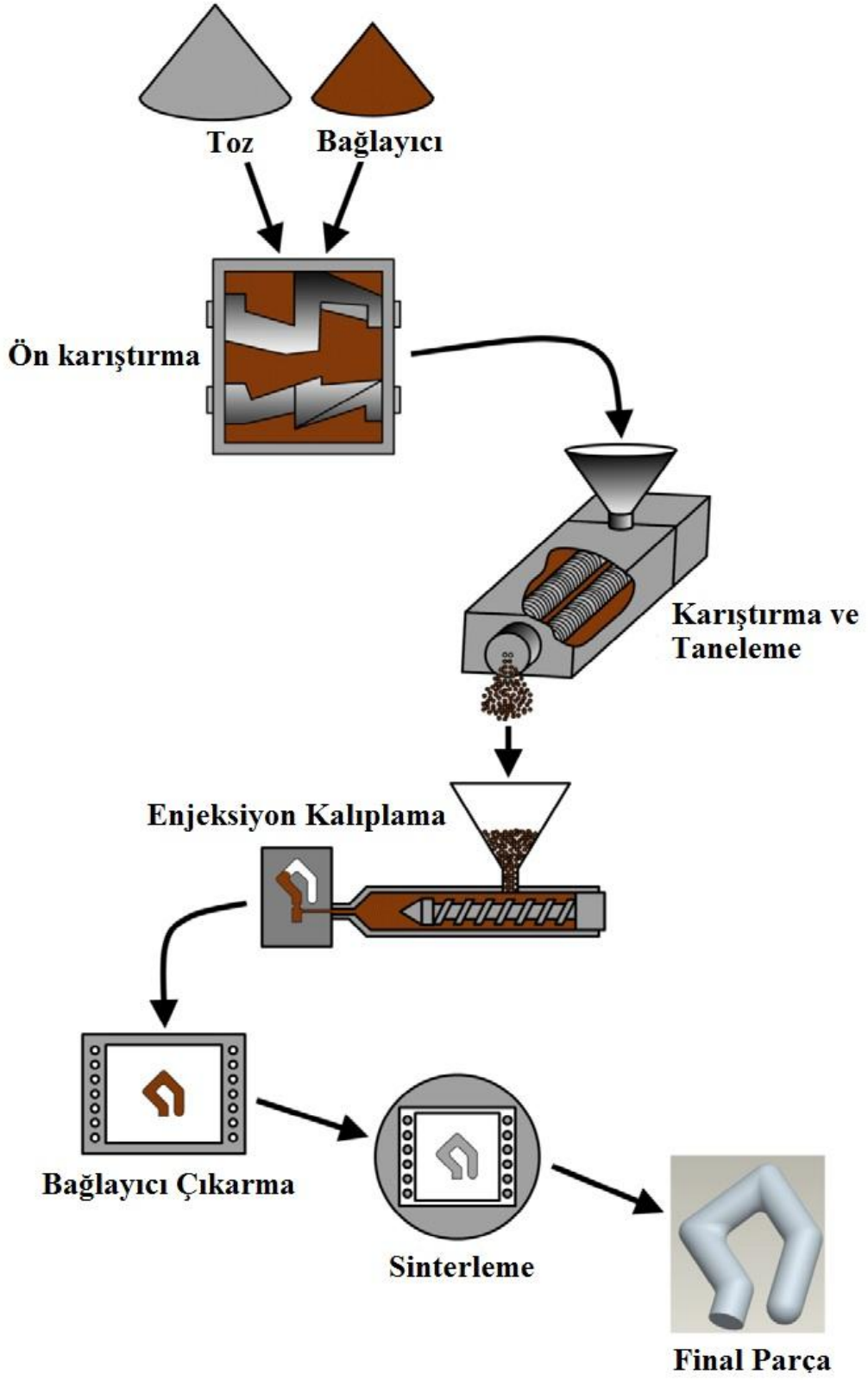
Raza, M.R. ve arkadaşları toz enjeksiyon kalıplanmış 316L paslanmaz çelik tozundan bağlayıcının giderilmesini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada kullanılan

besleme stoklarının enjeksiyon kalıplama için uygun olduğunu rapor etmişlerdir. Besleme stoklarının uygun değerlerde olduğu sonucuna kapiler reometre ile yapılan ölçümler neticesinde karar vermişlerdir. Yapıdan bağlayıcı giderme işlemi 2 aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk önce çözücü kullanarak ayrıştırma daha sonra termal ayrıştırma yapılmıştır. Termal ayrıştırma 1-7°C arasında değişen 4 farklı ısıtma kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan paslanmaz çelik tozunun su atomize 316L olduğu ve ortalama toz boyutunun (D_{50}) 5-7 μm arasında olduğu belirtilmiştir. Parafin wax (PW) esaslı bağlayıcı sistemi kullanılmıştır (hacimce %70 PW + %25 PP + %5 SA). %60 ve %65 toz yükleme oranlarında iki farklı besleme stoğu hazırlanmıştır. Ana bağlayıcının çözgen ayrıştırıcı içerisinde 60°C sıcaklıkta 300 dak. sonunda tamamen çıkartıldığı belirtilmiştir. Her iki katı yükleme oranı içinde (%60 ve %65) kayma hızının pseudoplastik davranış sergilediği görülmüştür. İki katı yükleme oranının da toz enjeksiyon kalıplama için uygun olduğu bu sonuca da viskozitelerin 20 Pa.s'den az olması sebebiyle varıldığı rapor edilmiştir [Raza ve ark., 2011].

3. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA

Toz enjeksiyon kalıplama (TEK), küçük ve karmaşık parçaların üretimi için ekonomik bir metottur [German ve Bose, 1994, German ve Bose, 1997]. TEK işlemi, çeşitli malzemelerden oluşan bağlayıcılar ile toz haldeki metallerin karışımıyla elde edilen “besleme stoku” olarak adlandırılan bileşenlerin hazırlanması ile başlamaktadır [Adames, 2007]. İlk enjeksiyon kalıplama makinesinin patenti 1872’de John Hyatt tarafından alınmıştır. 1920’lerde Avrupa’da önemli ölçüde geliştirilmiş, 1951 yılında ilk sonsuz vida sistemi prosese eklenip ergimiş malzemelerin devamlı olarak kalıplanması sağlanmıştır. En önemli gelişmeler ise 1980’lerde, bilgisayar teknolojisinin ilerlemesiyle birlikte gerçekleşmiştir. Bu tarihten sonra TEK, endüstride yaygınlaşmaya başlamıştır [İhvan, 2008]. 1980 yılında Almanya da diş sağlığında kullanılmak üzere üretilen bir parça ile ilk TEK parçanın seri üretimine başlanmıştır. TEK teknolojisi ilk günlerinden bu zamana büyük ölçüde olgunlaşmıştır ve son zamanlarda kullanıcılar tarafından kabulü sürekli artmaktadır. Günümüzde toz enjeksiyon kalıplanmış parça üreticileri Avrupa’nın birçok yerinde bulunabilir. Bu üreticilerin çoğu metalurjik bir alt yapıya sahiptir ve büyük ölçekli TEK üreticilerinden bazıları temelde geleneksel toz metalurjisi şirketleridir [Matula, 2010].

Toz enjeksiyon kalıplama 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 metalurjisi ve plastik enjeksiyon teknolojilerinin birlikte gerçekleştirilmesidir [Karataş, 1997, Karataş ve Sarıtaş, 1998, Türker ve Karataş, 2004]. TEK işlemi genel olarak dört temel adımda tanımlanmıştır. İlk adım da toz tanecikleri ve polimer esaslı bağlayıcı sistemleri karıştırılarak besleme stokları oluşturulur. İkinci adımda besleme stoku, enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıp içerisine enjekte edilir. Üçüncü adımda üretilen numunelerden bağlayıcılar uzaklaştırılır. Sinterleme ve yoğunlaştırma işlemleri ile TEK işlemi tamamlanır [German ve Bose, 1997, Nyberg ve ark., 2005]. Şekil 3.1’de TEK işlemine ait genel bir akış diyagramı verilmiştir.



Şekil 3.1. Toz enjeksiyon kalıplama işlem basamakları [Kim, 2010]

TEK, besleme stokları içerisinde kullanılan tozun tipine bağlı olarak seramik enjeksiyon kalıplama (SEK) ve metalik toz enjeksiyon kalıplama olarak sınıflandırılabilir. Metalik toz enjeksiyon kalıplama geniş bir kullanım alanına sahiptir. Metallerin plastiklerden daha hızlı soğuması ve katılaşması sebebiyle metalik toz enjeksiyon kalıplama ve geleneksel enjeksiyon kalıplama arasında farklılıklar vardır. Metalik toz enjeksiyon kalıplama işleminde, parçaların kalıplanması sırasında kabarcık oluşumu, çatlaklar ve dış kusurlar meydana gelebilir ve bunlar dahili arızaların vuku bulmasına neden olabilir. Ayrıca kalıplanmış parçaların mukavemeti ve elastikiyeti çok düşüktür bu durum genellikle ham parçada hataya sebep olmaktadır. Metalik toz enjeksiyon kalıplama işleminde, toza bağlayıcının ilavesi ile kalıplama sırasında parçalar kısmen büzülür ve sinterleme işlemi esnasında bağlayıcının silinmesi ile hacimsel daralma meydana gelir [Youseffi ve Menzies, 1997, Kim, 2010, Kim ve ark., 2013]. Şekil 3.2’de TEK yöntemini tercih etmek için etkili beş faktör şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Herhangi bir uygulama için TEK yönteminin seçilmesinde etkili beş faktör [Maheshwari, 2001]

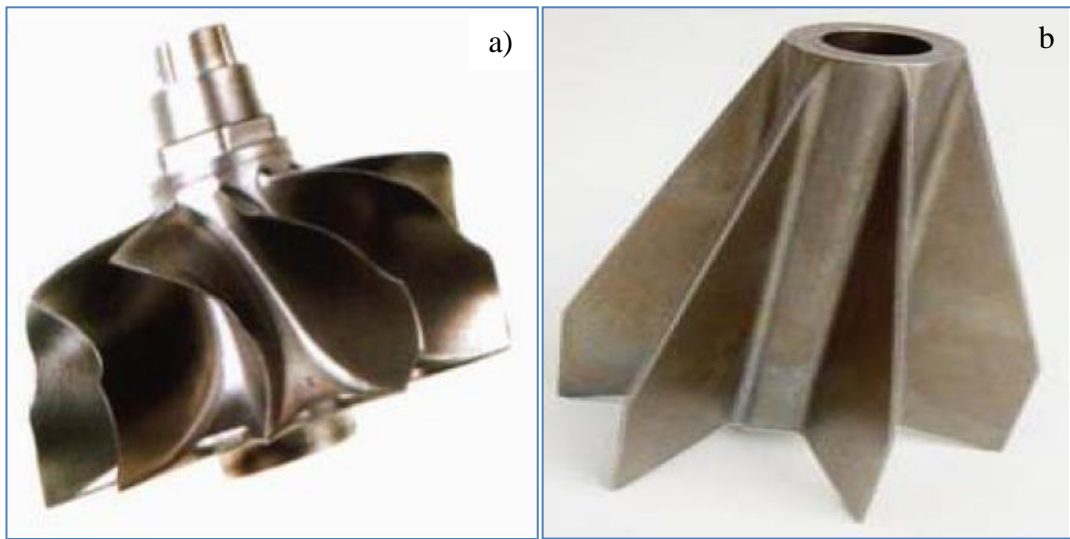
Toz enjeksiyon kalıplama işleminin uygulama alanı oldukça geniştir. Otomotiv sistemleri (direksiyon kolonlar, ateşleme kilit bileşenleri, Sunroof, oturma mekanizmaları, yakıt enjektörleri), ortodonti (diş telleri), tıp ve diş hekimliği cihazları (endoskopik cerrahialetler), ateşli silah bileşenleri (tetik, güvenlik kilidi,

kurmakamı, gez, arpacık), donanım ve kilit parçaları (kilit silindirleri, cıvata, kilit dili, kenar çubuğu), bilgisayar ve elektronik (disk bileşenleri), elektrik (bağlayıcılar, anahtarlar) aletleri örnek olarak gösterilebilir [Şelte, 2011].

Şekil 3.3 ve 3.4' te TEK yöntemi ile üretilmiş çeşitli parçalar görülmektedir. Çizelge 3.1' de ise TEK uygulama alanları özelliklerine göre listelenmiştir.



Şekil 3.3. Hassas ve karmaşık şekilli mini boyutlu TEK parçalar [Ergül, 2007]

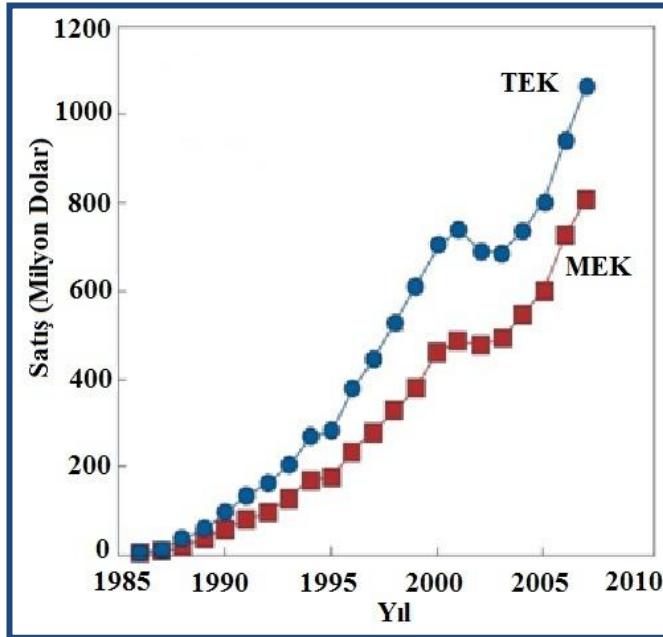


Şekil 3.4. TEK yöntemiyle üretilmiş özel parçalar;
a) Nikel alaşımından TEK yöntemiyle imal edilmiş bir türbin çarkı
b) Roket kanatçığı (yarım kilodan fazla gelmektedir) [Ergül, 2007]

Çizelge 3.1. TEK uygulama alanları [Ergül, 2007]

Parça	Uygulama	Özellik	Malzeme
Meme	Su püskürtücü	Aşınma direnci	Alümina
Manivela	Otomotiv	Mukavemet	Çelik
Turbo deęiş.	Otomotiv	Yüksek sıcaklık dayanımı	Silisyum karbür
Pens	Tıbbi	Korozyon direnci	Paslanmaz çelik
Vidalı conta	Uçak motoru	Mukavemet	Süper alaşım
Kompresör	Roket motoru	Mukavemet	Silisyum nitrür
Eğimli halka	Daktilo	Mukavemet	Çelik
Halat	Çelik Döküm	Isı, aşındırıcı	Alümina
Sızdırmaz kutu	Mikro elektr.	Isıl genleşme	Alaşım (Fe-Co)
Manyetik çekirdek	Kamera motoru	Manyetik	Demir
Rakor	Tüfek Namlusu	Estetik, mukavemet	Çelik
Kovan	Kol saati	Estetik, korozyon	Paslanmaz çelik

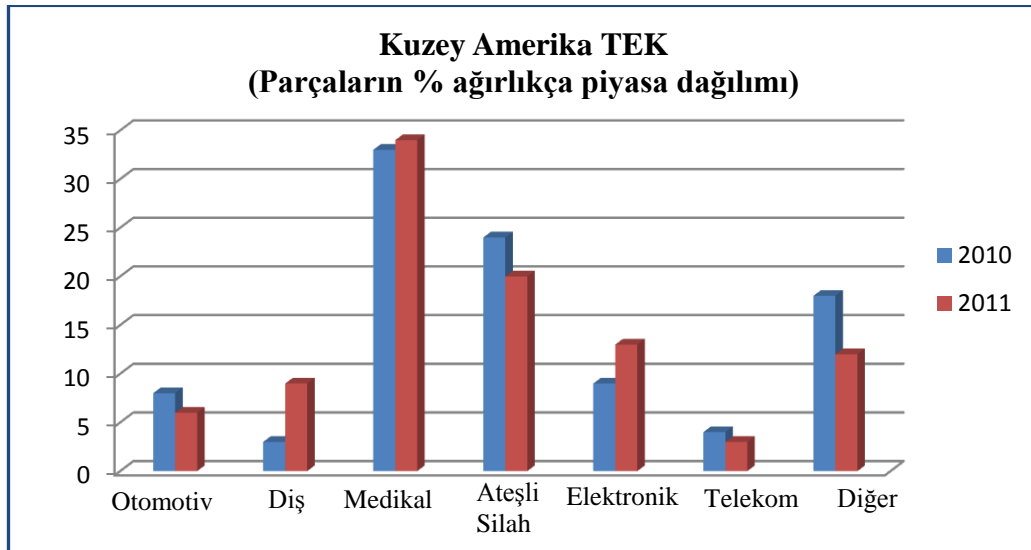
Şekil 3.5’ te TEK ve MEK ürünlerden elde edilen dünya çapındaki satış değerlerinin yıllara göre dağılımı verilmiştir. Verilen grafikte açıkça görüldüğü üzere enjeksiyon kalıplama yönteminin pazar payı yıllara göre bir artış göstermektedir.



Şekil 3.5. TEK ve MEK için dünya çapındaki yıllık satışlar [Kim, 2010]

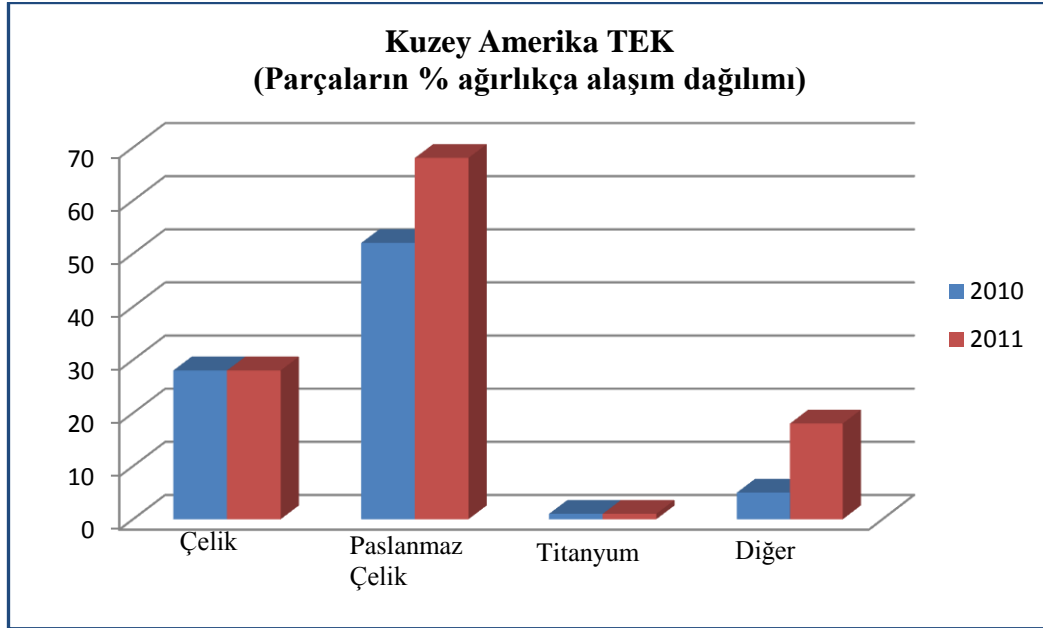
Enjeksiyon kalıplama üzerine uzun yıllar boyunca yapılan yoğun çalışmalar bu üretim tekniği üzerinde bilgi ve deneyimi günümüze taşımıştır. Toz metal parçalarda nihai ürünlerde aranan kesin ölçü ve yüksek şekil karmaşıklığı, enjeksiyon kalıplama yönteminde tecrübe ve deneyimin bir araya gelmesi ile toz enjeksiyon kalıplama zaman içerisinde hızla gelişmiştir. Bir ileri teknoloji üretim tekniği olan TEK, metal ve seramik esaslı tozların plastikler gibi kolayca şekillendirilebilmesine imkan sağlarken aynı zamanda şekil bakımından karmaşıklık gösteren parçaların imalatına da yol açmıştır. TEK alanında ki gelişmeler bu yöntemin dünya çapında pazar payının hızlı bir şekilde artmasına izin vermiştir.

TEK endüstrisi besleme stoğu fiyatları konusunda kaygılı olsa da TEK pazarı büyümektedir ve Kuzey Amerika pazarı 2011 yılında parça satışından yaklaşık 200 milyon dolar beklemektedir. Kuzey Amerika'da TEK pazarının sadece% 7'si otomotiv endüstrisine ayrılmışken, medikal uygulamalar ve ateşli silah parçaları en büyük paya sahiptir. Avrupada ise otomotiv endüstrisi TEK marketin % 50 sini oluşturmaktadır [Martens, 2011].



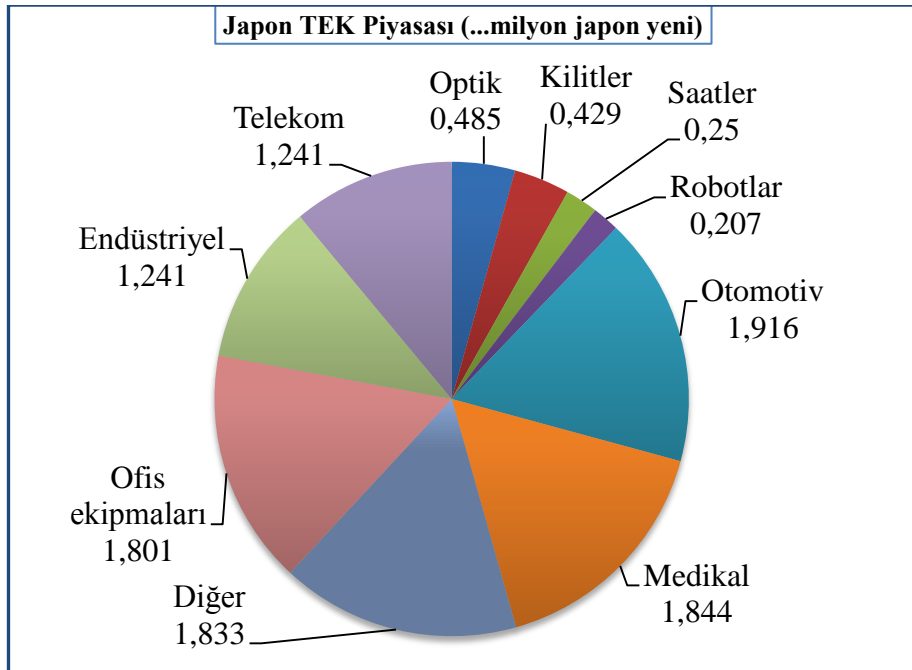
Şekil 3.6. Kuzey Amerika TEK ürünlerin piyasa dağılımı [Williams, 2011]

Şekil 3.6 ve 3.7' de Kuzey Amerika bölgesinde 2010 ve 2011 yıllarında TEK teknolojisi kullanılarak üretilen ürünler ve ham maddelere ait % ağırlıkça dağılımlar verilmiştir.

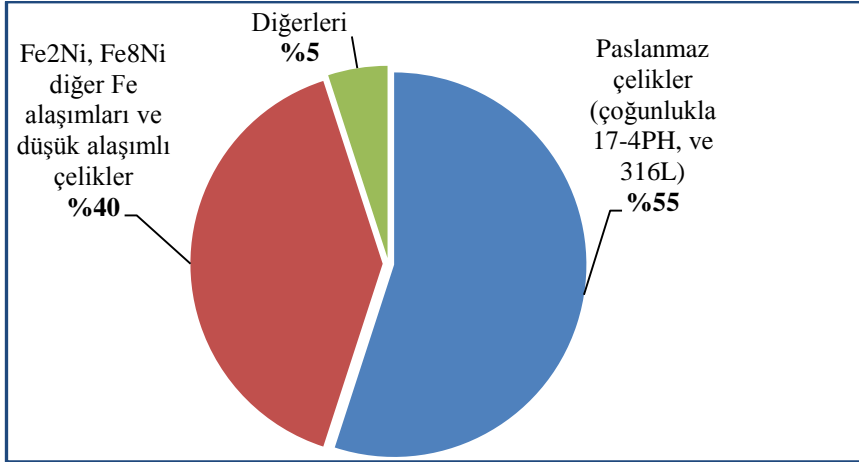


Şekil 3.7. Kuzey Amerika TEK ürünlerin ağırlıkça alalım dağılımı [Williams, 2011]

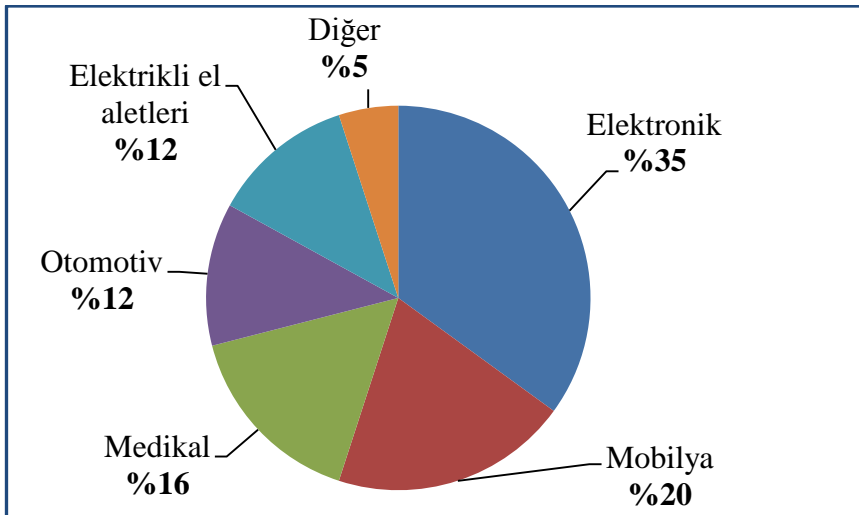
Toz enjeksiyon kalıplama alanındaki gelişim sürecinin Asya kıtasında ise Amerika ve Avrupa'ya kıyasla çok düşük olduğu söylenemez. Şekil 3.8, 3.9 ve 3.10' da Japon ve Çin piyasalarındaki TEK ürünlerin dağılım grafikleri verilmiştir.



Şekil 3.8. Japonya TEK piyasası, ürün satış değerleri [Williams, 2011]



Şekil 3.9. Standart Çin TEK malzemeler [Williams, 2011]



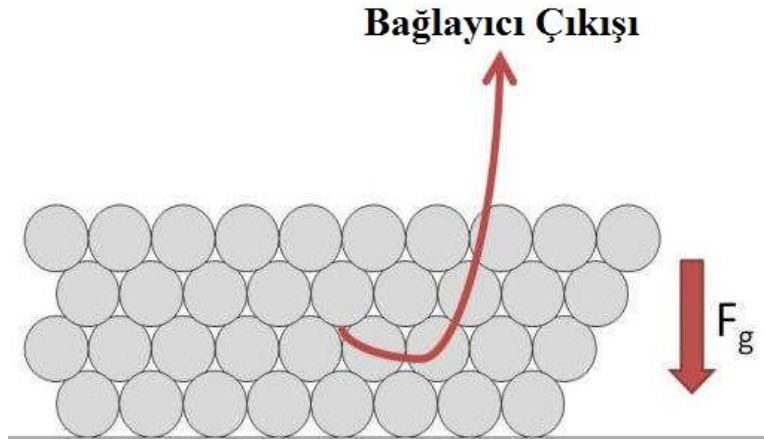
Şekil 3.10. Başlıca Çin TEK piyasası [Williams, 2011]

3.1. TEK İşleminde Karşılaşılan Sınırlamalar ve Avantajlar

Boyut ve şekil sınırlamaları TEK işleminde hala giderilememiş faktörler arasındadır. Besleme stoğu maliyetinin yanı sıra bu sınırlamalar özellikle ayırıştırma ve sinterleme işlemlerinden kaynaklanmaktadır. Genel bir kural olarak 200g' ın üzerindeki ağırlığa sahip parçalar, genellikle diğer üretim süreçleri yoluyla daha ekonomik olarak imal edilebilir [Martens, 2011].

Besleme stoğu maliyeti, bu ağırlıktaki TEK işlemin avantajlarını aşmaktadır. Bu durum EPMA (Avrupa Toz Metalurjisi Derneği) tarafından şu şekilde ifade

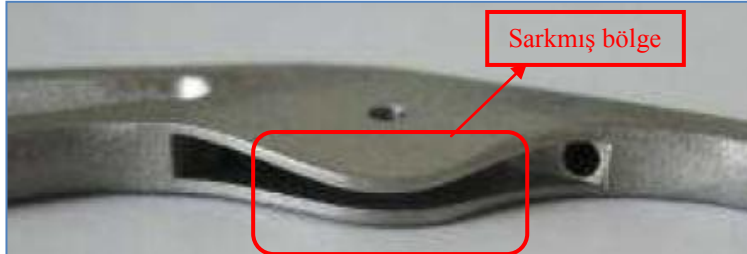
edilmiştir: Teorik olarak maksimum boyutlu parçalar üretmek için bir sınır yok, ancak şu an da var olan ekonomik hususlar parça boyutlarını kısıtlamaktadır. Tozun toplam maliyeti parça ağırlığının doğrusal bir fonksiyonudur [Martens, 2011]. Bağlayıcı giderme esnasında ve sonrasında karşılaşılabilecek çeşitli sınırlamalar vardır. Bağlayıcı, bileşenin merkezinden güvenli şekilde uzaklaştırılmalıdır; desteklenmeyen alanlarda yerçekimi nedeniyle sarkma/çukurlaşma olabilir. Bağlayıcı giderme işlemi sonrası kalın kesit alanına sahip bir malzeme de karşılaşılabilecek durum Şekil 3.11’ de şematik olarak gösterilmiştir. Yapı içerisinde bağlayıcı ayrıştırma zaman maliyetinin yanı sıra bağlayıcının tamamen giderilememesi gibi risk de mevcuttur. Aşırı kalıntı bağlayıcı, sinterleme sırasında çatlak, gözenek ve deformasyona yol açacaktır. Ayrıca düzgün duvar kalınlığı önemlidir, çünkü düzgün olmayan duvar kalınlığı bozulmalar, çatlaklar, iç gerilmeler, gözeneklere ve çökmelere neden olabilir. Duvar kalınlığındaki değişimler sinterleme sırasında büzülmelere neden olduğu gibi, boyutsal kontrolü de zorlaştırmaktadır [Heaney, 2007, Martens, 2011].



Şekil 3.11. TEK işleminde bazı sınırlamaların şematik gösterimi [Martens, 2011].

TEK işleminde boyutsal sınırlamalara farklı bir açıdan baktığımızda karşımıza desteksiz parçaların sinterleme sırasında şeklinin bozulabileceği çıkmaktadır. Şekil 3.12’ de bir enstrümanın parçası görülmektedir. Parçanın desteklenmeyen kısmı yerçekiminin etkisini göstermektedir ve sinterleme sırasında sarkma meydana gelmiştir [Martens, 2011]. Olevsky ve German yerçekiminin tamamen destekli parçalarda bile anizotropik çekmeye ve şekil bozulmalarına neden olduğunu

göstermiştir, bu bakımdan desteksiz alanlar da daha dikkatli olunması gerektiğini belirtmişlerdir [Olevsky ve German, 2000].



Şekil 3.12. Yerçekimin sinterleme süresince etkisi [Martens, 2011]

Metal enjeksiyon veya toz enjeksiyon kalıplama işleminde karşılaşılabilecek boyutsal sınırlamaların haricinde yöntemin diğer dezavantajları araştırmacılar tarafından birkaç maddede sıralanmıştır [German, 1990, Karataş, 1997, Gökten, 2003, Berber, 2005, Urtekin, 2008, Erdem, 2010].

TEK yönteminin dezavantajları:

- Toz boyutunun küçük ($<20\mu\text{m}$) ve şeklinin küresel veya küresele yakın olması.
- Geleneksel TM’de olmayan bağlayıcı giderme işlemi kolay değildir. Bu aşama ek bir maliyet getirir.
- Bağlayıcı giderme ve sinterleme aşamalarında beklenmeyen hatalar ön-ürün firesine sebep olur.
- Geleneksel TM’ye göre pahalı bir yöntemdir. Kalıp, tezgah ve çeşitli aparatlar maliyeti artırır.

TEK yönteminin öne çıkan bazı özellikleri şu şekilde tanımlanabilir: Şekil karmaşıklığı, sıkı tolerans, çeşitli malzemeler için uygulanabilirlik ve üstün özellikli final parçası [German ve Bose, 1997]. TEK küçük karmaşık geometriler için çok ekonomiktir. Bu yöntem mükemmel boyutsal toleransı sayesinde % 0,3 aralığı içerisinde kontrol edilebilir ve daha küçük bileşenlerin hassas boyutsal kontrolüne imkan sağlar [Rak, 1999]. Buna bağlı olarak TEK işlemi, genellikle yüksek değerli çeşitli malzemelerin küçük boyutlu karmaşık bileşiklerinin üretiminde uygulanmaktadır [Piotter ve ark., 2010]. TEK teknolojisi üzerine yapılan araştırma geliştirmelere bağlı olarak mikroyapısal bileşenlerin üretimi için bu yöntemin aktif

olduğu görülmektedir ve çeşitli endüstriler için uygulanabileceği belirtilmiştir [Ruprecht ve ark., 2002]. TEK işleminde genellikle sinterleme yoğunluğunu artırmak için 20 μm 'den daha küçük çapa sahip tozlar kullanılmaktadır. Ancak küçük boyutlu toz parça maliyetini artırmaktadır.

Toz enjeksiyon kalıplama işleminin avantajları araştırmacılar tarafından birkaç maddede sıralanmıştır [German, 1990, Karataş, 1997, Gökten, 2003, Urtekin, 2008, Erdem, 2010].

TEK yönteminin avantajları:

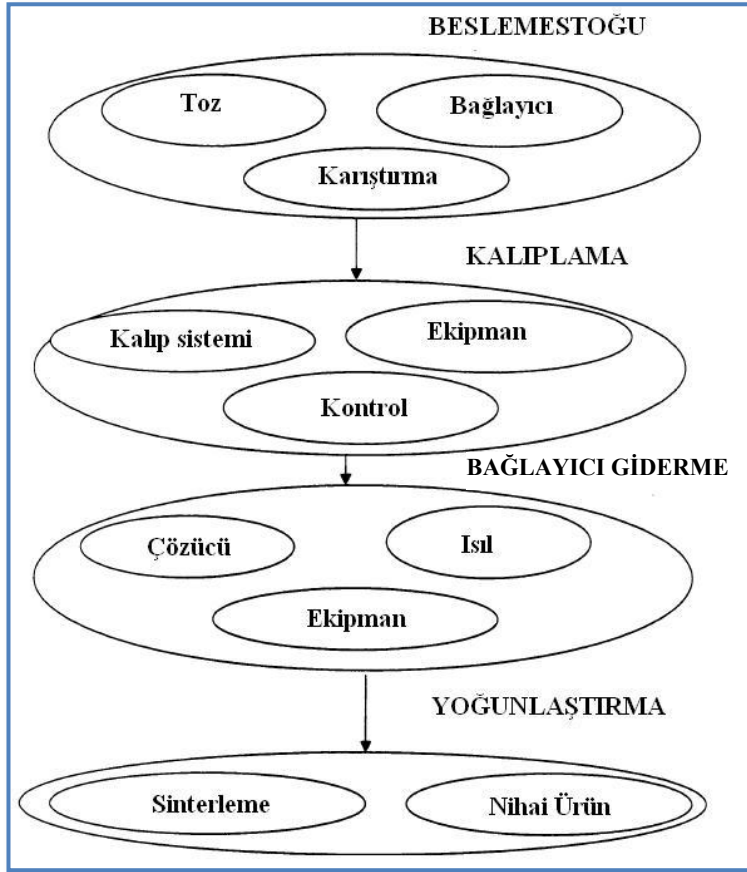
- Geleneksel toz metalurjisi ile üretilemeyecek karmaşık şekilli parçaların üretimine imkan verir.
- Sinterleme sonrası parçanın tümünde homojen yoğunluğa ulaşılır.
- Geleneksel TM ile üretimi çok zor olan mikro parçalar üretilir.
- Toz boyu 400nm olan bir tozdan yaklaşık on katı büyüklükte, yani 5 μm büyüklüğünde parça elde etmek mümkündür.
- Geleneksel TM den daha hassas toleranslarda çalışılır.

Şekil 3.13'te parça karmaşıklığı ve ağırlığına bağlı olarak TEK yöntemi diğer üretim yöntemleri mukayese edilmiştir.



Şekil 3.13. TEK ve diğer üretim süreçlerinin karşılaştırılması[Martens, 2011]

Toz enjeksiyon kalıplama işlemi genel itibariyle dört ana bölümden oluşmaktadır. Şekil 3.14'te yöntemin ana bölümleri şematik olarak gösterilmiştir. İşlemin ilk bölümü besleme stoğu hazırlama aşamasıdır. Besleme stoğu toz ve bağlayıcı karışımından oluşan enjeksiyon kalıplama yöntemine ait bir terim olarak kabul edilebilir. Hazırlanan besleme stokları uygun basınçlar ve planlanan işlem sistematigi dâhilinde kalıplanarak ham yoğunluğa sahip ilk ürün elde edilir. Ham yoğunluk kazandırılmış numuneler işlem sürecinde kritik bir dilimi oluşturan bağlayıcı uçurma aşamasına tabii tutulurlar. TEK yöntemin son aşamasında ise numuneler kullanılan toz özelliklerine bağlı olarak sinterlenir ve nihai ürün elde edilir.

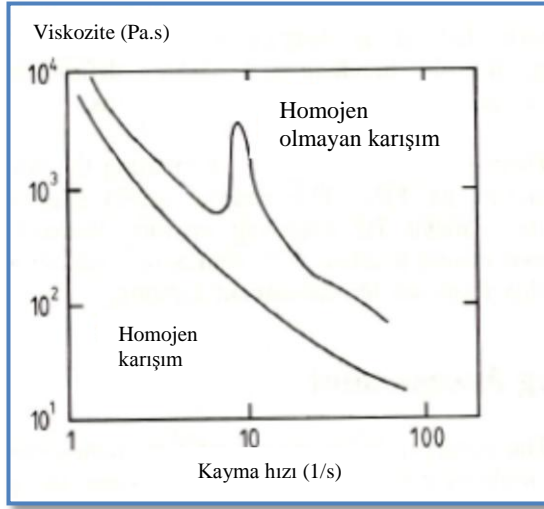


Şekil 3.14. Dört ana bölüm altında TEK işleminin akış şeması; besleme stoğu hazırlama, kalıplama, bağlayıcı uçurma ve yoğunluk kazandırma [Maheshwari, 2001].

3.2. Besleme Stoğu Hazırlama (Karıştırma) ve Granülleme İşlemi

Besleme stokları viskoelastik bir davranışa sahip toz - bağlayıcı karışımlarıdır. Bir başka ifadeyle enjeksiyon kalıplama için kullanılacak toz ve bağlayıcı karışımların tanelenmiş halidir. Besleme stokunun özelliklerini taneleme tekniği, karıştırma metodu, toz - bağlayıcı oranı, toz özelliği ve bağlayıcı kompozisyonu belirler [Ünal, 2012]. Besleme stokları içerisinde bulunan toz ve bağlayıcı miktarları belirli kriterlere göre ayarlanır. Besleme stokları içerisinde bulunan toz ve bağlayıcıların kendilerine ait standartları bulunduğu söylenebilir. Bir bağlayıcı sistemi içerisinde birden çok eleman bulunabilir. Besleme stoğu içerisinde bulunan tozun miktarı kullanılan toz parçacık şekline, boyutuna bağlı olarak değişebilir. Besleme stoğunda fazla toz, az bağlayıcı olması durumunda viskozite aşırı artar ve kalıplanmada zorluklar yaşanır. Bağlayıcının fazla olması ise sinterleme sırasında parçada aşırı bir boyut küçülmesine, kalıplama sırasında bağlayıcı ayrışmasına, homojensizliğe ve bağlayıcı giderme sırasında çökmeye neden olur [Karataş, 1997].

Besleme stoğu bileşimi, parçacıklar yüksek paketleme yoğunluğuna erişecek ve karışımın yoğunluğu düşük tutulacak şekilde hazırlanır [German, 2007]. TEK besleme stoklarının homojensizliği karışım ile ilgilidir. Araştırmacılar iki farklı karıştırma yönteminden bahsetmişlerdir. Bu karıştırma yöntemlerinin ilkinde bağlayıcı ve tozları kuru olarak ilk hallerinde olduğu gibi toz şeklinde karıştırma ve ikincisinde ise bağlayıcıyı sistemini eritip tozu ilave etme şeklinde olacağı söylenmiştir [German, 1990, Karataş, 1997]. TEK karışımlarında homojen olmayan karışım, bağlayıcının tozlardan ayrılması ya da bağlayıcı içerisindeki tane büyüklüğüne göre ayrışma şeklinde olur. Besleme stoğunun homojenliğini ölçmenin en iyi yolunun, kılcal reometrede kayma hızı-viskozite değişimini belirlemek olduğu rapor edilmiştir. Şekil 3.15'te homojen ve homojen olmayan bir biçimde karıştırılmış demir-yağ besleme stoğu için, aynı sıcaklık ve basınç şartlarında kılcal reometrede belirlenen kayma hızı-viskozite değişimi verilmiştir [Urtekin, 2008].



Şekil 3.15. Homojen ve homojen olmayan karışımın kayma hız-viskozite değişimi [Urtekin ve ark., 2012]

German besleme stoğundan geri dönüşüm elde edilmesinin TEK işleminde tasarruf sağlayacağını bildirmiştir [German, 1990]. Hazırlanan besleme stokları hızlı dolum sağlamak ve hurda malzemeyi (yollukta kalan vs) tekrar kullanmak amacıyla çeşitli aparatlar kullanılarak granüller haline getirilir. German TEK işleminin için granül hale getirilmiş parçacığın ortalama boyutunun dört mm civarı olduğunu ve tanelerde karşılaşılabilecek en genel hatanın homojensizlik olduğunu rapor etmiştir. [German, 1990].

3.2.1. TEK işleminde kullanılan tozların özellikleri

Toz enjeksiyon kalıplama işleminin ilk adımını kullanılacak tozun tanecik boyutu, şekli gibi özelliklerinin oluşturduğu söylenebilir. Kontrollü bir kalıplama ve kusursuz bir nihai ürün elde etmek için kullanılacak tozların özelliklerinin bilinmesinde fayda vardır. Sinterlenen parçanın son özelliklerinin tozun başlangıç özelliklerine bağlı olduğu rapor edilmiştir [Karataş ve Sarıtaş, 1998].

TEK işleminin günümüz teknolojisinde çok hızlı gelişim gösteren ileri teknoloji imalat yöntemlerinin başında gelmektedir. TEK yöntemi teknolojik ilerlemelere paralel olarak birçok metal ve seramik malzeme tozlarına uygulanabilmektedir. Alüminyum, bakır, düşük alaşımlı çelikler, yüksek hız çelikleri, paslanmaz çelikler,

süperalaşımalar, intermetalikler, manyetik alaşımlar ve sert metaller gibi çeşitli ticari metaller TEK yönteminde kullanılabilir [Karataş ve Sarıtaş, 1998, Maheshwari, 2001, Zlatkov ve ark., 2008]. Çeşitli çalışmalarda [German, 1990, Karataş, 1997, Maheshwari, 2001, Zlatkov ve ark., 2008], TEK işleminde kullanılacak ideal tozlarda aranan özellikler şu şekilde sıralanmıştır;

1. Düşük maliyet ve yüksek paketleme yoğunluğu için uygun partikül dağılımı (küçük partiküller yüksek maliyet, büyük partiküller düşük maliyet),
2. Aglomerasyon (topaklanma) olmaması,
3. Ağırlıklı olarak küresel (veya eşeksenli) partikül şekli,
4. Bağlayıcı giderme işlemi sonrası çarpımları önlemek için partiküller arası yeterli sürtünme, muhtemelen 55 derece üstünde şev (yaslanma) açısı,
5. Hızlı sinterleme için küçük ortalama partikül boyutu, 20 mikron altı,
6. Gözeneklerin olmadığı yoğun partiküller,
7. Minimize edilmiş tehlikeler (patlama ve zehir içeriği),
8. Bağlayıcı ile öngörülebilir bir etkileşim için temiz partikül yüzeyi.

TEK yönteminde sıkıştırılabilirliği etkileyen önemli parametrelerden birisi kullanılan tozun parçacık şekli ve boyutudur. Parçacık şekli; paketlemeyi, akışı ve sıkıştırılabilirliği etkiler. Parçacık şeklini sayısal olarak ifade etmek zor olduğundan şeklin bir anlam ifade etmesi için nitelikle ilgili tanımlayıcılar sıkça kullanılmaktadır. Şekil 3.16 parçacık şekillerini ve uygun niteliksel tanımlamaları göstermektedir [German, 2007]. Karataş ve Sarıtaş yaptıkları çalışmada TEK için ideal tanecik şeklinin belirlenmesinin kolay olmadığını söylemişlerdir. Küresel bir tozun yüksek paketleme yoğunluğu sağlarken sinterleme sırasında oluşan çekme (daralma) miktarını azalttığını ve katılacak bağlayıcı miktarını en aza indirdiğini belirtmişlerdir. Fakat küresel parçalar arasında mekanik bağlılık olmadığından ham mukavemetin düşük olduğunu vurgulamışlardır. Diğer taraftan karmaşık şekilli ya da silindirik yumrumsu bir tozun düşük paketleme yoğunluğu vereceği, daha fazla bağlayıcı gerektireceği ve buna bağlı olarak sinterleme sırasında çekmenin fazla olacağı fakat bu toz şekillerinin daha iyi ham mukavemet sağladığı rapor edilmiştir. [Karataş ve Sarıtaş ,1998].



Şekil 3.16. Olası parçacık şekilleri ve önerilen niteliksel tanımlayıcılar [German, 2007]

Geleneksel toz metalurjisinde ve TEK işleminde paketlenme yoğunluğu ve parçacıklar arası sürtünme dikkat edilmesi gereken kavramlardır. Parçacıklar arası sürtünme kaymayı engellediğinde paketlenme iyi olmaz. Parçacıklar arası sürtünme biri diğerini kayarak geçen parçacıkların sergilediği direnci ifade eder. Bu sürtünme önemli ölçüde yüzey alanı, yüzey pürüzlülüğü ve yüzey bileşimine belirlenir. Yüzey alanı arttıkça, birim kütledeki yüzey alanı artar ve bunun sonucu olarak tozdaki sürtünme miktarı artar. Sonuç olarak parçacıklar daha az verimli bir akış ve paketlenme sergiler [German, 2007]. TEK işleminde ortalama tane büyüklüğü etkili bir faktördür ve birçok aşamayı etkiler. TEK için ortama parçacık boyutu genellikle 2-8 μm aralığındadır, fakat ortalama parçacık boyutunun 20 μm 'dan küçük olduğu tozlarında kullanılabileceği ifade edilmektedir [German ve Bose, 1997, Bose ve ark., 2007, Hausnerova ve ark., 2011]. Parçacık boyutu azaldıkça paketlenabilirlik artar ve sinterleme sonrası yüksek yoğunluklar elde edilebilir. Fakat bağlayıcı giderme

aşamasında süre uzar. Parçacık boyutu artırkça paketlenabilirlik azalır ve sıkıştırılabilirlik zorlaşır. İri tozların akışkanlığı zayıftır. Parçacık dağılımının genişliği, dağılımın ortalama parçacık büyüklüğünden uzaklığının ölçüsüdür ve basit bir formülle ifade edilebilmiştir (Eş. 3.1).

$$S_w = \frac{2.56}{\log_{10} \frac{D_{90}}{D_{10}}} \quad (3.1)$$

Yukarıda verilen formülde S_w parçacık boyut dağılımı, D_{90} toz kütlelerinin %90'nın ortalama parçacık boyutu, D_{10} toz kütlelerinin %10'unun ortalama parçacık boyutu ve 2.56 sabittir [Sotomayor ve ark., 2010]. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde kullanılacak tozlar için S_w değerinin ya 2'den küçük yada 7'den büyük olması gerektiği bildirilmiştir [Karataş ve Sarıtaş, 1998].

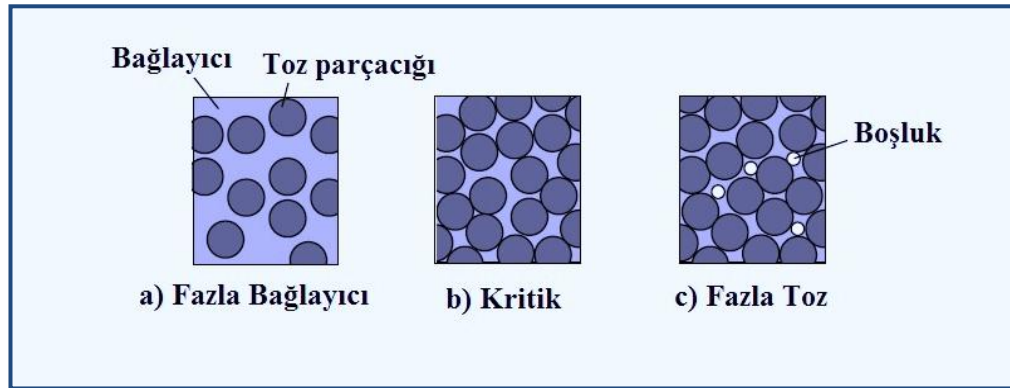
TEK işleminde kullanılacak tozların özellikleri ve etkileri Çizelge 3.2'de özetlenmiştir.

Çizelge 3.2. Tozların özellikleri ve TEK'e etkileri [Karataş ve Sarıtaş, 1998].

	Avantaj	Dezavantaj
Küçük Tanecik	Hızlı sinterleme, Kusursuz parça şekli.	Yavaş bağlayıcı çözümü, Yüksek maliyet, Daha fazla topaklanma, Karışım viskozitesinde yükseklik.
Küresel Tanecik	Yüksek paketleme yoğunluğu, Düşük karışım viskozitesi.	Daha fazla sinterleme firesi, Bağlayıcı gidermede çökme, Düşük ham mukavemet.
Geniş Tanecik Dağılımı	Yüksek paketleme yoğunluğu, Daha az sinterleme firesi.	Yavaş bağlayıcı giderme, Homojen olmayan mikro yapı, Daha çok kalite kontrol sorunu.

3.2.2. TEK işleminde kullanılan bağlayıcıların özellikleri

Başarılı bir TEK işlemi için bağlayıcı miktarı ve bileşimi belirlenmesi gereken bir faktördür. Çok az miktarda bağlayıcı besleme stokları içerisinde boşluklar ile birlikte yüksek viskoziteye neden olmaktadır ve bu durum kalıplama işlemi sırasında zorlanmaya sebep olmaktadır. Ayrıca çok miktarda bağlayıcı kalıplanmış parçanın bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemleri sırasında şekil kaybına ve çarpılmaya neden olmaktadır. Toz - bağlayıcı arasında bağlayıcının bir miktarı vardır ve bu değer besleme stokları için optimum değerdir. Bu değer kullanılan toz bağlayıcı sistemi için özeldir ve değişebilir. Şekil 3.17’de toz bağlayıcı karışımı için 3 olası durum gösterilmiştir [German, 1997, Barbosa, 2011].



Şekil 3.17. Toz-Bağlayıcı karışımı içerisinde üç olası durum:

- a) Fazla Bağlayıcı
- b) Kritik bağlayıcı konsantrasyonu
- c) Yetersiz bağlayıcı nedeniyle boşluk [Barbosa, 2011, German, 1997]

Toz enjeksiyon kalıp işlemi küçük ve karmaşık metal parçalar üretmek için ekonomik bir yöntemdir. Bu işlemde toz haldeki metal, besleme stoğu oluşturmak için bağlayıcı denilen çeşitli harmanlanmış bileşimlerle karıştırılır. Bağlayıcının rolü parçalara şekil verilirken (kalıplanırken) metal parçacıklarını bir arada tutmaktır. Buna ek olarak, enjeksiyonla şekil verme işleminde oda koşullarında akıcılığı ve mukavemeti sağlar. Parçaları şekillendirdikten sonra bağlayıcı, çözücüde giderme, termal bozulma veya katalitik ayrılma gibi sıralı kombinasyon işlemlerinin birisiyle çözülme safhasında ortadan kaldırılmalıdır. Çözülme sırasında şekil dengesini sağlamak için, bağlayıcılar çok bileşenli sistemler olarak formüle edilmektedir. Bu

yüzden bir bileşen ortadan kaldırılırken diğerleri metal parçalarını yerlerinde tutar. Bağlayıcı tamamen ortadan kaldırılınca, parçalar son ürünü oluşturmak için sinterleme ile beraber kaynaklanır. Sinterleme sonrası elde edilen yoğunluk, metalin teorik yoğunluğuna yakındır.

Daha öncede bahsedildiği gibi, besleme stoğu TEK içinde şekillendirilmiş veya şekillendirilecek malzemedir. Bu yüzden besleme stoğunun özellikleri tüm TEK işleminin başarısını belirler. Eğer besleme stoğu homojen ve durağansa, parçalar iyi kaliteye sahiptir. Besleme stoğunun çoğu özelliği metalle bağlayıcının bileşimine bağlıdır. Bağlayıcı ve metali birleştirmek için kullanılan karıştırma aracı yoğun kesmeyi sağlamalıdır. Planet mikserler, z-bıçak karıştırıcılar, otomatik mikserler ve çift vidalı ekstrüderler besleme stokunu oluşturmak için kullanılmaktadır. Karıştırma prosesinin en önemli amacı, her bir parçacığın tüm yüzeyinin bağlayıcı ile kaplanmasını sağlamaktır. Karıştırma mekanizması sadece karıştırılan toz ve bağlayıcının üzerinden anlatılamaz. Bazen bağlayıcı bileşenleri aynı işlem sırasında tozla bağlanabileceği gibi birbirleriyle de karışır. Sonuç olarak, besleme stoğunun üretimi kontrol etmesine veya hangi karıştırıcının kullanılmasının gerektiğine karar vermek kolay değildir [Adames, 2007].

Bağlayıcının rolünün besleme stoğuna akışkanlık vermek olduğunun altını çizmek önemlidir. Bu yüzden bağlayıcı besleme stoğuna şekil vermek için kullanılan geçici bir araç olarak görülmelidir ve bağlayıcı metal parçaya kalıcı şeklini verdikten sonra ortadan kalkar. Metal parçacıkların son konsolidasyonu bağlayıcının rol almadığı sinterleme süreci ile sağlanır.

Bağlayıcı, oda sıcaklığında katı ve besleme stoğu işlem sıcaklığında viskoz veya düzgün değildir. Bağlayıcının amacı metal parçaları bir arada tutmak ve besleme stoğuna akışkanlık vermektir. Bu fonksiyonlar iyi bir şekilde yapılırsa, besleme stoğu şekil verme, karıştırma veya çözülme sürecinde problem göstermez.

Başlıca bileşenlerden başka, geçici TEK bağlayıcıları genellikle besleme stoğunun akışkan özelliğini geliştiren, metal ve bağlayıcının etkileşimini artıran katkıları içerir. TEK katkıları seyrelticiler, dengeleyiciler, akışkanlaştırıcılar ve moleküller arası

yağlayıcıları içerir. Seyrelticiler, yüzey enerjisini azaltarak tozun ıslanabilirliğinin artışı sağlarlar. Dengeleyiciler yapısal kararlılık sağlayarak parçacıkların yüzeyinde tabaka oluşturarak parçacık topaklanmasını önlerler. Akışkanlaştırıcılar ve yağlayıcılar, sadece katı-bağlayıcı arayüzlerinde değil bağlayıcı içerisinde de işlem yapar. Moleküller arası yağlayıcılar dengeleyici moleküller ve bağlayıcı molekülleri arasındaki etkileşimi azaltırken, akışkanlaştırıcılar akış davranışını artırır. Katkıların çeşitliliği bağlayıcıları her bir uygulama için benzersiz yapmaktadır [Adames, 2007].

Bağlayıcının oluşumu ve metalle olası etkileşimi çözülme prosedürünü belirler. TEK endüstrisinde ısı çözülme, çözücü içerisinde çözme ve katalitik çözülme en çok bilinen üç tiptir. Birincisi TEK işleminde en sık kullanılanıdır. Isıl çözülmede, bağlayıcı içeren parça kontrol edilmiş atmosfer altındaki özel bir fırın içinde belirlenen sıcaklığa göre ısıtılır. Bağlayıcı, fırından ayrılan gaz ile atılan küçük moleküllerin içindeki termal parçalanma ile çözülür. Son kısımda, Van der Waals kuvvetiyle birlikte tutulan metalik parçacıkların gözenekli yapısı bir gövde temsil eder. Çözülmenin ikinci yöntemi, bağlayıcının uygun çözücüyle temas ettirilmesi ile parçadan bağlayıcının çıkarılması şeklinde olur. Katalizör çözülmede, parça gaz katalizör içeren atmosfer ile temas ettirilir. Katalizör, bağlayıcının, fırın dışına inert gazla atılabilen küçük parçacıklara parçalanmasını hızlandırır. TEK endüstrisinde tercih edilen çözülme, iki çözülme yöntemini arka arkaya içeren sıralı işlemdir. Bu işlem bağlayıcı çok bileşenli ise mümkündür aksi halde sıralı çözülme uygulanabilir değildir. Takip edilen tipik sıra, çözücü içerisinde giderme ve ısı çözme şeklindedir. Çözülme prosesinde önemli açı, çözülme sırasında parça şeklinin muhafaza edilebilir olduğu kısmıdır. Parça deformasyonu, çözgen veya termal çözülme sırasında bağlayıcının yumuşak hale gelmesiyle mümkündür. Böyle durumlarda, parçalar kendi ağırlıkları sebebiyle deforme olur. Eğer bu olursa, parça şekli bozulur ve başlangıç malzemesi düzeltilemez. Çözülme prosesin de diğer dikkat edilmesi gereken durum zehirli ve tehlikeli çözücülerdir. Çözücüler zehirli buhar ve gaz veya zehirli malzeme içerebilirler. İnert ve çevre dostu çözücüler ve prosesler tercih sebebidir. Adames, yaptığı çalışmada bağlayıcı sistemlerini iki sınıfta kategorize etmiştir. Bunlardan ilkinin polimerlerle (wax/polimer) modifiye edilmiş wax-esaslı yağlayıcılar ve ikincisinin ise polimer-esaslı (polimer/polimer) yağlayıcılar olduğu

rapor edilmiştir. Wax esaslı bağlayıcılar, bir veya daha fazla değişik orijinli ve birden fazla polimerle oluşturulur. Bazı örneklerde yağ eklenir; bu bağlayıcılar wax/polimer esaslı bağlayıcı grubu içinde düşünülmelidir. İkinci bağlayıcı sistem seti iki veya çok polimer karışımını içeren polimer esaslı bağlayıcılardır. Polimerik bağlayıcı sistemleri wax/polimer bağlayıcılara göre akışkan özellikleri, sıralı çözülme imkânları ve çözülme sırasında daha iyi numune şeklini koruma gibi birçok avantaja sahiptir [Adames, 2007].

Ergül ise yaptığı çalışmada bağlayıcıların termoplastik esaslı bağlayıcılar, termoset esaslı bağlayıcılar, su esaslı bağlayıcı sistemleri, jel esaslı bağlayıcı sistemleri ve inorganik esaslı bağlayıcı sistemleri olmak üzere beş ana grupta toplandığını bildirmiştir. Polimerler, termoset ve termoplastik olmak üzere iki ana gruba ayrılır. Termosetler ve termoplastikler kullanım sıcaklıklarına göre farklı viskozite değerleri sergiler. Termosetlerin molekül ağırlıkları ve molekül zincir uzunlukları termoplastiklere göre daha fazladır. Termoplastik ve termoset esaslı bağlayıcılar yüksek ham mukavemet değerleri verdiklerinden dolayı sıkça kullanılırlar. Özellikle termoplastikler ham mukavemetlerinin yanı sıra düşük viskozite ve bağlayıcı giderme esnasında mükemmel sonuç verir. Kısa molekül zincir uzunluğuna sahip termoplastikler düşük sıcaklıklarda kolaylıkla bünyeden uzaklaşırlar. Parafin, mikroglicerinin mum ve doğal mumlar gibi termoplastikler ise düşük viskozite değerlerinin yanı sıra bağlayıcı giderme aşamasında düşük sıcaklıklarda bünyeden uzaklaşan ilk bağlayıcılardır. Termoset esaslı bağlayıcılar termoplastiklere göre daha yüksek ham mukavemet değerlerine sahiptir fakat viskozite değerleri yüksektir [Ergül, 2007].

Sabancı ise yaptığı çalışmada Polipropilen' in termoplastiklerin en önemli gruplarından bir tanesi olduğunu ve enjeksiyon kalıplama içerisinde özel bir yere sahip olduğunu bildirmiştir. PP makul fiyatının, mükemmel kimyasal dayanımı, düşük yoğunluğu ve kolay işlenebilmesi ile olan kombinasyonundan dolayı birçok sektörde kendine geniş bir uygulama alanı bulmaktadır. Ana özellikleri arasında yüksek darbe dayanımı, düşük yoğunluğu, kimyasallara karşı yüksek dayanım, iyi elektriksel dayanım, yüksek mekanik mukavemet, düşük nem alma, makul fiyat, işleme

kolaylığı gösterilebilir. PP’de mekanik özellikler ısı, zaman, nem oranı ve ürünün hazırlandığı ortam şartlarına bağlıdır. PP’nin en büyük avantajı sertlik/mukavemet oranındaki mükemmelliktir [Sabancı, 2005].

Karataş ve Sarıtaş, yaptıkları çalışmada German ve diğer araştırmacılardan referansla bağlayıcının niteliklerini çizelge halinde özetlemişlerdir (Çizelge 3.3) [Chung ve ark., 1989, German, 1991, Karataş ve Sarıtaş, 1998].

Çizelge 3.3. TEK işlemi için bağlayıcı nitelikleri

Akış özellikleri
• Kalıplama sıcaklığında saf bağlayıcı viskozitesi < 10 Pa-s,
• Kalıplama sırasında, sıcaklıkta yapılan değişime göre viskozitede az değişiklik,
• Soğuduktan sonra iyi ham mukavemet,
• Toz tanecikler arasına giren uyumlu küçük moleküller,
• Tozdan akış ile ayrılmama.
Tozla etkileşim
• Düşük temas açısı ve toz ile iyi bir yapışma ,
• Toza göre kimyasal olarak pasif durum.
Ayrışma
• Farklı özelliklerde birden fazla bileşen,
• Aşındırıcı olmama,
• Bozulma sıcaklığı kalıplama ve karıştırma sıcaklığının üzerinde,
• Yaygın olarak bilinen zehirleyici olmayan çözücülerde çözülebilirlik,
• Isıl genleşme veya kristalleşmeden gelen düşük kalıcı gerilme.
Üretim
• Ucuz,
• Güvenli ve çevreci olarak kabul edilen bir ürün,
• Uzun raf ömrü,
• Tekrar kullanılabilirlik,
• Yüksek yağlayıcılık,
• Yüksek bağlayıcılık ve katılık,
• Düşük ısıl genleşme katsayısı,
• Kolay temizlenme, bilinen çözücülerde çözünürlük.

3.2.3. Reoloji ve akış davranışları

Başarılı bir TEK işlemi için besleme stoklarının akış davranışlarını belirlemenin en önemli işlem adımlarından birisi olduğu söylenebilir. Akış davranışlarının karakteristik özelliklerinin anlaşılabilmesi için ilk incelenmesi veya tanımlanması gereken terim reolojidir. Sıvıların akış, katıların deformasyon özelliğini tanımlayan

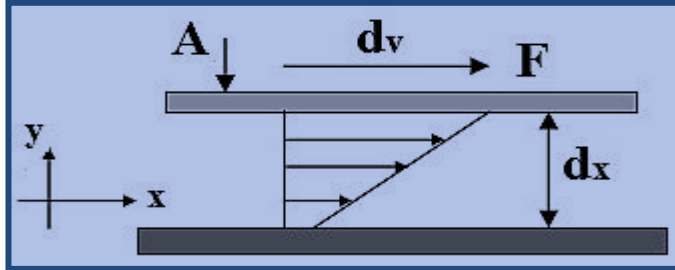
reoloji, rheos (iş) ve logos (bilim) kelimelerinde oluşmaktadır [Çelebi, 2009]. Diğer bir ifadeyle reoloji, malzemenin uygulanan gerilme altında deformasyonunu inceleyen bilim dalı olarak tanımlanmıştır [Carreau, 1997, Uluer, 2009]. Malzemelerin reolojik özelliklerinin en önemlisinin, viskozite olduğu söylenebilir. Viskozite, malzemenin akmaya karşı gösterdiği direnci ifade etmektedir ve ergiyik besleme stoğunun kalıp boşluğuna dolunun da en kritik rolü oynamaktadır.

Viskozite, bir sıvının akmaya karşı gösterdiği dirençtir. Viskozite artırkça direnç de artar. Viskoziteyi kısaca şu şekilde açıklayabiliriz: Paralel molekül tabakalarından oluşmuş, blok (bir deste kart gibi) bir sıvı düşünelim. Tabakaların en alt yüzeyinin sabit olduğunu kabul edelim. En üstteki sıvı tabakası sabit bir hızla hareket ettirildiğinde, diğer bütün tabakalar, en alttaki sabit tabakaya uzaklıkları ile orantılı bir hızla hareket edecektir. Her tabakanın farklı ivmesi olacaktır. Sıvının iç sürtünmesine bağlı olarak, kuvvetin uygulandığı tabakaya yakın olan tabakalar hızlı, uzak olanlar yavaş hareket edeceklerdir. Sıvı bloğunun sabit olan alt tabakasının yerinde durabilmesi için uygulanan F kuvvetine ters yönde ve eşit değerde bir kuvvete ihtiyaç duyulacaktır. F kuvveti bir gerilim meydana getirecektir. Kuvvetin uygulandığı sıvı yüzeyinin alanı A ve hareketi başlatmak için gereken kuvvet de F ise, birim alana düşen kuvvet F/A olacaktır. Buna kayma gerilmesi (shearing stress) denir. Bu gerilme düzlemlerin yer değiştirmesine de neden olur. Bu yer değiştirmede, düzlemler arasındaki akışa dik yöndeki uzaklığa x , düzlemlerin kayma hızınada, v diyecek olursak; dv/dx (shear rate) kayma hızı olarak tanımlanır [Çelebi, 2009]. Şekil 3.18'de yukarıdaki açıklamayı sembolleştiren bir görüntü verilmiştir. Yukarıdaki açıklamaya paralel olarak genel bir ifadeyle viskozite Eş. 3.2'de verildiği şekliyle kayma gerilmesinin kayma hızına oranı olarak sadeleştirilebilir. Kayma gerilmesi ve kayma hızı formülleri Eş. 3.3 ve Eş. 3.4'de sırasıyla verilmiştir. Genelde viskozite (η), kayma hızı ($\dot{\gamma}$) ve (τ) kayma gerilmesi olarak ifade edilir [Barbosa, 2011].

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3.2)$$

$$\tau_{xy} = \frac{F_x}{A_y} \quad (3.3)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{d_v}{d_x} \quad (3.4)$$



Şekil 3.18. Kaymanın şematik gösterimi

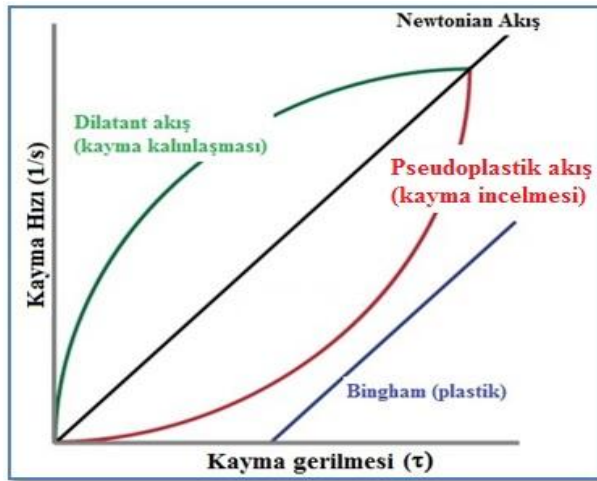
Enjeksiyon kalıplama işleminde şekil değiştirme hızı, viskozite ile belirlenmekte olup basınç ve zaman birimlidir (Pa.s). Viskozite besleme stoğu özelliği olup, gerilme ile şekil değiştirme hızı arasında ilişki oluşturur. Uluslararası birim sisteminde (SI) viskozitenin birimi Newton/metrekare (Pascalsaniye = Pa.s) olarak belirtilmiştir.

Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde ergiyik haldeki besleme stoğunun kalıp boşluklarına aktarılması (akışı) viskozite ile ilgilidir. Kısaca viskozite bir kalıplama parametresidir. Çeşitli araştırmalarda viskozitenin çok düşük ya da çok yüksek olmasının kalıplama sırasında problemlere neden olacağı bildirilmiştir. Viskozite değerinin çok yüksek olmasının kalıplamayı zorlaştıracağı veya çok düşük olmasının yapısal problemlere neden olacağı kalıplama işlemi sırasında bağlayıcı toz ayrışması gibi durumların gözlenebileceği rapor edilmiştir [Gökten, 2003, Zauner ve ark., 2004, Zaky ve ark., 2009].

Newton, sıvıları akış özelliklerine göre Newtonian akış gösterenler ve Newtonian olmayan akış gösterenler olmak üzere iki sınıfa ayırmıştır. Newtonian akış gösteren sistemlerde kayma gerilmesinin kayma deformasyonunun değişme hızı ile orantılı olarak artışı belirtilmiştir. Newtonian olmayan akış tipleri genel olarak üçe ayrılmıştır: Plastik akış (Bingham), pseudoplastik akış ve dilatant akış. Plastik akış tipi modern reolojinin araştırmacılarından olan Bingham'ın adına izafeten Bingham akış olarak da bilinmektedir. Bu akış tipinde sıvılar hemen akmazlar ve kayma gerilmesi belli bir eşik değerine ulaşıncaya kadar akış görülür. Pseudoplastik akış tipinde

Bingham akışın aksine eşik değeri yoktur. Pseudoplastik bir materyalin viskozitesi tek bir nokta ile ifade edilmez. Pseudoplastik bir maddenin viskozitesi kayma hızı artırdıkça azalır. Polimer çözeltiler ve polimer içeren yarı katı sistemler pseudoplastik akış gösterirler. Dilatant akış ise, pseudoplastik akışın tersine davranış gösterir. Kayma gerilmesi artırdıkça viskozite de artar. Artan hız gradyanı ile akışa karşı dirençte artar [Çelebi, 2009].

Toz enjeksiyon kalıplama işleminde arandığı akış tipinin Pseudoplastik akış olduğu çeşitli çalışmalarda rapor edilmiştir [Yang ve ark., 2002, Huang ve Hsu, 2009]. Newtonian tipi akışın genelde TEK işlemi için istenilen bir sistem olmadığı bilinmektedir. Dilatant akışın ise kalıplamada kayma hızı artırdıkça viskozitenin arttığı bir durumu tanımladığı için TEK işleminde istenilen bir durum olduğu söylenemez. Dilatant akış tipinde kalıplama sırasında olası toz bağlayıcı ayrışması ihtimalinden dolayı istenen bir akış olmadığı bildirilmiştir [German, 1990, Karataş, 1997, Yang ve ark., 2002]. German, yüksek viskozitenin şekillendirmeyi güçleştirirken, düşük viskozitenin şekillendirme sırasında toz-bağlayıcı ayrışmasına ve ardında da çatlama veya çarpılmaya sebep olabileceğini söylemiştir [German, 2007]. Şekil 3.19'da belirtilen akış tiplerine ait kayma gerilmesi-kayma hızı eğrileri verilmiştir.



Şekil 3.19. Farklı akış tipleri için kayma hızı-kayma gerilmesi eğrileri

Toz enjeksiyon kalıplama için hazırlanan besleme stoklarında pseudoplastik akış karakteristiğinin istenilen akış olduğu bilinmektedir. Bu tip karakter sergileyen

besleme stoklarının TEK uygulamalarında başarılı olduğu belirtilmiştir. Bu tip akışkanlar için:

$$\tau = K\gamma^n \quad (3.5)$$

Burada; τ kayma gerilmesi, γ kayma hızı, n akış davranış indeksi ve K sabittir.

$n > 1$ ise malzemenin dilatant olduğunu gösterir. Bu tip besleme stoklarında yüksek kayma hızı altında metal tozu ve bağlayıcı birbirinden ayrılır. $n < 1$ ise malzemenin pseudoplastik davranış sergilediğini gösterir ve reolojik açıdan istenen bir durumdur. Toz ve bağlayıcı karışımından elde edilen besleme stokunun reolojik özelliklerinden en önemlisi viskozitedir (η), ve aşağıdaki şekilde şöyle belirlenir:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3.6)$$

Genelde viskozite (η), kayma hızı ($\dot{\gamma}$), sıcaklık, toz yüklemesi (ϕ) ve bağlayıcı kompozisyonlarına bağlıdır.

$$\eta = \eta(\dot{\gamma}, T, \phi, \eta_b) \quad (3.7)$$

Burada η_b bağlayıcı karışımın viskozitesidir.

Genelde viskozite kayma hızına bağlı olarak tespit edilir.

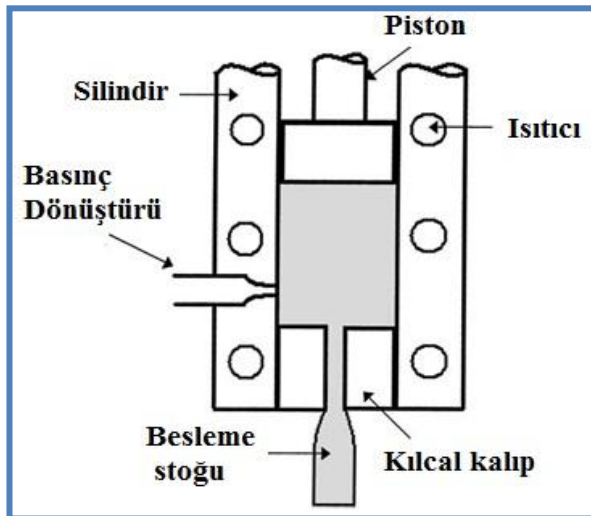
$$\eta = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (3.8)$$

Burada η besleme stoku viskozitesi, K sabittir. $\log \eta - \log \dot{\gamma}$ grafiğinin eğiminden $n-1$, buradan da n tespit edilebilir.

TEK besleme stokunun reolojik özelliğindeki ikinci önemli yaklaşım sıcaklığa bağlı viskozitedir. Normalde en iyi yaklaşım olarak, Arrhenius eşitliği kullanılır [Yang ve ark., 2002, Song-lin ve ark., 2002, Huang ve ark., 2003, Loebbecke ve ark., 2009, Sotomayor ve ark., 2010].

$$\eta = \eta_0 \exp \frac{E}{RT} \quad (3.9)$$

Burada η_0 sabittir, E akış aktivasyon enerjisi, R gaz sabiti, T Kelvin cinsinden sıcaklıktır. Eş. 3.9'a göre $\ln \eta$ grafiği çizilebilir. $1/T$ ile kesin kayma hızı elde edilebilir. Grafikler düz çizgiler içine sığma eğilimindedir. Düşük sıcaklığa bağlı viskozite kalıp boşluğuna daha fazla basınç aktarılmasına izin verir ve parçadaki çekmeye (büzölmeye) bağlı hataların önlenmesine yardımcı olur [Yang ve ark., 2002, Karataş ve ark., 2004, İbrahim ve ark., 2009, Sotomayor ve ark., 2010]. TEK besleme stoklarının akış davranışlarını ölçmede çeşitli sistemler kullanılmaktadır (Tork ve Kılcal reometre). Pek çok toz - bağlayıcı karışımları için basit bir viskozite ölçümü ergime akış indeksidir (EAI). EAI, önceden belirlenen bir basınç altında kılcal bir borudan 10 dakikada akan besleme stoğunun gram cinsinden miktarıdır [German, 2007]. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde besleme stoklarının reolojik davranışlarını karakterize etmede genellikle kılcal reometre kullanılmaktadır. Kılcal reometrenin tercih edilme nedenlerinin başında pratikte yapılan denemeler ile çok iyi uyum göstermesi söylenebilir. Şekil 3.20'de bir kılcal reometrenin şematik diyagramı gösterilmektedir. Şekilden de anlaşılacağı üzere cihazın çalışma sistemi kısaca şu şekilde özetlenebilir; dik konumdaki bir silindir içerisine yerleştirilen besleme stoku, belirlenen (cihaz ayarlanabilir özelliklerdedir) sıcaklıkta piston üzerine konulan yük ile yukarıdan aşağıya enjekte edilir.



Şekil 3.20. Kılcal reometrenin şematik diyagramı [Yang ve ark., 2002]

Seyssieq ve arkadaşları kılcal reometre ve akış davranışları üzerine yaptıkları bir çalışmada kılcal reometrenin avantajlarını şu şekilde özetlemiştir; Kılcal reometre sadedir (imalat maliyeti düşüktür). Kalıp içerisinde kullanılan kılcal kanallarda boru hatlarına geometrik bir benzerlik vardır ve farklı akışlar için geniş bir kullanım alanı sunar. Yüksek kayma hızları elde edilebilir. Çapa bağlı etkiler ölçülebilir. Aynı çalışma içerisinde kılcal reometrenin dezavantajları şu şekilde sıralanmıştır; Numune kılcal tüpün kesiti üzerinde farklı kayma hızı ve kayma gerilmesine maruz kalabilir. Ancak, bu iki parametre genellikle duvara göre hesaplanır. Numune tiksotropi gibi zamanın etkilerini ölçmek için sürdürülebilir bir akışa tabi tutulamaz. Büyük numune hacimleri gerektirebilir [Seyssieq ve ark., 2003].

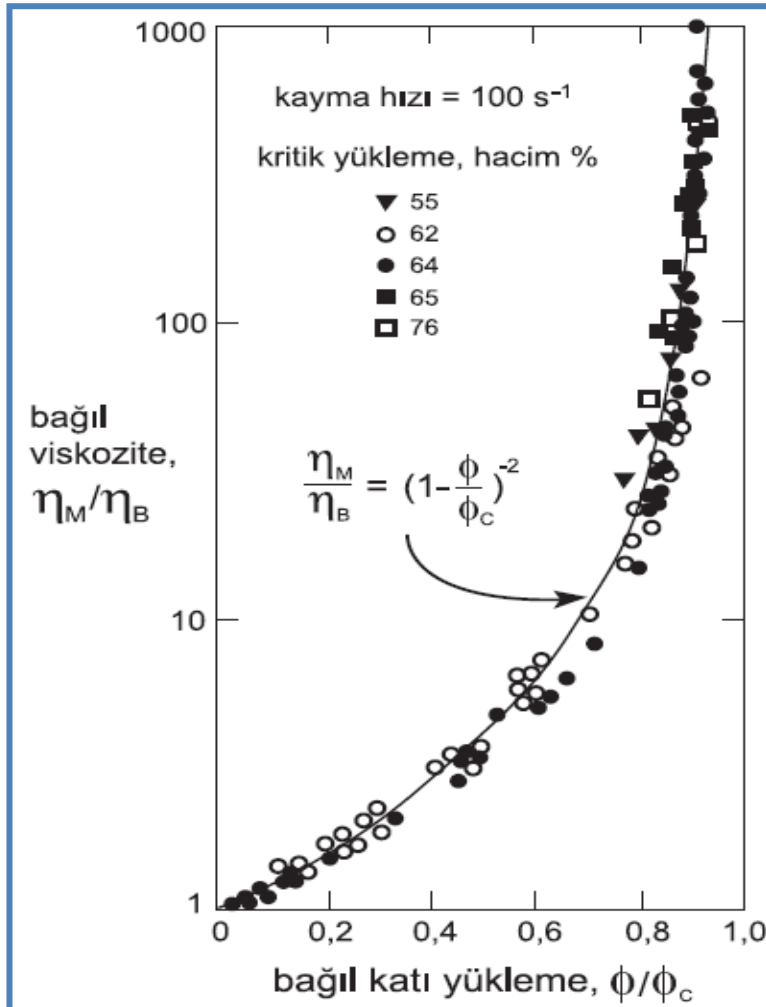
Barbosa yaptığı çalışmada kılcal reometre kullanılarak yapılan viskozite ölçümlerinin kılcal kanal boyunca oluşan kayma gerilmesi ve kayma hızına bağlı olarak değiştiğini söylemiştir. Aynı çalışma içerisinde görünür kayma gerilmesi, kayma hızı ve viskozite hesaplanmasına ait eşitlikler verilmiştir (sırasıyla Eş. 3.10, 3.11, 3.12). Cihazdan elde edilen kayma hızı değerleri görünür değer olup görünen kayma hızı ($\gamma_{gör}$) olarak adlandırılmaktadır. Uygulanan basınç sonrasında oluşan hız ve hıza bağlı olarak yer değiştirme miktarı ölçülmektedir. Ölçülen yer değiştirme miktarı kullanılarak debi hesaplanmaktadır. Bu debi değeri, nozul yüzeyindeki (duvardaki) kayma hızının elde edilmesi için kullanılmaktadır. Uygulanan basınçta nozul boyunca düşme olmadığı kabulü ile birlikte ($\Delta P=P$) nozul yarıçapı (R) ve nozul uzunluğuna (L) ait geometrik değerler kullanılarak Newtonian bir akışkan için silindirik içindeki akışta duvardaki kayma gerilmesi hesaplanmaktadır. Dolayısı ile elde edilen değerler Newtonian bir akışkan için gerçek değerler olup, Newtonian olmayan bir akışkan için bu değerler görünür değerler olarak adlandırılmaktadır [Barbosa, 2011].

$$\tau_{gör} = \frac{R\Delta P}{2L} \quad (3.10)$$

$$\gamma_{gör} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (3.11)$$

$$\eta_{g\ddot{or}} = \frac{\tau_{g\ddot{or}}}{\gamma_{g\ddot{or}}} \quad (3.12)$$

Toz enjeksiyon kalıplama işleminde akış davranışını etkileyen önemli faktörlerden biriside besleme stokları içerisinde bulunan toz miktarıdır. Besleme stokları içerisinde bulunan katı miktarı doğrudan kayma hızını ve dolayısıyla viskoziteyi etkilemektedir. German yaptığı çalışmada bağlayıcıya toz ilavesi artırkça besleme stoğunun viskozitesinin artırgını belirtmiştir (Şekil 3.21).

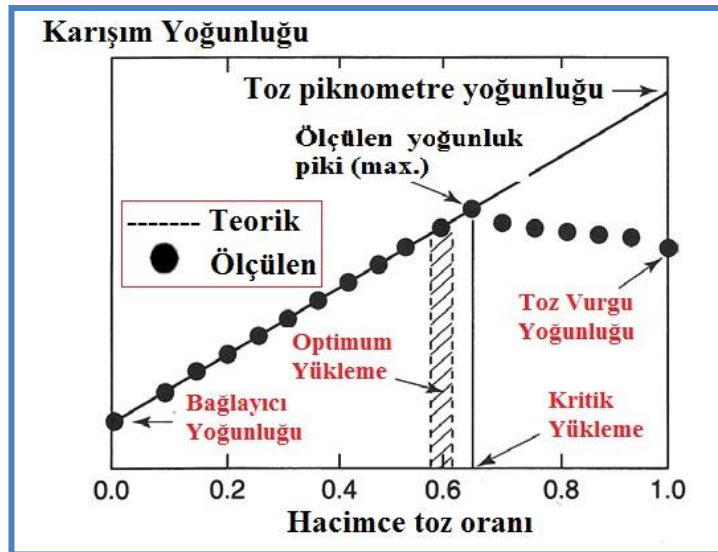


Şekil 3.21. Çeşitli tozlar için katı yüklemenin kritik yüklemeye oranı ile karışımın viskozitesinin bağlayıcının viskozitesine oranının, 100 s^{-1} kayma hızında gösterdiği deęişim [German, 2007]

Şekil 3.21’de 100 s^{-1} kayma hızında, besleme stoğu viskozitesinin (η_m), saf bağlayıcının viskozitesine (η_B) oranı görülmektedir. Aynı çalışma içerisinde, farklı tozlar, katı yüklemeleri ϕ veya kısmi miktarlar ile kritik katı yükleme arasındaki ilişki Eş. 3.13’te verilmiştir [German, 2007].

$$\eta_m = \frac{\eta_B}{1 - \frac{\phi}{\phi_C}^2} \quad (3.13)$$

Kritik katı yükleme, viskozitenin akmayacak kadar çok büyük olduğu noktaya karşılık gelir. Yüksek viskozite şekillendirmeyi güçleştirirken, düşük viskozite şekillendirme sırasında toz-bağlayıcı ayrışmasına ve ardından çatlama veya çarpılmaya sebep olabilir. Şekil 3.22’de küresel şekilli bir tozun, yükleme miktarı-yoğunluk değişimini gösteren bir grafik verilmiştir.



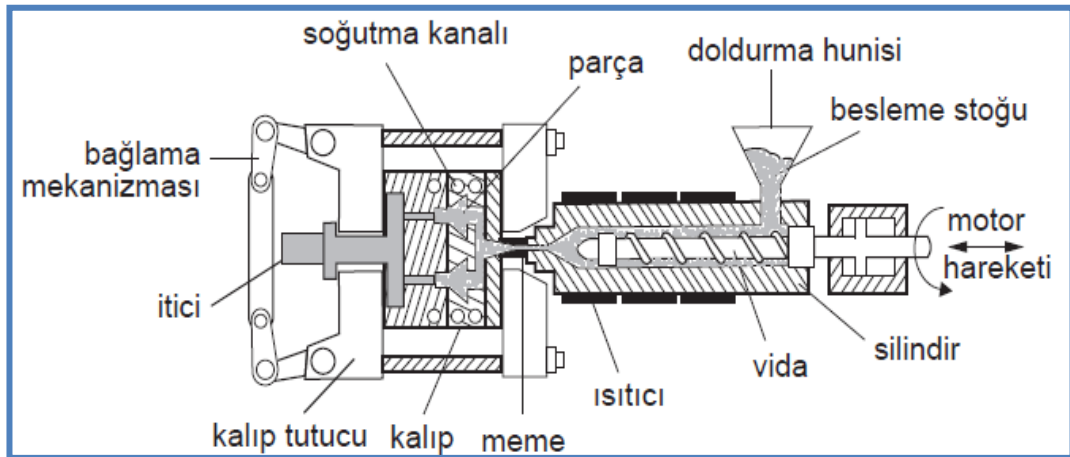
Şekil 3.22. Wax-Polimer bağlayıcı içerisinde küresel şekilli tozun, yükleme miktarı - yoğunluk değişimi [German, 1997, Barbosa, 2011].

3.3. Toz Enjeksiyon Kalıplama

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi plastik enjeksiyon kalıplama (PEK) yönteminden esinlenerek türetilmiştir. Plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi kullanılarak şekillendirilen plastik malzemeler, yüksek şekillendirme kapasitelerinden ve düşük maliyete sahip olmalarında dolayı endüstride geniş bir kullanım alanı bulmaktadır.

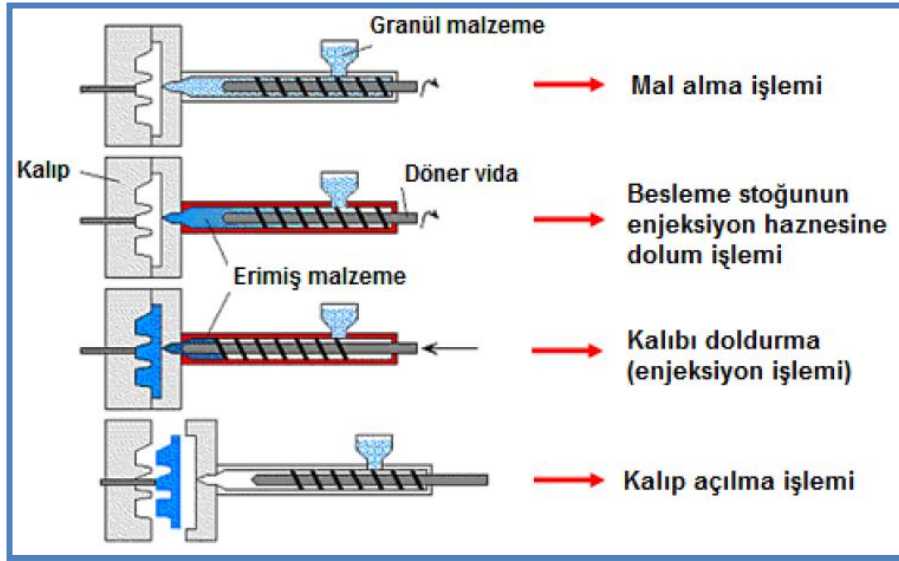
TEK yöntemi ise günümüz endüstrisinde hızla yaygınlaşmakta ve bu başarıyı besleme stokları içerisinde bulunan geniş bir alana sahip bağlayıcı elemanlarına bağlı olarak zamanla artırmakta.

Enjeksiyon kalıplama işlemi şu şekilde özetlenebilir; silindir (hazne) içerisine konulan besleme stokları yeterli sıcaklığa kadar, yeterli süre ısıtılarak, yarı katı bir hal aldıktan sonra (genellikle diş macunu kıvamı) kalıp boşluğuna basınçlı bir şekilde doldurulur. Kalıbı doldurmak için ihtiyaç duyulan basınç hareketli vida ya da piston ile sağlanır. Kalıplama işlemi esnasında dikkat edilmesi gereken asıl nokta, besleme stokunun homojen bir şekilde dağılması, gözeneksiz (boşluksuz) ve hatasız parça elde edilmesidir. Sorunsuz bir parça elde etmenin ilk adımı besleme stoğu için uygun viskozitenin hangi şartlarda sağlandığının belirlenmesidir. Şekil 3.23'te tipik bir kalıplama işleminin kesiti gösterilmiştir.



Şekil 3.23. Bir enjeksiyon kalıplama makinesinin kesiti [German, 2007]

Şekil 3.23'e göre; besleme stoğu besleme hunisinden soğuk granüller halinde silindire girer. Silindir boyunca ilerlerken bir taraftan da bağlayıcının ergime sıcaklığının üzerinde ısıtılır. Besleme stoğu sıcak kalıp ise soğuk olduğundan erken donma problemlerini engellemek için doldurma çok kısa sürede gerçekleştirilmelidir. Doldurma vidayı piston gibi kullanarak yapılır. Kalıp dolumundan sonra, parçanın çekme boşluklarını en aza indirmek için besleme stoğu katılaşıncaya kadar muhafaza edilir. Yeterli soğumadan sonra sertleşmiş parça çıkarılır ve döngü tekrarlanır [German, 2007]. Şekil 3.24'te tipik bir TEK işlemi gösterilmiştir.

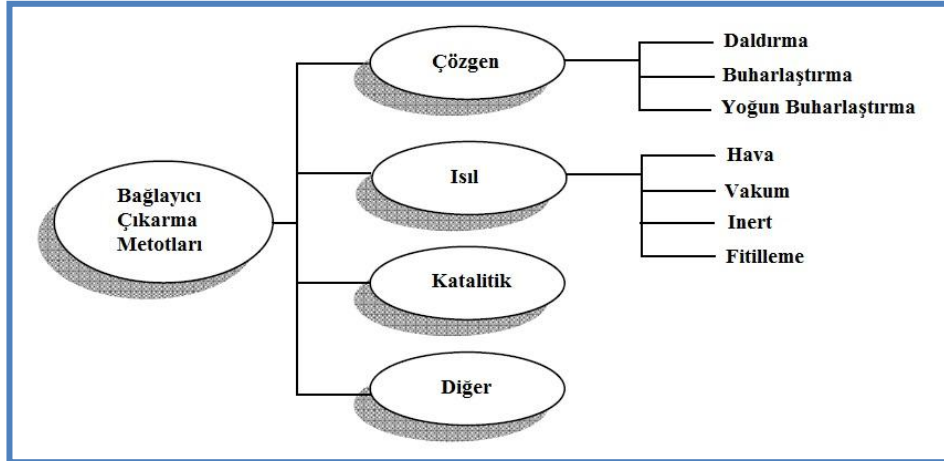


Şekil 3.24. TEK işlemi [Erdem, 2010]

3.4. Kalıplanmış Numunelerden Bağlayıcı Giderme

Bağlayıcı giderme işleminde temel amaç, kalıplanmış parçadan en az etki ile en hızlı şekilde bağlayıcıyı uçurmak şeklinde ifade edilebilir. Dikkat edilmesi gereken en kritik nokta ise bağlayıcı giderildikten sonra, sinterleme aşamasına kadar parçanın orijinal şeklini muhafaza edebilmesidir. Bağlayıcı giderme, TEK yöntemi içerisinde kritik bir problemdir. Çünkü bağlayıcı giderme zamanı parçanın kesit kalınlığına bağlıdır. Bağlayıcı giderme döngüsü düzgün ayarlanmaz ise kalıplanmış ham yoğunluğa sahip parçada çarpılmalar ve çatlamlar meydana gelebilir. Besleme stoğu ısıtıldığı zaman içerisinde ki bağlayıcıda ısınacaktır, sıcaklık değişimleri veya dâhili gözenek keseciklerinin etkisiyle yerçekiminden kaynaklanan gerilime numune dayanamayacak ve şekil değişimi başlayacaktır. Kalıplanmış parçayı deforme etmeden ve yüzeysel bozulmalara fırsat vermeden bağlayıcı yapıdan uzaklaştırılmalıdır. Kalıplanmış besleme stokları içerisinde bağlayıcı gidermenin en basit ve düzgün yolunun çok bileşenli bağlayıcı kullanmak olduğu bildirilmiştir [Porter, 2003]. Kullanılan bağlayıcı formülü içerisinde bulunan elemanlardan akışkanlığı ve yağlamayı sağlayanlar yapıdan uzaklaştırılırken, ham parçayı sinterlemeye kadar taşıyacak iskelet (omurga) bağlayıcı yapıda kalacak ve şekli koruyacaktır [German, 1990, Karataş, 1997, Huang ve Hsu, 2009].

Bağlayıcı giderme işlemleri endüstride birkaç farklı yöntem ve isimle tanımlansa da en genel anlamda çözen ve ısı ayrıştırma olarak ikiye ayrılabilir. Şekil 3.25'te çeşitli bağlayıcı ayrıştırma teknikleri verilmiştir.



Şekil 3.25. Çeşitli ayrıştırma teknikleri [Hwang, 1996, Barbosa, 2011]

Pratikte en yaygın kullanılan çözücü içerisinde bağlayıcı giderme yöntemi bir çözen içerisinde daldırma metodudur. Bu yöntemin uygulanabilirliği için bağlayıcı sisteminin uygun seçilmesi gereklidir. Bağlayıcı formülü içerisinde seçilen çözücüde çözülebilecek ve çözilemeyecek bileşenlerin bulunması gerekmektedir. Uygulama sırasında kalıplanmış numune çözücü içerisinde daldırılır ve beklenir. Bu süre esnasında bağlayıcı sistemi içerisinde bulunan elemanlardan çözücü içerisinde çözünebilen olanlar yapıdan uzaklaşır. Yapı içerisinde kalan bağlayıcı elemanları ise numune şeklini muhafaza ederek sinterleme aşamasına kadar iskelet yapıyı korur [Porter, 2003]. Çözücü içerisinde ayrıştırma metodunda kritik noktalardan birisi çözünebilen bağlayıcıların toplam bağlayıcı miktarı içerisindeki oranı ve dağılımıdır. Toplam bağlayıcı içerisinde en az %30 çözünebilen bağlayıcı olmalıdır. Çözünebilen bağlayıcının yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılmış ve birbirleri ile ilişkili olması istenir. Bu metotta yaygın olarak kullanılan bağlayıcılar Polipropilen, Polistiren, Polietilen ve bitki yağı formülleridir. Bunların dışında suda çözünen bağlayıcı formülleri için Polietilenglikol ve Polimetilmetakrilak bağlayıcı karışımları kullanılır. Çözücü olarak ise etilendiklorid, trikloretilen, heptan, hekzan ve su gibi çözücüler kullanılır. Çözücülerin belli bir sıcaklığa kadar ısıtılarak kullanılması işlem

süresini kısaltır [Gülsoy, 2003, Ergül, 2007]. German'a göre çözücü içerisinde ayrıştırma işleminin süresi numunenin kesit kalınlığına ve ayrıştırma sıcaklığına bağlıdır ve Eş. 3.14'te verilen formül ile ifade edilmiştir [German, 1997, Barbosa, 2011].

$$t = \frac{H^2}{\beta} \ln \frac{V_B}{1-\emptyset} \exp \frac{Q}{kT} \quad (3.14)$$

Eş. 3.14'te:

t = Ayrıştırma zamanı

T = Ayrıştırma sıcaklığı

H = Kesit kalınlığı

V_B = Bağlayıcının uzaklaştırılacak kısmı

β = Çözücü izersinde bağlayıcı çözünürlüğü

\emptyset = Katı yükleme oranı

Q = Çözücü içerisinde bağlayıcı solüsyonunun aktivasyon enerjisi

k = Boltzmann sabiti

Isı etkisi ile bağlayıcı gidermede bağlayıcı, gaz veya sıvı olarak bünyeden uzaklaşır. Sıvı olarak uzaklaştırmada ergitilerek belli bir akışkanlığa getirilen bağlayıcı kılcal çekim kuvveti ile emilir. Gaz olarak bağlayıcının alınmasında ise bağlayıcı ısı etkisi ile bozular ve buharlaştırılarak veya oksitleyici ortamlarda oksitlenerek gaz haline dönüştürülür. Gaz halindeki bu bağlayıcı bünyeden geçişme veya yayınma mekanizmaları kullanılarak uzaklaştırılır. Bu iki mekanizma arasındaki fark gaz moleküllerinin ortalama serbest hareket mesafesi ile belirlenmesidir. Yayınma genellikle düşük basınç ve düşük gözenek boyutu olan sistemlerde, geçişme ise yüksek buhar basınçlı ve büyük gözenekli sistemlerde etkilidir [Gülsoy, 2003, Ergül, 2007].

Pratikte uygulanacak bağlayıcı giderme yöntemleri kullanılan bağlayıcı formülüne göre farklılıklar sergilemektedir. Bütün bağlayıcı giderme yöntemlerinin kendilerine ait işlem koşulları olduğu söylenebilir. Çizelge 3.4'te farklı bağlayıcı sistemleri için işlem koşulları ve süreleri verilmiştir.

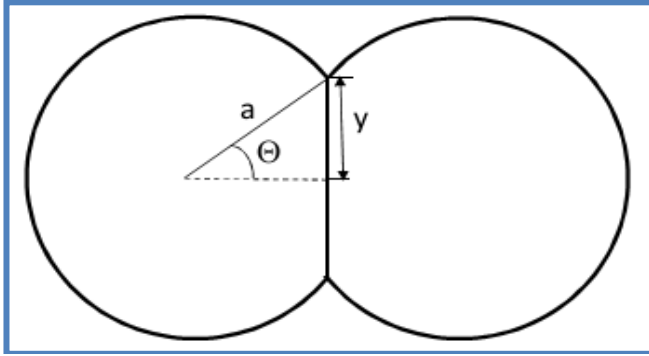
Çizelge 3.4. %60 katı yükleme oranında, 5 µm partükül boyutunda, 10 mm kesit kalınlığında numunelerin, bağlayıcı giderme tekniklerinin ve zamanlarının mukayese edilmesi [Porter, 2003].

Bağlayıcı sistemi	Ayrıştırma tekniği	İşlem koşulları	Zaman
Wax-PP	Oksitlenme	150°C yavaş ısıtma, bekletme, havada 600°C ye ısıtma	60 saat
Wax-PE	Fitilleme	250°C'ye yavaş ısıtma, bekletme, Hidrojen içerisinde 750°C ye ısıtma	4 saat
Wax-polimer	Süperkritik	10 MPa basınç altında 10°C/dak. ısıtma hızında buhar ortamında 600°C ye ısıtma	6 saat
Wax-PE	Buhar çıkışı	Sinterleme sıcaklığına kadar yavaş ısıtılırken numune üzerine düşük basınçlı gaz gönderme	36 saat
Su-jel	Vakum veya donma	Buzdan su buharı çıkıncaya kadar vakum içinde tutma	8 saat
Yağ-polimer	Çözücüye daldırma	Ethylenedichloride içinde 50°C de tutma	6 saat
Su-jel	Hava kurutma	60°C de tutma	10 saat
PA-PP	Katalitik	Nitrik asit içinde 150°C debuharlaştırma	6 saat

3.5. Kalıplanmış Numunelerin Sinterlenmesi

Sinterleme, geleneksel toz metalurjisi yönteminin nihai ürüne ulaşmak için son adımını oluşturan kritik bir işlemdir. Sinterleme, en genel anlamda birbirine temas eden toz parçacıkların ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleri ile birbirine bağlanması veya kaynaklanması şeklinde tarif edilebilir.

Sinterleme, ağırlıklı olarak gözenekli yapıya sahip ya da iri parçacıklı katı kalıntıların ısıl işlemidir ve etkileşimli parçacıkların büyümesi ya da oluşması ile düşük serbest entalpi kütlesi daha tutarlı (uyumlu) bir hal alır [Martens, 2011]. Ristic'e göre sinterleme konusundaki ilk teori Ya. I. Frenkel' in "yüzey gerilme etkisi altındaki kristal cisimlerin viskoz akışı" adlı makalede basılmıştır ve bu makale de sinterleme işlemi için gerekli olan itici güce Gibb's yüzey enerjisinin yeterli olacağı söylenmiştir [Ristic ve Milosevic, 2006]. Şekil 3.26'da Frenkel modeli şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.26. Frenkel modeli [Ristic ve Milosevic, 2006]

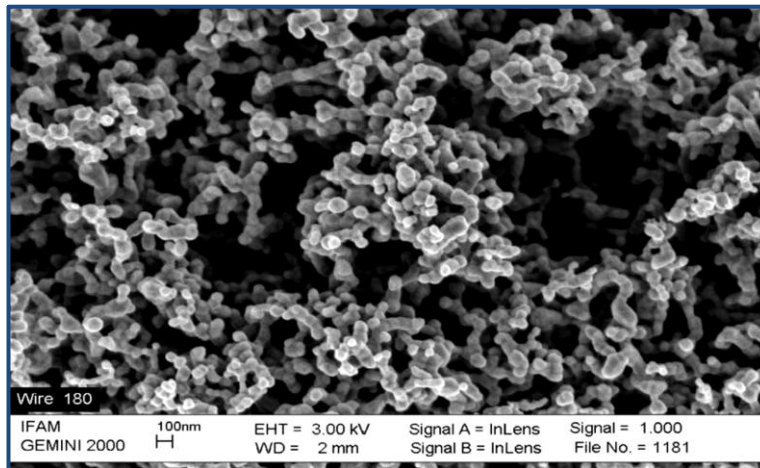
Birbiriyle temas eden damla şeklindeki iki parçacık sinterleme sırasında birleşebilir. Frenkel sinterlemenin ilk aşamasını başlangıçta birbiriyle temas eden iki sıvı damlanın birleşmesi gibi temsil edilebileceğini belirtmiştir. Belirli bir t süre sonra birbiriyle temas eden damlalar yarıçapı $Y(t)$ olan bir daire boyunca birleşir. Frenkel, her iki damlanın da arta kalan parçalarının Şekil 3.26'daki gibi kalacağını varsaymıştır [Ristic ve Milosevic, 2006].

Çeşitli çalışmalarda sinterleme süresince 4 aşama belirtilmiştir. Bu 4 aşama içerisinde 6 taşıma yolu meydana çıkmış, bunların tümü boyunlaşmayı yönetirken sadece 3'ü yoğunlaşmayı sürdürmüştür. İlk aşamada, toz parçacıkları etkileşmeye başladığı zaman atomlararası kuvvetten dolayı anlık boyun oluşumu vardır. Devam eden aşamada, boyunun büyümeye başladığı evredir. Sonraki ara aşamada, boyun oldukça büyür ve gözenekler silindirik bir şekil almaya başlar. Final aşamasında ise gözenekler küreselleşir ve izole olur. Ashby tarafından tanımlanan taşıma mekanizmaları Çizelge 3.5'te listelenmiştir. Yoğunlaşmaya sebep olan sadece son üçüdür [Ashby, 1974, Martens, 2011].

Çizelge 3.5. Taşıma mekanizmaları [Ashby, 1974, Martens, 2011]

Taşıma yolu	İşlem kaynağı	Oluşan durum
Yüzey difüzyonu	Yüzey	Boyun
Kafes difüzyonu	Yüzey	Boyun
Buhar taşınımı	Yüzey	Boyun
Sınır difüzyonu	Tane sınırı	Boyun
Kafes difüzyonu	Tane sınırı	Boyun
Kafes difüzyonu	Dislokasyonlar	Boyun

Sinterleme işleminin yüksek sıcaklıklarda element atomlarının yayını ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleştiği söylenmiştir. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu ile ters orantılıdır. Bu nedenle daha yüksek özgül yüzey alanına sahip olan küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahiptir ve daha hızlı sinterlenir. Sinterleme sıcaklığı ergime noktasına yaklaştıkça, hareket eden atomların sayısı arttığından, sinterleme hızı da artar. Sinterleme sırasında atom hareketi görülmez, ancak hacim değişimleri meydana geldiğinden, işlem genelde bu değişimleri izler. Boyun büyümesi bunlardan bir tanesidir [German, 2007]. Şekil 3.27'de nano boyutta Ag tozunun asal gaz yoğunlaştırma metodu ile üretimi sırasında oluşmuş boyun bölgesine ait SEM resmi görülmektedir.

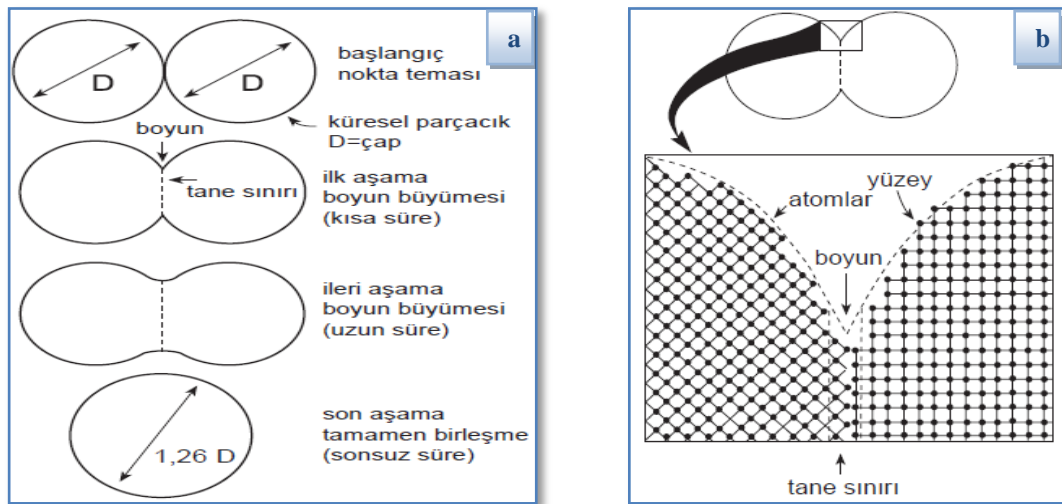


Şekil 3.27. Sinterleme sırasında oluşmuş boyun bölgesinin SEM görüntüsü [Türker, 2004]

Sinterleme aşamasında alaşım bileşimine bağlı olarak katı hal sinterlemesi, aktive edilmiş sinterleme veya sıvı faz sinterleme süreçlerinden bir tanesinin tercih edileceği bildirilmiştir. TEK metal tozlarında veya homojen alaşım tozlardan oluşan

sistemlerde katı hal sinterlemesi söz konusudur ve numuneler TEK metali ergime sıcaklığının altında veya homojen katı ergiyik halindeki alaşımın katılaştırma sıcaklığının altında bir sıcaklıkta uygun atmosferde sinterlenirler [Gülsoy, 2003, Ergül, 2007].

Toz metal parçalara uygulanan sinterleme işlemi malzemenin bileşimine göre değişiklik gösterebilir. Sinterleme işlemi uygulanacak toz malzeme elementel saf metal ise tek bileşenli bir yapı olduğu veya birden fazla eleman içeren bir alaşım ise çok bileşenli bir yapı olduğu söylenebilir. Genellikle sinterleme işlemi en düşük ergime sıcaklığına sahip alaşım elemanın ergime sıcaklığı altındaki bir sıcaklıkta yapılır. Bu şekilde yapılan sinterleme işlemlerine en genel anlamda “katı hal sinterleme” denilir. Çok bileşenli yapılarda yapı içerisinden bir elemanın ergime sıcaklığı üstünde yapılan sinterleme işlemlerine ise “sıvı faz sinterleme” denilir. Sinterleme işleminin itici gücü yüzey enerjisinin azaltılmasıdır. Parçacıklar arası temas alanı büyür ise yüzey alanı azalır, gözeneklerin kürselleşmesi (hacimsel azalma), çok bileşenli sistemlerde katı-sıvı faz arası yoğunluk farklılığının giderilmesi gibi faktörler itici güce etki eder. Şekil 3.28’de birbirleriyle temas halinde olan küresel parçacıkların durumu gösterilmiştir.

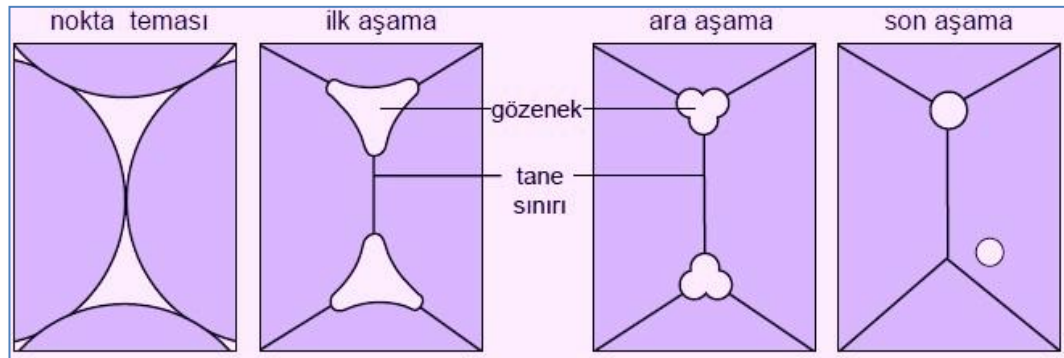


Şekil 3.28. Sinterleme esnasında parçacıklar arası temas [German, 2007];

- Sinterlemede nokta teması ile başlayan ve parçacıklar arası bağ gelişimini gösteren iki küre sinterleme modeli
- Parçacıklar arasındaki sinter bağının atom düzeyinde şematik gösterimi

Ham parça içinde her bir parçacık üzerinde bu tür birçok temas noktası vardır. Sinterleme işlemi ilerledikçe birbirine temas eden parçacıklar arasındaki bağ büyür ve birleşir. Her temas noktasında bir tane sınır büyür ve katı-buhar ara yüzeyinin yerini alır. Preslenmiş ham parça içinde her parçacığın birçok komşusu vardır. Böylece her parçacığın birkaç değişik noktasında bağ oluşur. Her parçacık üzerinde birkaç noktada boyun büyümesi olur. Boyun oluşumu esnasında yüzeyde bozulmuş atom bağı belli olur ve tane sınırının kusurlu olduğu görülür. Dolayısıyla boyun oluşumu sırasında bu bölge önemli ölçüde bozulmuş haldedir [German, 2007].

Sinterleme işleminin devam eden evrelerinde boyun büyümesinin akabinde dikkat edilmesi gereken önemli bir noktada gözenek ve yapı ilişkisidir. Sinterleme esnasında sistem içerisindeki hareket (taşınım) mekanizmalarının çalışması ise mikroyapıda önemli değişiklikler meydana gelir. Boyun büyümesine paralel olarak temas halindeki gözenekler kapanır. Tam sinterleme işlemi için, gözeneklerin tane sınırı ile bağlantılı olması önemlidir. Şekil 3.29'da sinterleme sırasındaki gözenek yapı değişimi verilmiştir. Temas halindeki parçacıklarda temas bölgelerinden boyun oluşur, devamında gözenek şekli kısmen değişir ve son aşamada yoğunlaşma ile birlikte küresel gözenekler oluşur.



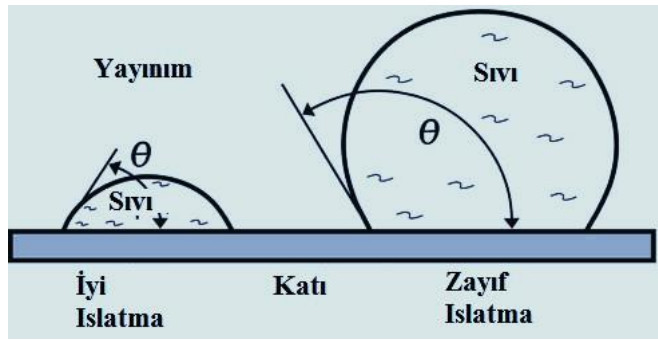
Şekil 3.29. Parçacıkların nokta temasından başlayarak sinterleme sırasındaki gözenek yapı değişimlerinin şematik gösterimi [German, 2007].

Toz metal parçaların sinterlenmesinde kullanılan farklı bir tekniğinde sıvı faz sinterleme işlemi olduğu söylenebilir. Bu sinterleme tekniği sırasında, sistem içerisinde toz birikintisi sıvı faz ile uygun sıcaklıkta temasta bulunur. Sıvı faz sinterleme işlemi esnasında toz parçacıkları arasında oluşan bağ daha fazla olur ve bu

durum sinterleme hızını artırır. Sinterleme işleminde hızın artması önemli bir avantajdır. Sıvı faz oluşumu ile birlikte çekim kuvveti artar parçacıklar birbirlerine doğru hareketlenir ve hızlı bir yoğunlaşma meydana geldiği söylenebilir [Yang, 1995].

Sıvı faz sinterleme işlemi esnasında sıvı faz oluşumunun sinterleme hızını büyük ölçüde artırdığı rapor edilmiştir [German ve ark., 2009]. Yöntemin mekanizması şu şekilde açıklanmıştır;

Sıvı faz sinterleme için temel gereksinim ıslatmadır. Sıvı faz katı tanelerin üzerine yayılmalıdır (Şekil 3.30).

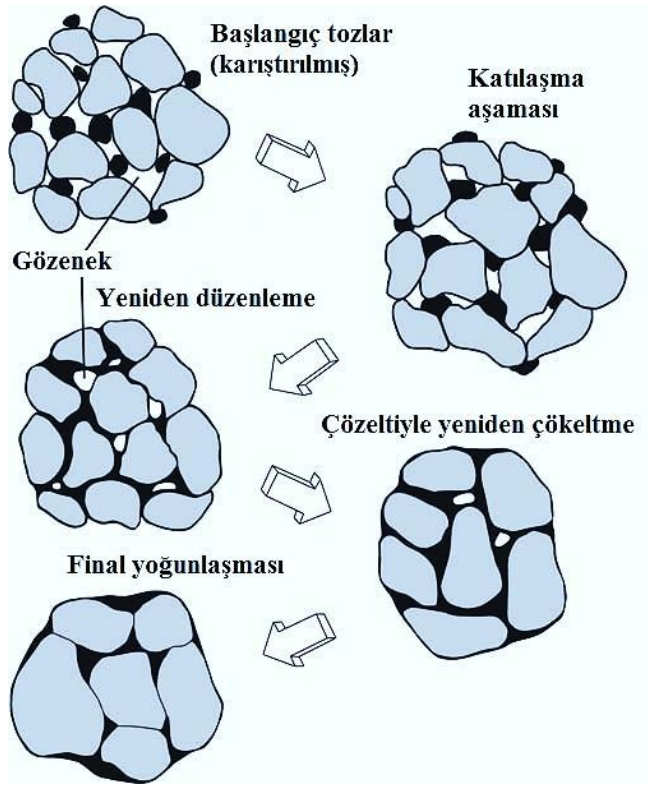


Şekil 3.30. Sıvı faz sinterlemede katı tanelerin sıvı ile ıslatılması [German ve ark., 2009].

Islatılan bir sıvı küçük temas açısına (θ) sahiptir. Temas açısı yüzey enerjilerinin dengesi ile tanımlanır (Eş. 3.15).

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta \quad (3.15)$$

Eş. 3.15'te , γ_{SV} katı-buhar yüzey enerjisi, γ_{SL} katı-sıvı yüzey enerjisi, γ_{LV} sıvı-buhar yüzey enerjisidir. Islatan bir sıvı filmi yoğunlaşmaya yardımcı olan ve kılcal kuvvet olarak tanımlanan yüzey gerilmesi sağlar. Genellikle ıslatma katının sıvı içinde çözüldüğü durumlarda gerçekleşir. Sıvı faz sinterleme işlemindeki yoğunlaşma aşamaları Şekil 3.30'da şematik olarak gösterilmiştir [German, 2007].



Şekil 3.31. Sıvı faz sinterlemenin kavramsal aşamaları [German ve ark., 2009]

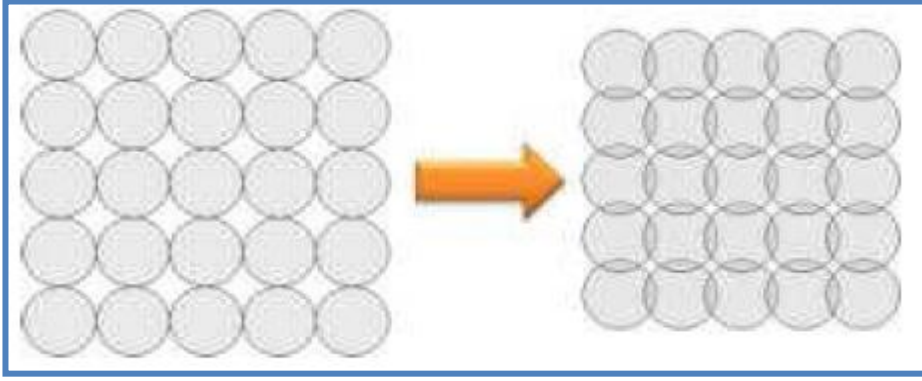
Şekil 3.31'e göre, ilk aşamada ısıtma sırasında taneler katı hal sinterleme ile birbirine bağlanır. İlk sıvı oluştuğunda tanelerin yeniden düzenlenmesi ile hızlı bir yoğunluk artışı olur. Oluşan sıvı katıyı ıslatarak oluşmuş olan katı bağlarını çözer ve yeniden düzenlemeyi sağlar. Çözelti tekrar çökeltme olarak bilinen işlemde, sıvı katı atomların taşıyıcısı olur. Bu aşamada daha küçük tane kütleleri sıvı içinde çözünür, sıvı içinden yayılır ve daha sonra büyük tanelerin üzerine çöker [German ve ark., 2009]. Sıvı faz sinterleme işleminin son aşaması ise kısmen katı hal sinterlemesidir. Bu aşamada yoğunlaşma daha yavaştır.

Sıvı faz sinterlemesi esnasında sıvı faz elde etmenin iki temel yolu olduğu belirtilmiştir. Bunlardan ilki farklı kimyasal yapılardaki tozların kullanımınıdır. İki tozun birbirleriyle etkileşimi sinterleme sırasında bir sıvının oluşumuna yol açar. Ayrıca daha öncede belirtildiği gibi oluşan bu sıvı faz çözünürlük ilişkilerine bağlı olarak sinterleme boyunca sürekli ya da geçici olabilmektedir. Diğer bir yöntemde ise ön alaşımlandırılmış bir metal tozu sıvılaşma ve katılma eğrileri arasındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılabilir. Sonuçta oluşan sıvı ve katı fazların karışımı süpersolidüs

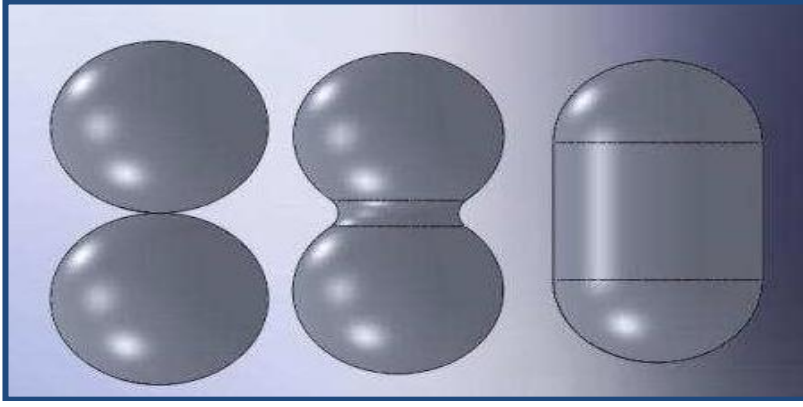
sinterlemesine yol açar. Süpersolidüs sinterlemesi çok yeni bir sinterleme tipi olup, son yirmi yılda yapılan çalışmalar bu sinterleme mekanizması üzerine yoğunlaşmıştır [Gülsoy, 2003, Ergül, 2007].

Süpersolid sıvı faz sinterlemenin (SSFS), sıvı faz sinterleme işleminin bir çeşidi olduğu ve ön alaşımlı tozların likidüs ve solidüs sıcaklıkları arasında bir sıcaklıkta ısıtılması ile gerçekleştirildiği çeşitli çalışmalarda rapor edilmiştir [Showaiter ve Youseffi, 2008, Momeni ve ark., 2011]. Bu yöntem German tarafından şu şekilde tanımlanmıştır; süpersolid sıvı fazlı sinterleme, karışım tozlar yerine ön alaşımlı tozların kullanıldığı, sıvı fazlı sinterlemenin değişik bir türüdür. Alaşımlı tozlar, her bir parçacıkta sıvı çekirdeklenmesi için, sıvılaşma ve katılaşma eğrilerinin arasında bir sıcaklığa ısıtılır. Sıcaklık ve bileşim sıvının hacim oranını belirler. İşlem, geniş ergime aralığına sahip sistemlere uygulanır ve büyük parçacıklar ile yüksek yoğunlaşma sağladığı için çekicidir. Bu yöntem takım çelikleri ve paslanmaz çeliklerin üretiminde kullanılır [German, 1997, German, 2003, German, 2007].

Toz enjeksiyon kalıplama işlemi sonrası elde edilen ürünler ham yoğunluğa sahip ve mekanik yüklemelere fazla dayanamayacak parçalardır. Parçalara mukavemetin kazandırıldığı kritik işlem basamağı sinterlemedir. Sinterleme işlemi kullanılacak tozun şekline, boyutuna (yüzey alanına) ve bileşimine bağlı olarak değişmektedir. TEK işleminde sinterleme sıcaklığı ve süresi belirlenirken toz özellikleri dikkate alınmalıdır. Sinterleme sıcaklığının ve süresinin belirlenmesinde dikkat edilecek bir diğer faktör ise TEK parçalarda meydana gelecek çekme/büzülme miktarıdır. Hacimce %60 toz ve %40 bağlayıcı olan bir sistemde bağlayıcı giderme işlemi sonrası %60 yoğunluk, % 40 açık gözeneklerin bulunacağı söylenmiştir. İdeal bir sinterleme işleminde gözeneklerin en aza indirileceği ve kalıplanmış numunede Şekil 3.32'de görüldüğü gibi tam yoğun bölgelerin oluşacağı belirtilmiştir. Şekil 3.33'te ise küresel iki parçacıkta sinterleme sonrası yaklaşık %20 çekme meydana geliş şekli verilmiştir [German, 1997, Martens, 2011].



Şekil 3.32. İdeal sinterlemede büzülme [Martens, 2011]



Şekil 3.33. Küresel iki parçanın sinterlenmesi ve %20 çekme [Martens, 2011]

4. SÜPERALAŞIMLAR VE UYGULAMA ALANLARI

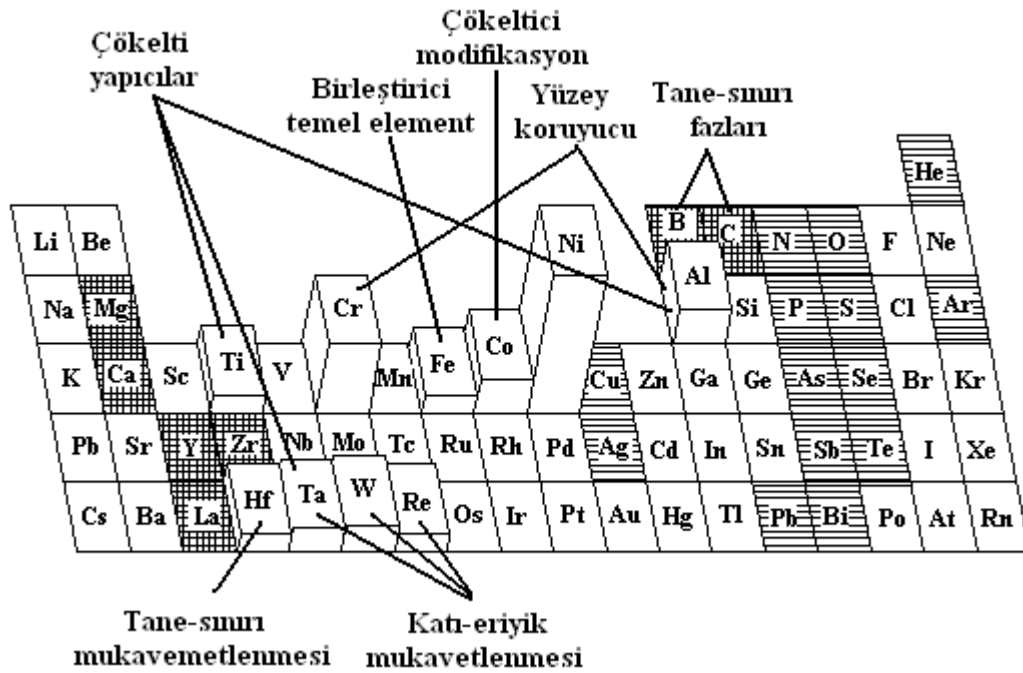
Gelişen günümüz teknolojisine paralel olarak yüksek sıcaklık uygulamalarında yüksek dayanım gösterecek malzemelere ilgi oldukça artmıştır. Yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılacak elementlerin veya alaşımların, kullanıldığı ortamın aşındırıcı etkilerine karşı dayanıklı olması, tasarım şartlarına bağlı olarak yeterli mukavemete sahip olması ve yüksek sıcaklıklarda metalurjik yapısını koruyup, yapısal değişimlere karşı direnç gösterebilmesi için kararlı olması arzu edilmektedir. Malzeme bilimindeki gelişmelere paralel olarak bir çıkış gösteren endüstri, yüksek sıcaklık uygulamaları için alternatif malzeme arayışını her dönem sürdürmüştür. Günümüz endüstrisi içerisinde yüksek sıcaklık uygulamalarında kendisine geniş bir yer bulan malzemelerin başında süperalaşımlar gelmektedir. Endüstriyel olarak uygulanabilirliği ve kullanım sahası bakımından, nikel esaslı süperalaşımlar bu alaşımların özel bir grubunu oluşturmaktadır.

Erdem yaptığı çalışmada süperalaşımları şu şekilde tanımlamıştır; Süperalaşımlar, Ni, Co, Cr, Nb, Mg ve/veya Fe elementlerinden en az bir tanesince yüzde olarak zengin olup, değişen çevre ve yüksek sıcaklık koşullarında, yüksek gerilme altında yapısal kararlılık gösterir. Bu malzemeler, katı çözeltili matrisi içerisinde ince dağılmış formda, değişik karbürler ve intermetalik fazlar içerirler. Bunlar, 1000-1200°C arasında kullanılabilmelerine karşın 1300°C'de kısa süreli kullanılabilirler. Alaşımda en iyi kullanım sıcaklığı, ergime sıcaklığının %80'i ($0,8T_{erg}$) ve daha aşağı, sıcaklıklardır. Yapılabilecek en genel tanımlama "süperalaşımlar genellikle VIIIA grubu elementlerce zengin, birkaç mekanik özellikleri bir arada sağlayan, yüksek yüzey kararlılığına sahip ve yüksek sıcaklıklarda bu özelliklerini koruyabilen alaşımdır" şeklindedir [Erdem, 2007].

Ni ve Fe-Ni esaslı süperalaşımlar östenitik bir (γ faz) matrise sahiptir ve alotropi sergilemezler. Süperalaşımlar 540°C (1000°F) üzerinde kullanılacak şekilde tasarlanmıştır ayrıca düşük sıcaklık uygulamaları içinde sık sık tercih edilir ve bundan dolayı geniş bir uygulama alanları olduğu söylenebilir. Süperalaşımların yapısı içerisinde çok sayıda ikincil faz partikülleri görülebilir. Örneğin; karbürler (MC, $M_{23}C_6$, M_6C ve M_7C_3), çökelti (γ' veya γ''). Genel olarak γ' ve γ'' çökeltileri

aşırı yaşlandırma olmadığı sürece ışık mikroskobu ile görülemeyecek kadar küçük parçacıklardır. Nikel esaslı alaşımların Al ve Ti ilavesi ile güçlendirilmesiyle γ' (gamma prime) fazı elde edilir. γ' , $Ni_3(Al, Ti)$ şeklinde düzenlenmiş bir yüzey merkezli kübik çökeltidir. γ'' (gamma double prime), Nb ilavesi ile güçlendirilmiş nikel esaslı süperalaşımlar içerisinde bulunan bir fazdır ve 718 gibi alaşımlarda görülür. γ'' , Ni_3Nb formunda hacim merkezli tetragonal bir fazdır. Nikel matris içerisinde, aşırı yüksek sıcaklıklara maruz kalacak hegzagonal sıkı paket η fazı (Ni_3Ti) ve ortorombik δ fazı (Ni_3Nb) üretilebilir. Bazı alaşımlar içerisinde, özellikle döküm ve haddeleme şartlarına bağlı olarak Laves fazlar (Fe_2Nb , Fe_2Ti veya Fe_2Mo) ile karşılaşılabilir. Bu alaşımlar allotropik değildir ve tane boyutlarının kontrolü ısıtma işlemi görmüş çeliklerden daha zordur. Yüksek sıcaklık çalışmalarında çok dikkatli olunmalıdır ve tane yapısı kontrol altında tutulmalıdır [VanderVoort, 2003].

Süperalaşımların özelliklerini yenilemek ve geliştirmek için, alaşımlar farklı elementler ile desteklenmektedir. Şekil 4.1'de süperalaşımlar içerisindeki elementlerin etkileri periyodik tablo üzerinde gösterilmiştir.



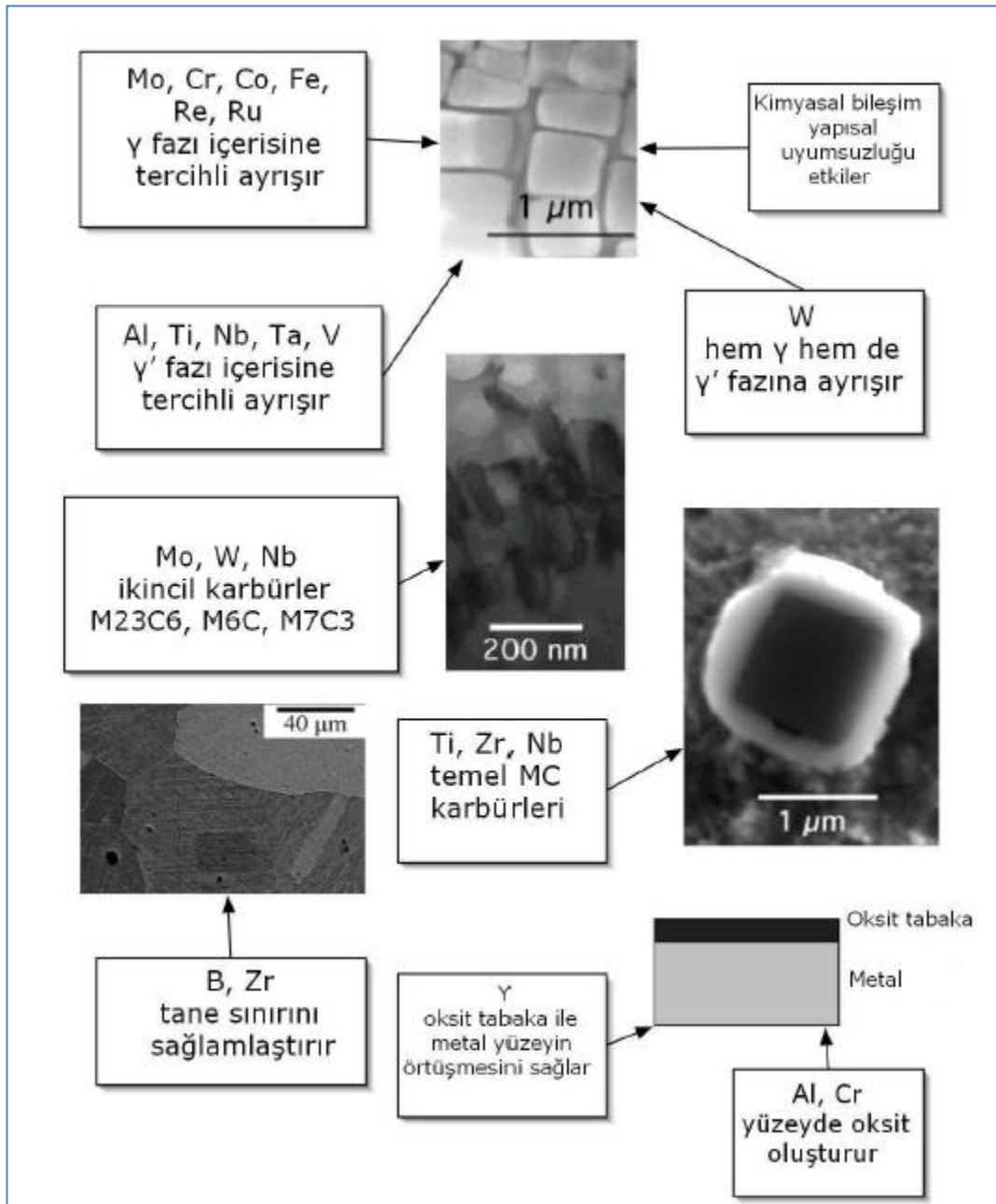
Şekil 4.1. Periyodik tablo üzerinde elementlerin süperalaşımlardaki işlevleri [Çay ve Ozan, 2005]

Çizelge 4.1’de süperalaşımın içerisine ilave edilen elementlerin etkileri ve sonuçları listelenmiştir.

Çizelge 4.1. Süperalaşımın Üzerine Elementlerin Etkisi [Çay ve Ozan, 2005]

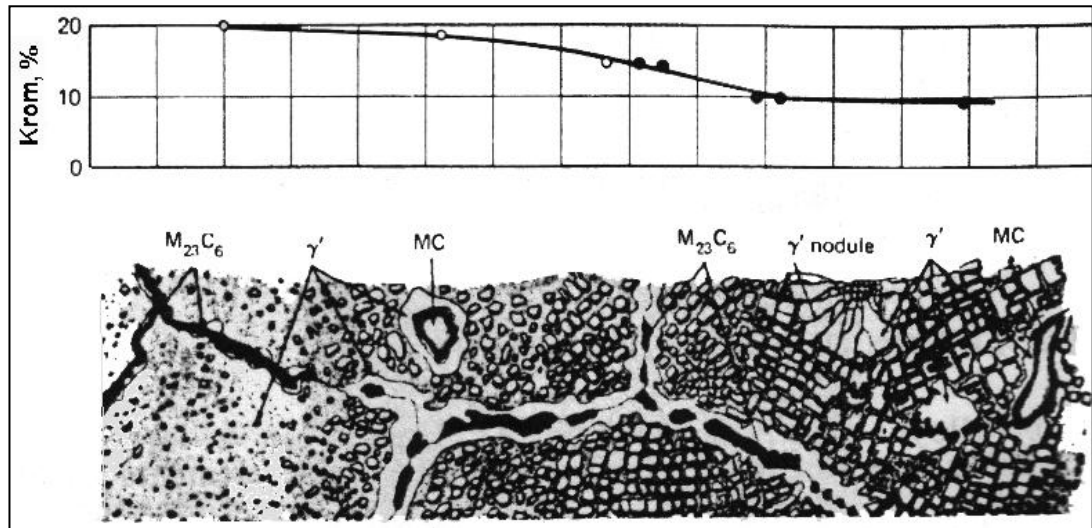
Element Etkileri	Fe-esaslı	Co-esaslı	Ni-esaslı
Katı-ergiyik mukavemetlendiriciler	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Mo, Fe, W, Ta
Yüzey merkezli kübik matris stabilize ediciler	C, Ni, Co	Ni	Co
Karbür şekilleri;			
MC tipi	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M ₇ C ₃ tipi	---	Cr	Cr
M ₂₃ C ₆ tipi	Cr	Cr	Cr, Mo, W
M ₆ C tipi	Mo	Mo, W	Mo, W
Karbonitritler;			
M(CN) tipi	C, N	C, N	C, N
Karbürlerin genel çöktiricileri	P	---	---
γ' Ni ₃ (Al, Ti)	Al, Ni, Ti	---	Al, Ti
Hegzagonal η (Ni ₃ Ti) dönüşüm geciktiriciler	Al, Zr	---	---
γ' nın çözücü sıcaklığını yükselticiler	---	---	Co
γ' nın çözücü sıcaklığını düşürücüler	---	---	Cr
Sertleşme çöktiriciler ve/veya intermetalikler	Al, Ti, Nb	Al, Mo, W, Ta	Al, Ti, Nb
Oksidasyon direnci	Cr	Al, Cr, Ta	Al, Cr, Ta
Sıcak korozyon direnci geliştiriciler	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Sülfidasyon direnci	Cr	Cr	Cr
Tane sınırı morfolojisi değişkenleri tarafından sürünme-kopma özelliklerini artırıcılar	B	B, Zr	B, Zr
Ara-sıcaklı sünekliğini geliştiriciler	--	--	Hf
Tane sınırı segregasyonuna neden olan tane sınırı aktif elementleri	--	--	B, C, Zr

Birçok alaşım elementinin ilavesiyle ortaya çıkan karmaşık yapılar ve farklı etkiler nikel esaslı süperalaşımın mikroyapısı üzerinde Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Ana alaşım elementleri korozyon direncini artırır, katı çözelti sertleşmesiyle ve koherent γ' fazının çökmesiyle mukavemet kazandırır. C, B, Hf ve Zr gibi diğer alaşım elementleri ise tane sınırlarının güçlendirilmesi için ilave edilirler [Bahadır, 2010].



Şekil 4.2. Süperalaşım mikroyapısı ve alaşım elementleri etkisi [Bahadır, 2010]

Süperalaşımalar içerisinde bulunan elementlerin her birinin kendi doğasına özgü bir etkisi olduğu söylenebilir. Şekil 4.3'te nikel esaslı süperalaşımaların krom içeriği ve mikroyapı üzerinde oluşan fazların ve karbürlerin dağılımı ve bu alaşımlara ait birkaç örnek gösterilmiştir. Krom, oksidasyon dayanımı artırmak için ilave edilirken, tane sınırında oluşan $M_{23}C_6$ ve M_6C karbürleri sayesinde yüksek sıcaklıklarda çatlak yayılımını azaltmaya yardımcı olur. Bor, karbon ve zirkonyum yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirirken, borun ayrıca yorulma performansını iyileştirici etkisi de mevcuttur. Ayrıca B ve Zr karbür kabalaşmasını engelleyerek tane sınırı dayanımını iyileştirir (Şekil 4.3) [Bahadır, 2010].



Şekil 4.3. Nikel esaslı süperalaşımaların krom içeriğinin mikroyapıya etkileri [Çay ve Ozan, 2005, Bahadır, 2010]

4.1. Süperalaşımaların Sınıflandırılması

Süperalaşımalar genellikle, yüzey kararlılığının gerektiği ve yüksek gerilmelerin meydana geldiği 650°C ve üzerindeki sıcaklıklarda kullanılmaktadır. Süperalaşım terimi çoğunlukla demir, nikel, kobalt esaslı malzeme alaşımları için veya demir, nikel, kobalt, krom kombinasyonları için kullanılan bir ifadedir. Belirtilen alaşımlar içerisinde daha az miktarlarda molibden, tungsten, tantalyum, alüminyum ve niyobyum başlıca olmak üzere demir, kobalt ve nikel oluşumları ihtiva ederler [Ezugwu ve ark. 2003].

Süperalaşım lar genel olarak 3 ana gruba ayrılmışlardır. Bunlar;

- ➡ Demir esaslı süperalaşım lar
- ➡ Kobalt esaslı süperalaşım lar
- ➡ Nikel esaslı süperalaşım lar.

4.1.1. Demir esaslı süperalaşım lar

Matris malzemesi olarak demir ihtiva eden bu süperalaşım lar, önemli miktarda krom ve nikel içermektedir. Alaşımın kompozisyonuna göre düşük oranlarda molibden veya tungstende içerir. Yüksek miktarda demir içeren sertlikleri karbürler veya metallar arası bileşikler ile sağlanan bir süperalaşım türüdür. Kimyasal kompozisyonu içerisinde ihtiva ettiği alaşım elementine bağlı olarak çökelen fazlar mekanik özelliklerini belirleyen en önemli faktördür. Ni-Fe esaslı süperalaşım ların diğer süperalaşım türlerine göre daha ucuz olduğu belirtilmiştir. Bu alaşım ların yapısında yüksek maliyetli nikel yerine demir kullanılmıştır. Düşük nikel içeriklerinden dolayı yüksek sıcaklıklarda Ni esaslı süperalaşım lar kadar kararlı olmadıkları vurgulanmıştır [Ateş, 2003, Günebakmaz, 2007].

Demir esaslı süperalaşım lar karbür, intermetalik çökeltme ve/veya katı-eriyik tarafından mukavemetlendirilir. İntermetalik çökelti genellikle $Ni_3(Al,Ti)$ γ' tipindedir. Bu grubun nikel-krom oranları ve mukavemetlendirme mekanizmaları, paslanmaz çeliklerden farklıdır. Paslanmaz çelikler %12-25 Cr ve %0-20Ni içermekte, demir esaslı süperalaşım lar ise %20 den daha fazla Ni içermektedir (%25-35). Bir veya daha fazla istenilen özelliğin kazanılması için pek çok element alaşıma ilave edilmektedir. YMK yapıdaki matris fazın sertleştirilmesini sağlayan bu elementlerin başında nikel, alüminyum, titanyum ve niyobyum gelmektedir. Bu elementler düzgün YMK γ' fazı ve düzgün HMT γ'' gibi intermetalik fazların uygun ısıl işlemler sonucunda çökelmelerini sağlarlar. Demir ve krom gibi elementler aynı zamanda γ' ve γ'' fazları içerisinde bulunabilirler. YMK alaşım lar kıyaslamalı olarak yüksek miktarlarda karbon ilaveleriyle (% 0,5) sertleştirilebilir. Azot ve fosfor bu etkiyi geliştirmek için kullanılmaktadır. Karbon, tane sınırlarında $M_{23}C_6$ ve M_6C gibi karbür fazlarının oluşumunu sağlayarak bu bölgelerin sertleşmesini sağlar. YMK yapıdaki demir esaslı alaşım lar 540°C üzerindeki uygulamalar için en önemli

malzemelerdendir. Bunun sebebi sıkı paket kafes yapısının zamana bağlı deformasyon sürecine daha dirençli olmasıdır. Birçok durumda, demir esaslı alaşımlardaki mikroyapı-özellik ilişkisi nikel esaslı alaşımlara benzer olarak kabul edilebilir [Çelik, 2006].

Choudhury ve El-Baradie demir esaslı süperalaşımları aşağıdaki şekilde sınıflandırmıştır;

- ❖ INCOLOY (800, 801, 802, 807, 825, 903, 907, 909)
- ❖ A-286
- ❖ ALLOY 901
- ❖ DISCALOY
- ❖ HAYNES 536
- ❖ H-155
- ❖ V-57 [Choudhury ve El-Baradie, 1998]

4.1.2. Kobalt esaslı süperalaşımlar

Kobalt matrisli süperalaşımlar ana bileşen olarak kobalt ve dikkate değer miktarda tungsten, krom içerir. Kobalt esaslı süperalaşımların matris yapısı içerisinde düşük miktarda tantal, titanyum, niyobyum, molibden ve demir bulunur. Donachie ve diğerleri kobalt esaslı süperalaşımları ısıl işlem şartlarına göre 3 gruba ayırmıştır. Bunlardan ilki 650°C civarında kullanılan MP-35N ve MP-159 isimli bağlayıcı alaşımlar, İkincisi 650°C ile 1150°C sıcaklık aralığında kullanılan Haynes 188, UMCo-50 ve S-816 alaşımlardır. Sonuncusu ise Stellite 6B isimli aşınma dirençli alaşımlardır [Donachie, 2002].

Kobalt esaslı süperalaşımların hiçbiri tam katı - eriyik alaşımı değildir. Çünkü hepsi ikincil karbür fazları veya intermetalik bileşikleri içerir. Bu durum yaşlanmaya ayrıca oda sıcaklığında süneklik kaybına da neden olur. Genel olarak bütün kobalt esaslı süperalaşımların ısıl işlem uygulamaları esnasında YMK kristal yapıya sahip oldukları belirtilmiştir.

MP-35N ve MP-159 alařımlarında, kullanım öncesi, önerilen termomekanik iřlem süresince sıkı paket hegzagonal (SPH) yapının miktarı kontrollü řekilde artırılır. 650°C ve 1050°C arasında ısıl iřlem uygulanan Stellite 6B ve 650°C civarında ısıl iřleme tabi tutulan Haynes 25 alařımları, kısmen sıkı paket hegzagonal (SDH) yapıya dönüşebilir. Kobalt esaslı süperalařımlar içerisinde Haynes 25 yaygın olarak kullanılan bir türüdür. Haynes 25 alařımı gaz türbinlerinin yüksek sıcaklıęa maruz kalan kısımlarında, nükleer reaktör parçalarında, implantlarda ve soęuk çalıřma şartlarında kullanılmaktadır. Üstün özelliklere sahip Haynes 188 alařımı tutuřturucularda, geçiř kanalları ve gaz türbinlerinin iç tasarımında kullanılır. Bu alařımın kimyasal bileřiminde lantan, silisyum, alüminyum ve magnezyum bulunmaktadır. 1100°C de oksidasyon direnci ve sürünme direnci yüksektir. Oda sıcaklıęında řekillendirilebilmekte ve uzun süreli yařlanmadan sonra çalıřma şartlarında süneklięini korumaktadır. Matris yapısı içerisinde %21 Fe içeren UMCo-50 alařımı, Haynes 188 ve Haynes 25 alařımları kadar sert deęildir. Belirtilen alařım karıřtırıcılar ve fırın parçaları için kullanılmaktadır. Katı ergiyik kobalt alařımlarının dięer bir grubu da Stellite 6B dir. Bu alařım yüksek sıcaklık uygulamalarında yüksek oksidasyon direncine sahiptir. Bu özellięi ise yüksek krom içerięinden (yaklařık %30) kaynaklanmaktadır. Stellite 6B, genellikle buhar türbinlerinde kullanılmaktadır [Donachie, 2002, Çay ve Ozan, 2005, Altın, 2005].

Choudhury ve El-Baradie kobalt esaslı süperalařımları ařaęıdaki řekilde sınıflandırmıřtır;

- ❖ HAYNES 188
- ❖ L-605
- ❖ MAR-M918
- ❖ MP35N
- ❖ MP159
- ❖ STELLITE 6B
- ❖ ELGILOY [Choudhury ve El-Baradie, 1998]

4.1.3. Nikel esaslı süperalařımlar

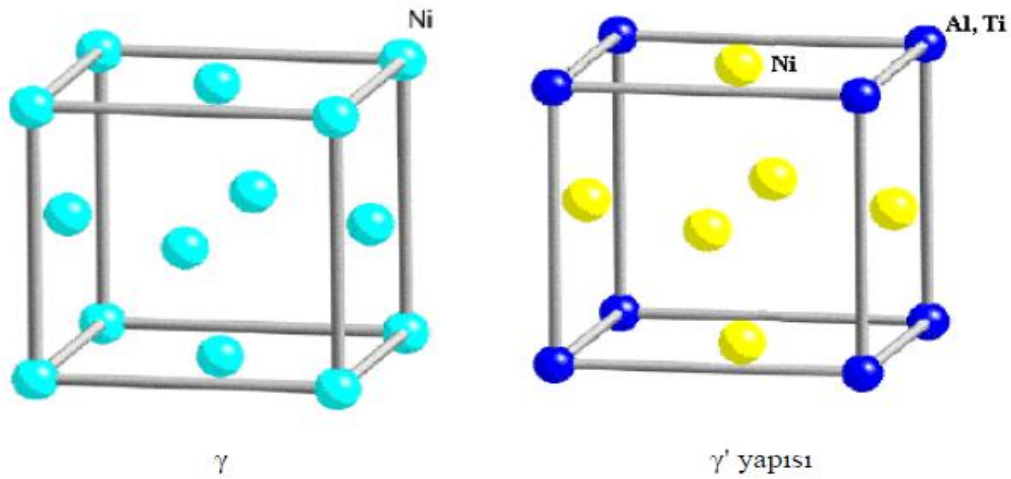
Nikel matrisli süperalařımlar içerdikleri yüksek miktarda nikel sayesinde kararlı bir içyapı sergilerler ve korozyon dayanımları yüksektir. Bu alařımlar içerisinde bulunan

yüksek miktardaki krom oksitleyici ortamlardaki korozyon direncini ve sertliği önemli ölçüde artırır.

Nikel esaslı süperalaşımların daha zor ve güç ortamlarda kullanılması bu alaşımların yüksek sıcaklıklarda korozyona, mekanik ve ısıl yorgunluğa, mekanik ve termal şoklara, sürünme ve erozyona karşı yüksek dayanımından kaynaklanmaktadır. Nikel esaslı süperalaşımlar bir katı çözeltili olan nikel matrisi içerisinde ara metal bileşiği $Ni_3(Al,Ta)$ ile katı çözeltili güçlendirme elementleri olan krom, tungsten ve renyumdan oluşmaktadır. Tantalyum ara metal bileşiği yüksek sıcaklık dayanımını ve oksidasyon direncini artırmaktadır. Bu atomik element, alaşımın oksidasyon direncini ve sıcaklığı düşürmek için titanyum ile yer değiştirebilmektedir [Motorcu, 2010].

Nikel esaslı süperalaşımlar ana element olarak %30 ile 70 Ni ve önemli miktarda (%30 civarı) Cr içermektedir. Demir elementi Inconel, Nimonic ve Hastel gibi nikel esaslı süperalaşımlar içinde az miktarda, Incoloy 901 ve Inconel 706 gibi alaşımlarda ise yaklaşık %35 oranında bulunur. Bazı nikel esaslı alaşımlar, mukavemet ve korozyon direnci için az miktarda alüminyum, titanyum, niyobyum, molibden ve tungsten de ihtiva etmektedir. Nikel esaslı süperalaşımlar katı ergiyik ve ikincil faz intermetalik çökelti tarafından mukavemetlendirilmektedir [Çay ve Ozan, 2005]. 650-1100°C sıcaklıklar arasında kullanılan malzemeler içinde yapı özellikleri ilişkisi en iyi bilinen malzemelerdir. İleri teknoloji hava taşıt motorlarının %50'sini nikel esaslı süperalaşımlar oluşturmaktadır. Matris, yüzey merkezli kübik östenit (γ) yapıdadır. İstenilen kompozisyona ulaşabilmek için 12-13 elementin çok iyi kontrol edilmesi gerekir [Erdem, 2007]. Ortam şartlarına ve kullanım amacına bağlı olarak ihtiyaçlara cevap verebilmesi bakımından nikel matrisli süperalaşımlar içerisine Cr, Nb, B, Fe, Mo, Co, Zr, Ti, Al, B gibi elementler ilave edilmektedir. Nikel esaslı süperalaşımların mukavemetleri, katı eriyik sertleştirilmesi veya katı çökelti sertleştirilmesi yöntemleri ile artırılabilir, fakat çoğunlukla katı eriyik sertleştirilmesi yöntemi tercih edilmektedir.

Nikel esaslı süperalaşımların içerisinde oluşabilecek çeşitli fazların oluşumuna farklı elementlerin varlığı neden olmaktadır. γ' fazının oluşumunda Co, Mo, W, Fe, Cr gibi elementler etkili olmaktadır. γ'' fazının oluşumunda ise Ti, Al, Nb, Ta ve Hf gibi elementler etkili olmaktadır. Gelişen teknoloji içerisinde birçok farklı nikel esaslı süperalaşımın varlığından bahsedilmektedir. Kullanılan bu nikel esaslı süperalaşımlar gama (γ) veya gama üssü (γ') fazlardan oluşmaktadır. γ fazı nikel matrisli YMK sistemde katı eriyik fazıdır. Nikel matrisli bu faz genellikle yüksek oranda Mo, W, Co ve Cr gibi katı ergiyik mukavemetlenmesi sağlayan elementler içerir. γ' fazı ise genellikle nikel matrisli süperalaşımlar içerisinde bulunan dayanım artırma fazı olarak belirtilen $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ fazıdır. $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ fazı YMK yapıya sahip kararlı bir çökelti fazıdır [Donachie, 2002]. γ ve γ' fazlarının her ikisi de YMK kristal kafese sahip katı çözeltilerdir. Aralarındaki tek fark γ' fazında YMK kafesin köşegenlerinde alüminyum veya titanyum atomlarının bulunmasıdır. Şekil 4.4' te nikel ve nikel esaslı bir süperalaşımın kristal yapısı görülmektedir [Kahraman, 2008].



Şekil 4.4. Nikel ve nikel esaslı bir süperalaşımın kristal kafes yapısı [Kahraman, 2008]

Nikel esaslı süperalaşımlar genellikle östenitik YMK yapıya sahip, yaşlandırma işlemi ile oluşturulan ikincil faz partikülleri ve oksit karbürler ihtiva eden özel bir malzeme grubudur. Bu alaşımlar içerisinde en sık görülen karbürler MC, M_6C , M_{23}C_6 ve Cr_7C_6 karbürleridir. Bu karbür fazları δ fazı olarak isimlendirilmektedir. Metal Karbürler (MC), katılaşmadan hemen sonra hem tane içlerinde hem de tane

sınırlarında oluşur. “M” metali temsil etmektedir. MC karbürünün en önemli özelliği, özellikle çözeltiliye alma işleminde MC karbürleri çözünmediği için tane irileşmesinin önüne geçmesidir. Termodinamik olarak en dengelisi HfC’dür. $M_{23}C_6$ şeklindeki karbürlerde metal olarak çoğunlukla Cr, (alaşım içinde yüksek oranda W, Mo ve Co mevcutsa M yerine bazen bu elementler de geçebilirler) vardır. $M_{23}C_6$ karbürleri sürekli olmaması şartıyla mekanik özellikleri olumlu etkiler. Cr_7C_6 tane sınırlarında blok halinde çökeler, kararlı değildir ve kolayca $M_{23}C_6$ ’ya dönüşür. M_6C karbürleri ise $M_{23}C_6$ ’ya benzer mekanik özellikler gösterir. MC karbürleri bileşim, sıcaklık ve zamana bağlı olarak oluşur. $M_{23}C_6$ faz metalin 760-980°C arasındaki sıcaklıklarda ya alaşım içerisinde çözünmüş olarak bulunan karbonla veya MC karbürlerinin bozulmasıyla oluşmaktadır. M_6C karbürleri 815-980°C arasında alaşım içerisinde %6-8 arasında Mo veya W varsa oluşur. Çoğu süper alaşımlarda döküm, yaşlandırma gibi işlemler sonrasında tane sınırlarında $M_{23}C_6$ karbürleri oluşur. Süreksiz olduğu zaman $M_{23}C_6$ karbürleri, tanelerin çevresinde erken kırılma olmaksızın gerilme gevşemesi için yeterli süneklik sağlarken, tane sınırı kaymasını önleyerek sürünme kırılmasını engellerler. Aksi durumda eğer karbürler tane sınırlarında sürekli bir film halinde çökelerse özellikleri kötüleşir [Donachie, 2002, Günebakmaz, 2007, Kahraman, 2008].

Çay ve Ozan yaptıkları incelemede, süperalaşımların kompleks alaşım sistemlerine sahip olduğundan ve birçok mukavemetlenme mekanizmasından bahsetmişlerdir. Bunlar; γ fazı ile katı çözeltiliyi mukavemetlendirme, γ' ve γ'' fazlarının hacim yüzdelerinin artırılması, γ' fazı ile katı çözeltili mukavemetlendirme, yapıda az miktarda σ ve η fazlarını oluşturma, γ' fazıyla tane sınırlarını ve karbürleri kontrol ederek mukavemeti yükseltme, tane büyüklüğü oranı için bileşen kalınlığının kontrolü [Çay ve Ozan, 2005]. Çizelge 4.2’de süperalaşımlar içinde gözlemlenen başlıca bileşenler verilmiştir.

Çizelge 4.2. Süperalaşım lar içinde gözlemlenen başlıca bileşenler [Çay ve Ozan, 2005]

Faz	Kristal yapı	Formül	Açıklamalar
γ'	YMK	Ni_3Al $Ni_3(Al, Ti)$	Birçok nikel ve nikel-demir esaslı süperalaşım içinde belli başlı mukavemetlendirme fazıdır, östenit matris içindeki kristal kafesleri küçüktür, küreselden kübiğe değişik şekillerde, sıcaklık ve zamanın etkisiyle de değişik boyutlardır.
η	HSP	Ni_3Ti	Demir, kobalt ve nikel esaslı süperalaşım larında yüksek titanyum/ alüminyum oranlarına uzun süre maruz kalmasından sonra bulunur.
γ''	BCT	Ni_3Nb	Inconel 718 içinde ana mukavemetlendirme fazıdır; kararlı bir fazdır.
$Ni_3Nb(\delta)$	Ortorombik	Ni_3Nb	Aşırı yaşlanan Inconel 718 içinde gözlemlenir; 815 ve 980 °C arasında şekillendiğinde iğnemsî bir görüntüye sahiptir; yüksek yaşlanma sıcak-lıklarında taneler arası çökteticiler tarafından ve düşük yaşlanma sıcak-lıklarında oluşan reaksiyonlar tarafından şekillenir
MC	Kübik	TiC, NbC, HfC	Titanyum karbür azot, zirkonyum ve molibden için çözülebilirliğe sahiptir; bileşimi farklıdır; küresel olarak görülür, "M" elementleri Ti, Ta, Hf, Nb, Th ve Zr olabilir.
$M_{23}C_6$	YMK	$Cr_{23}C_6$ $(Cr,FeW,Mo)_{23}C_6$	Çökelme şekli önemli olup; film, küresel, levha, lamelli ve hüresel olarak çökebilir; genellikle tane sınırlarında şekillenir; "M" elementi genellikle Cr, ancak Ni-Co, Fe, Mo yerine geçebilir.
M_6C	YMK	$Fe_3Mo_3C, Fe_3W_3C, Fe_4W_2C,$ $Fe_3Nb_3C, Fe_3Nb_3C,$ Ta_3Co_3C	Gelişigüzel dağılan karbürlerdir; pembemsi görünebilir; "M" elementi genellikle Mo, Tu dir.
M_7C_3	Hegzagonal	Cr_7C_3	Genellikle taneler arası bir blok şeklinde görülür; 1000°C sıcaklığın üstünde bir sıcaklığa maruz kaldıktan sonra Nimonic 80A gibi alaşım larında ve bazı kobalt esaslı alaşım larında görülür.
M_3M_2	Tetragonal	$Ta_3B_2, V_3B_2,$ $Nb_3B_2, (Mo, Ti, Cr, Ni, Fe)$ $_3B_2, Mo_2FeB_2$	Yaklaşık %0,03 veya daha fazla B'lu, Fe-Ni ve nikel esaslı alaşım larında gözlemlenir; boridler karbürlerle benzer; "M" elementleri Mo, Ta, Nb, Ni, Fe ve V olabilir.
MN	Kübik	TiN, (Ti, Nb, Zr)N, (Ti, Nb, Zr)(C, N), ZrN, NbN	Nitritler, Ti, Nb ve Zr içeren alaşım larında görülür; bunlar ergime sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ergimezler; parlatıldıklarında kolayca tanınırlar.
μ	Rombohedral	$Co_7W_6,$ $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$	Genellikle yüksek oranda Mo'den ve tungsten içeren alaşım larında görülür; kaba, düzensiz Widmanstent plakalar şeklindedir ve yüksek sıcaklıklarda şekillenirler.
Laves	Hegzagonal	$Fe_2Nb, Fe_2Ti, Fe_2Mo,$ Co_2Ta, Co_2Ti	Fe ve Co esaslı süperalaşım lar içinde çok yaygındır; genellikle şekillenen düzensiz küreler olarak görülüp ve yüksek sıcaklıklarda plakalar halin-dedir.
σ	Tetragonal	$FeCr, FeCrMo,$ $CrFeMoNi, CrCo, CrNiMo$	En çok Fe ve Co esaslı süper alaşım lar içinde, bir miktar da Ni esaslı süperalaşım larında görülür şekilleri düzensiz kürelerdir; 540-980°C ara-sında arasındaki sıcaklıklarda uzun süre bekletildikten sonra şekillenirler.

Ni matrisli süperalaşım lar içerisindeki Ni ve Cr kombinasyonu, bu alaşımların oksidasyon direncini artırır. Nikel esaslı süperalaşımların, özellikle 650°C üzerindeki sıcaklıklarda, mekanik dayanım bakımından benzer metal matrisli yapılardan daha üstün olduğu bilinmektedir. Örnek olarak Inconel 600 ve 601 gösterilebilir. Inconel 600 ve Inconel 601 gibi nikel esaslı ticari alaşımlar, ısıtma ekipmanları ve fırın parçalarında sıklıkla kullanılmaktadır. Bu alaşımların tercih edilme sebepleri arasında yüksek oksidasyon-korozyon direnci ve yüksek dayanıma sahip malzemelere ihtiyaç duyulması gösterilebilir [Kawthar-Ali, 2002].

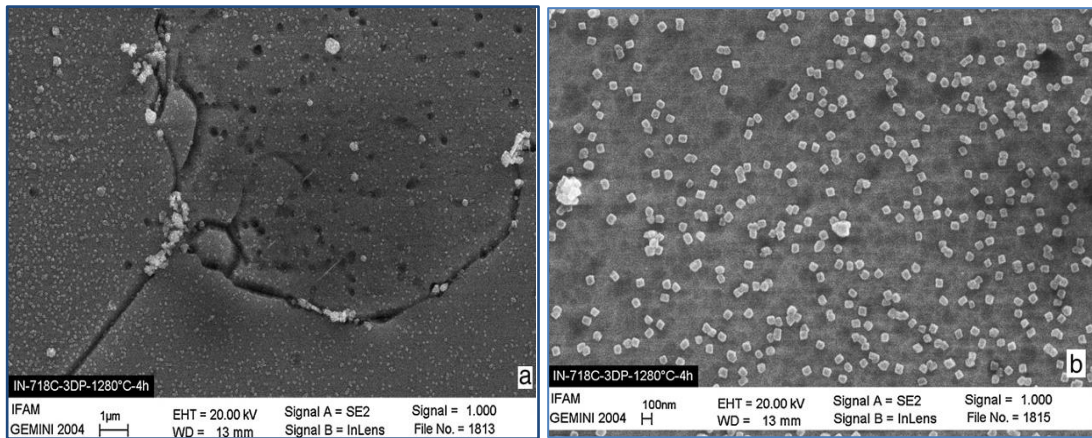
Inconel, Nimonic, Rene, Udimet, Pyromet ticari olarak kullanılan Ni esaslı süperalaşımlardır. Inconel 718, nikel alaşımlar içerisinde en çok kullanılanlardan bir tanesidir [Motorcu, 2010]. Choudhury ve El-Baradie Nikel esaslı süperalaşımları aşağıdaki şekilde sınıflandırmıştır;

- ❖ INCONEL (587, 597, 600, 601, 617, 625, 706, 718, X750)
- ❖ NIMONIC (75, 80A, 90, 105, 115, 263, 942, PE.11, PE.16, Pk.33)
- ❖ Rene (41, 45)
- ❖ UDIMET (400, 500, 520, 630, 700, 710, 720)
- ❖ PYROMET 860
- ❖ ASTROLOY
- ❖ M – 252
- ❖ HASTELLOY (C-22, G-30, S, X)
- ❖ WASPALOY
- ❖ UNITEMP AF2-IDA6
- ❖ HAYNES 230 [Choudhury ve El-Baradie, 1998]

Günümüz teknolojisinde Ni esaslı süperalaşımlar endüstriyel uygulamalarda birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Ni esaslı süper alaşımlar ısı dirençli alaşımların bir sınıfıdır. Süperalaşımlar yüksek ve kriyojenik sıcaklıklarda yüksek yüzey bozunma direnci ve mukavemet kombinasyonu sergilemektedir. Bu özellikleri onları, havacılık, otomotiv, medikal, kimya ve petrokimya sektörlerinde birçok uygulama için kullanılabilir kılmaktadır [Pollock, 2006, Youhua ve ark., 2010]. Nikel matrisli süperalaşımların belirtilen üstün özellikleri uzay ve güç üretim endüstrisi gibi yüksek sıcaklık uygulamaları için oldukça önemlidir [Semiatin ve ark., 2012].

Yaygın olarak kullanılan ticari nikel esaslı süper alaşımlardan birisi INCONEL 718'dir. INCONEL 718 γ' fazı ve Ni_3Nb (δ) tarafından güçlendirilmiş, çökeltme sertleşmeli bir alaşımdır, aynı zamanda rekabet oluşturulabilecek fazları da bünyesinde bulundurmaktadır. INCONEL 718 havacılık uygulamaları için ilgi çekicidir, çünkü INCONEL 718 650°C sıcaklıkta yüksek sıcaklık oksidasyon direncine ve mukavemete sahip olmasının yanında iyi süneklik ve tokluğa da sahiptir [Das ve ark., 2003].

Türker ve arkadaşları nikel esaslı INCONEL 718 süperalaşımı üzerine yaptıkları bir çalışmada INCONEL 718 içerisinde γ' (Ni (Al, Ti) ve γ'' (Ni_3Nb) gibi çökelti fazlarının oluşabileceğini bu fazların mekanik özellikleri etkileyeceğini bildirmişlerdir. Aynı çalışmada 1280°C sıcaklıkta tane sınırlarında ve içerisinde Nb'ca zengin γ'' (Ni_3Nb) fazlarının çökeldiğini (Şekil 4.5) bu fazların 1300°C sıcaklığına çıkıldığında çözüldüğünü rapor etmişlerdir [Türker ve ark., 2008].



Şekil 4.5. 1280°C de INCONEL 718 içerisinde çökelmiş fazların SEM görüntüsü

- a) Düşük büyütme
- b) Yüksek büyütme [Türker ve ark., 2008].

Ni esaslı süperalaşımlar gaz türbinleri, uçak motoru bileşenleri, jet motorları için kritik parçalar, roket motorları, nükleer parçalar, takım malzemeleri ve metaller için sıcak işlem kalıplarında en sık kullanılan malzemelerdir [Zhong ve ark., 2001]. INCONEL 625 ve INCONEL 718 mühendislik uygulamalarında en başarılı uygulanmış süperalaşımlar arasında yer almaktadırlar [Özgün ve ark., 2011]. Ni esaslı bir süperalaşım olan INCONEL 625 alaşımı korozyon ve mukavemet

dayanımının mükemmel bir kombinasyonunu sergilemektedir. Cr, Mo ve Nb gibi temel alaşım elementlerini içeren bu malzeme katı çözeltilerle mukavemetlenen bir alaşım olarak sınıflandırılmıştır. Mikroyapısal kararlılığından dolayı işlem sıcaklığı kriyojenik sıcaklıklar ile 1000°C arasında olabilmektedir [Tellkamp ve ark., 1997, Chung ve ark., 2002, Özgün ve ark., 2011]

Günümüz teknolojisinde mühendislik uygulamalarında en başarılı uygulanan Ni esaslı süperalaşımardan biri, INCONEL 625 alaşımıdır. INCONEL 625 alaşımı sahip olduğu korozyon direnci, yüksek mukavemet ve sürünme dayanımı sayesinde havacılık, denizcilik ve kimyasal güç reaktörleri uygulamalarında kullanılmaktadır [Song ve Nakata, 2010, Dul, 2013]. INCONEL 625 alaşımı başlangıçta yüksek sıcaklık mukavemetini Mo ve Nb elementlerinin Ni-Cr matriste meydana getirdikleri katı çözeltilerle sertleşmesi ile kazanacak şekilde tasarlanmıştır. Fakat başlangıçta her ne kadar katı çözeltilerle mukavemet kazanacak şekilde tasarlanmış olsa da 550-750°C aralığında yapılan yaşlandırma işlemleriyle içerisinde intermetalik fazların ve karbürlerin çökeldiği görülmüştür. Özellikle bu sıcaklıklar arasında oluşan intermetalik çökeltilerin ve MC tipi karbürlerin katı çözeltilerle sertleşmesiyle birlikte INCONEL 625 alaşımının dayanımını artırdığı bildirilmektedir [Shankar ve ark., 2001, Song ve Nakata, 2010, , Özgün ve ark., 2013].

INCONEL 625 gibi Ni esaslı süper alaşım gaz türbin motorlarının mevcut yoğun koşullarına dayanmak için yüksek mekanik özelliklerini nispeten koruyacak şekilde geliştirilmiştir. Bu alaşımdan yapılan yüksek performanslı metalik bileşenler çok farklı endüstriyel yöntemler kullanılarak üretilebilir ve ateşleme odalarında, yakıt enjeksiyon sistemlerinde ve gaz jeneratörü montaj sistemleri içerisinde bulunur [Julien ve Després, 2006].

4.2. Süperalaşım 625

Inconel 625 alaşımının geliştirilmesine, yüksek mukavemetli ana buhar boru hattı malzemesine yönelik talebi karşılamak için 1950 yılında başlanmıştır. Çeşitli unsurların alaşım sisteminin özelliklerini ve işlenebilirlik kabiliyetini nasıl etkilediğinin keşfinden yıllar sonra, 24 Ocak 1962'de patent başvurusu yapılmıştır.

Patent H. L. Eiselstein ve J. Gadbut adına 1964'te verilmiştir. Alaşım 625 için sunulan element kompozisyonu Çizelge 4.3'te verilmiştir [Eiselstein ve Tillack, 1991].

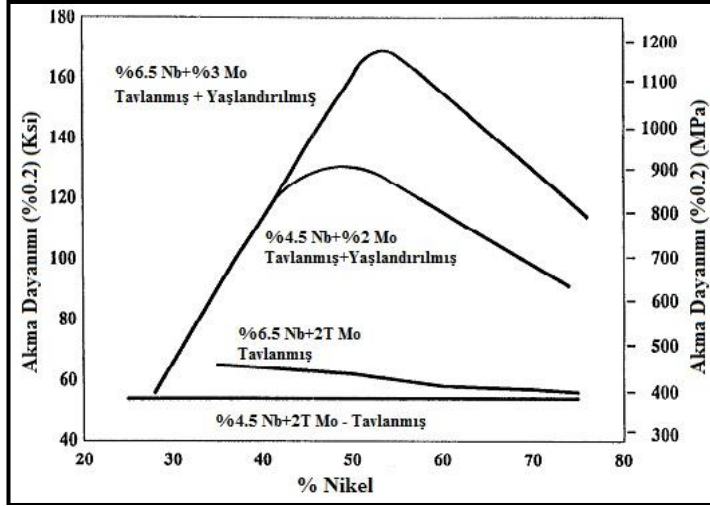
Çizelge 4.3. Inconel 625 alaşımının tipik kompozisyonu (% ağırlıkça)

Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	C	Si	Al	Ti	Mn	S
61	21,5	9,0	3,6	2,0	0,05	0,20	0,20	0,20	0,20	0,001

Başlangıç planı olarak kritik buhar uygulamalarında kullanılmak üzere geliştirilen bu alaşım, çok geniş endüstrilerde kullanılan bir malzeme şekline dönüşmüştür. Alaşım 625 yüksek mukavemet, mükemmel yorulma ve ısıl yorulma direnci, oksidasyon direnci, üstün kaynaklanabilirlik ve işlenebilirlik özelliklerinden dolayı havacılık endüstrisinde de kullanılmaktadır. Alaşımın geniş sıcaklık ve basınç değerleri altında mükemmel ve çok yönlü korozyon direncine sahip olması onun kimyasal işleme alanında geniş bir kabule ve yere sahip olmasının birincil sebebidir. Geniş su sıcaklık aralıklarında, gerilme çatlama ve oyuk oluşumuna karşı gösterdiği direnç, nükleer uygulamalarda geniş ölçüde kullanılmasına imkân sağlamıştır. Deniz suyu uygulamalarında kullanılmasının sebebi oyuk oluşumuna ve çatlak korozyonuna karşı gösterdiği direnç, yüksek korozyon-yorulma mukavemeti, yüksek kopma direnci ve klorür-iyon gerilme korozyonu çatlama direncidir. Mukavemeti, süneklik özellikleri ve diğer alaşımlara göre büyük miktarda seyreltilebilme özelliğinden dolayı değişik metalleri bir araya getirmek için kaynak malzemesi olarak sıklıkla kullanılır. 625 alaşımının geliştirilme tarihindeki en çarpıcı gerçeklerden biri de yine kendisi gibi çok yönlü ve etkileyici ve şimdiye kadar geliştirilen en başarılı yaşlandırılmış nikel alaşım olan 718'e zemin hazırlamasıdır [Eiselstein ve Tillack, 1991].

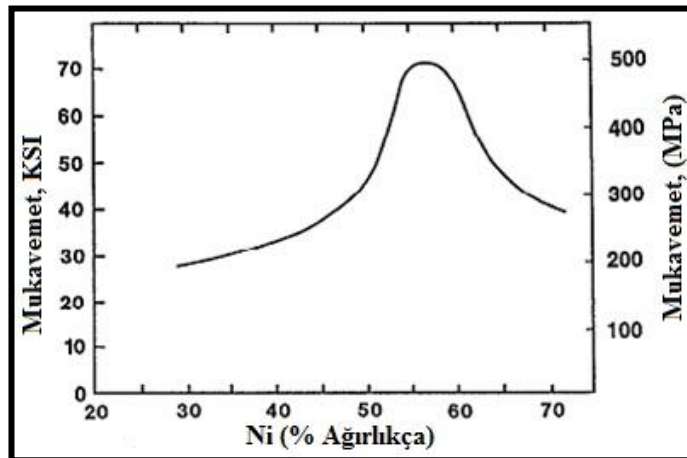
1950'lerde yapılan çalışmalar, bir Inconel 600 alaşım matrisi içindeki krom, molibden, niyobyum, alüminyum ve titanyum gibi alışılmış ana elementlerin çeşitli miktarlarının güçlendirme çalışmalarındaki etkisi üzerinedir. Bu elementlerin teker teker güçlendirilmelerinin etkileri çarpıcı olmamıştır. Bu yüzden değişen miktarlarda nikel ile kombine halde molibden ve niyobyum kullanılmıştır. Alaşımın hedefi

metalurjik kararlılık olduğu için, her bir alaşımın gerilme örnekleri 704° C de 16 saat boyunca basit bir yaşlandırma işlemine tabi tutulmuş ve oda sıcaklığında test edilmiştir. Net sonuçlar Şekil 4.6'da gösterilmiştir [Eiselstein ve Tillack, 1991].



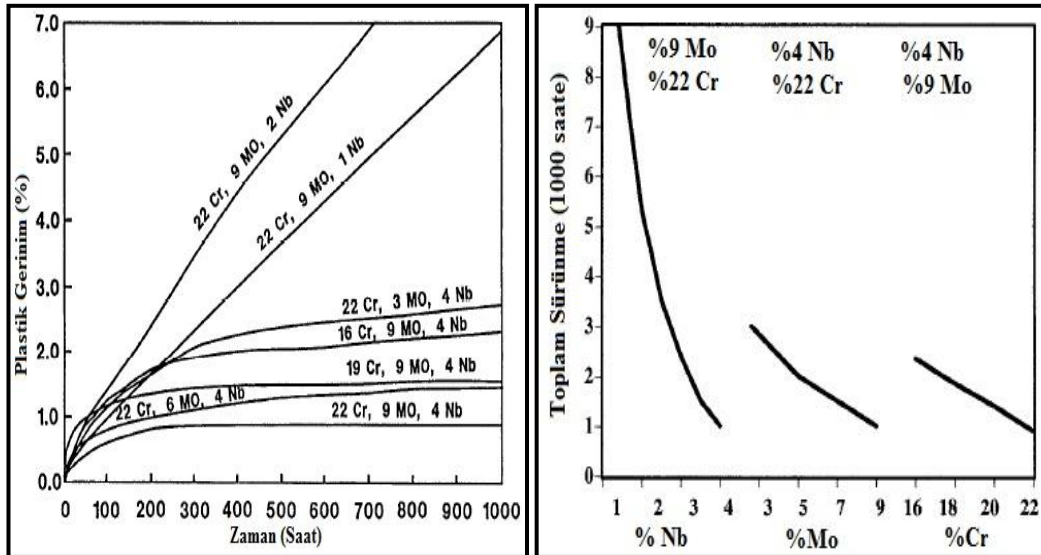
Şekil 4.6. INCONEL 625 alaşımının oda sıcaklığındaki akma dayanımı üzerine tavlama ve yaşlandırmanın etkisi [Eiselstein ve Tillack, 1991].

Yapılan çalışmalarda faktöriyel deneyler kullanılarak Nb, Mo, Al, Ti ve Cr için uygun seviyeler belirlenmiştir. 649°C 'de tavllanmış INCONEL 625 'in gerilme-kopma mukavemeti üzerindeki nikelin etkisi Şekil 4.7'de gösterilmiştir; % 57 civarında bir pik sergilemiştir.



Şekil 4.7. Alaşım 625 in kopma mukavemeti üzerine Ni etkisi [Eiselstein ve Tillack, 1991].

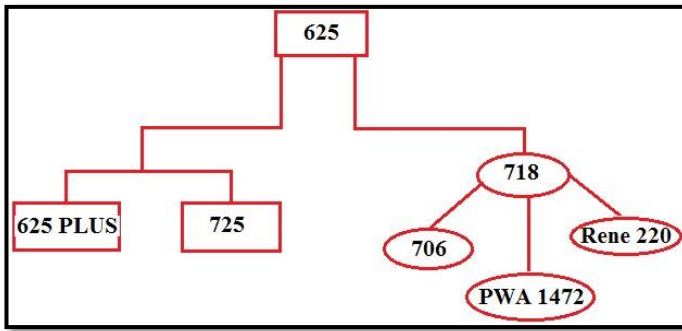
Molibden, matrisin mukavemetini artırır; tek başına ya da Nb ile etkileşimle yaşlandırma tepkisini artırır ve darbe mukavemetini azaltır. Krom içeriğini % 16'dan % 22'ye artırmak matrisin dayanımında bir artışa yol açmıştır ancak bu seviyelerdeki Cr yaşlandırma işleminde herhangi bir tepkiye neden olmamıştır. Mo, Cr ve özellikle Nb alaşıma sürünme mukavemeti katmıştır. Bu etkiler Şekil 4.8 a ve b'de görülmektedir [Eiselstein ve Tillack, 1991, Smith ve ark., 2001]. Alaşım 625 içerisinde Al ve Ti düşük seviyede tutulmuştur. Çünkü alaşımın yaşlandırılması en aza indirilmek istenmiştir. Düşük seviyedeki Al ve Ti'un bir avantajı da kaynaklanabilme ve lehimlenebilme özelliklerini artırmasıdır. Bir alaşım elementi olarak, Ni korozif ortam direncine katkıda bulunur, özellikle çevresel etkiyi indirmek için doğal tuz solüsyonları ve alkalınlar ayrıca korozyon kırıklarını önlemede çok faydalıdır. Diğer taraftan, Cr, hidroklorik asit gibi oksitleyici olmayan ortamlarda düşük direnç gösterir ama nitrik asit gibi oksitleyici solüsyonlara mükemmel bir direnç gösterir. Mo, sertleştirici bir matris gibi mekanik mukavemete ek bir katkı sağlar, indirgenmiş ortamlarda korozyon direncine büyük katkı sağlar ve çukurlaşma direncine katkıda bulunur.



Şekil 4.8. Mo, Cr ve Nb'un INCONEL 625 alaşımına etkileri:

- 816°C de 53 MPa da yapılan sürünme testleri
- Sürünme dayanımına Cr, Mo ve Nb etkisi [Eiselstein ve Tillack, 1991]

Alaşım 625 1950'lerde icat edilmiş ve 1962 yılında ticari olarak satılmıştır. O zamandan günümüze kadar Şekil 4.9'da gösterildiği gibi çok sayıda varyasyonları türetilmiştir. En başarılısının Inconel alaşım 718 olduğu belirtilmiştir. Alaşım 718 üzerindeki bir değişiklikle alaşım 706 yapılmıştır ve yaşlandırma sertleştirilmesi yapılan alaşım yüksek mukavemeti, iyi işlenebilirlik, büyük kesitlerde gerilim-kopmaya karşı direncinin birinci sınıf olmasından dolayı büyük türbin tekerlerinde kullanılmıştır [Eiselstein ve Tillack, 1991, Smith ve ark., 2001].

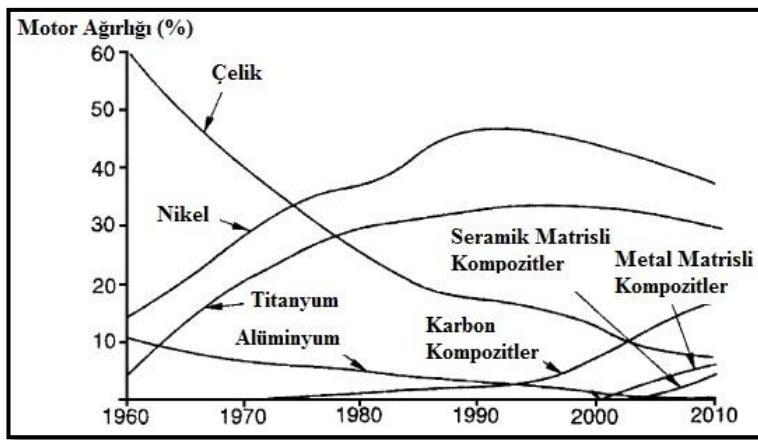


Şekil 4.9. Alaşım 625 in türevleri [Eiselstein ve Tillack, 1991]

4.3. Süperalaşımların Uygulama Alanları

Süperalaşımlar, nikel, nikel-demir veya kobalt esaslı ısı dirençli alaşımların bir sınıfıdır, süperalaşımlar yüksek ve kriyojenik sıcaklıklarda yüksek yüzey bozunma direnci ve mukavemet kombinasyonu sergilemektedir. Bu özellikleri onları, havacılık, otomotiv, medikal, kimya ve petrokimya sektörlerinde birçok uygulama için kullanılabilir kılmaktadır [Das ve ark., 2003, Youhua ve ark., 2010]. Süperalaşımların en belirgin özellikleri yüksek sıcaklıklarda sergiledikleri yüksek dayanımdır. Endüstride yaygın olarak kullanılan süperalaşımlar genellikle Ni, Fe ve Cr üzerine geliştirilmiştir. Kimya sanayinde, deniz, hava, uzay araçlarında, nükleer reaktörlerde, gaz türbinlerinde, endüstriyel ocaklarda, ısıtım ekipmanlarında, nükleer enerji sektöründe, türbin kanatlarında, sıcak iş takımlarında ve yaylarda kullanılmaktadırlar [Paulonis ve Schirra, 2001, Pollock, 2006, Hernandez ve ark., 2012].

Ezugwu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada uzay sanayin de kullanılan motor ve ekipman malzemelerinin işlenebilirliği üzerine bir inceleme yapmışlardır. Araştırmacılar yaptıkları incelemede uçak motorlarında ve çeşitli ekipmanlarında çeşitli özelliklere sahip birçok metal malzemenin kullanıldığını ve son yirmi yılda Ni ve Ti esaslı alaşımların kullanımının önemli ölçüde arttığını bildirmişlerdir. Bir gaz türbini içerisinde bulunan malzemelerin ağırlıkça oranları ve yıllara göre değişimi Şekil 4.10'da verilmiştir [Ezugwu ve ark. 2003].



Şekil 4.10. Bir gaz türbini içerisinde kullanılan malzemelerin gelişimi [Ezugwu ve ark. 2003].

Çay ve Ozan yaptıkları incelemede süperalaşımların yüksek sıcaklık dayanımları nedeniyle genellikle uçak parçaları, kimyasal ekipmanlar ve petrokimya ekipmanları olarak kullanıldıklarını rapor etmişlerdir. Süperalaşımların yaygın olarak kullanıldığı uygulama alanlarını aşağıdaki başlıklar altında listelemişlerdir [Smith ve ark., 2001, Çay ve Ozan, 2005].

Uçaklar ve endüstriyel gaz türbinleri

- Diskler,
- Cıvatalar,
- Şaftlar,
- Muhafaza kapları,
- Pervane kanatçıkları,
- Vanalar,
- Yanma odaları

Gaz türbini santralleri

- Cıvatalar,
- Pervane kanatçıkları,
- Gaz ısıtıcıların bacaları.

Uzay araçları

- Aerodinamik araç zırhları,
- Roket motor parçaları.

Kimyasal ve petro-kimya sanayisi

- Cıvatalar,
- Valflar,
- Reaksiyon kapları,
- Borular,
- Pompalar.

Isıl işlem ekipmanları

- Tepsiler,
- Karıştırıcılar,
- Konveyör bantları.

Nükleer güç sistemleri

- Hareket mekanizmaları için kontrol çubukları,
- Akış valfları,
- Yaylar.

Motorlar

- Turbo yükleyiciler,
- Eksoz valfları,
- Isıtma elemanları,
- Valflar ve contalar.

Metal işçiliği

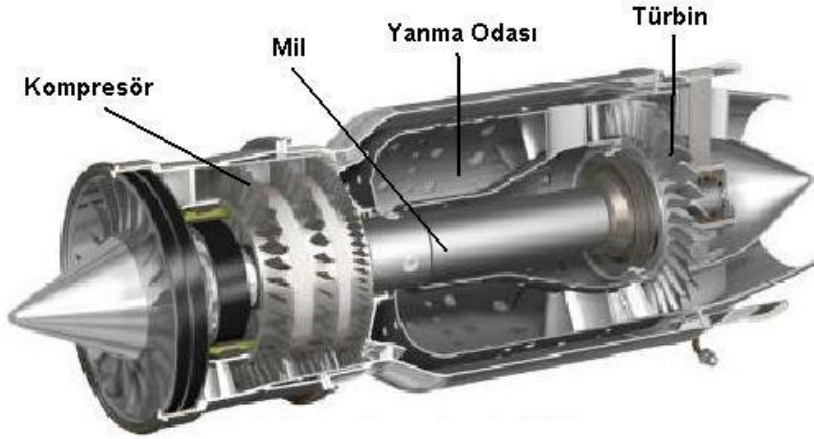
- Sıcak işleme takımları ve kalıplar,
- Döküm kalıplar.

Tıbbi uygulamalar

- Dişçilik,
- Protezcilik ekipmanları,



Şekil 4.11. Nikel Esaslı Süperalaşımların Etkin Olarak Kullanıldığı Gaz Türbin Motoru [Çay ve Ozan, 2005].

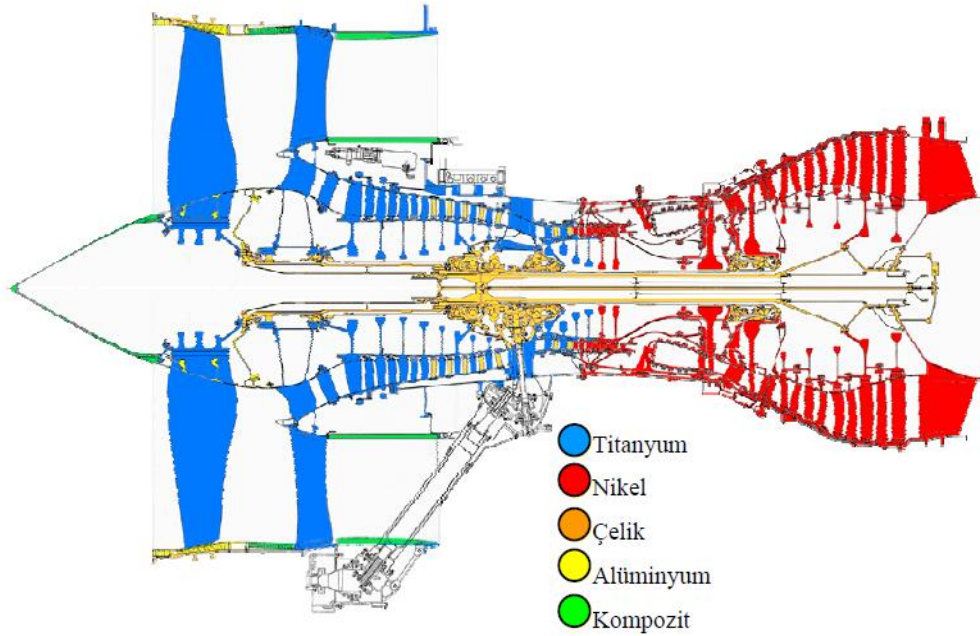


Şekil 4.12. Bilgisayarla simüle edilmiş bir uçak motoru ve önemli bölümleri [Çay ve Ozan, 2005].

Demir esaslı süperalaşımlar, yüksek miktarda Ni (%40'a kadar) ve ayrıca Al ve Ti içerdiklerinden dolayı, çökelmeyle sertleşebilir. Dayanımları, Ni ve Co esaslı olanlara nazaran daha düşüktür. Bu nedenle, daha uzun ömür istendiğinde ve aynı zamanda yüksek mekanik ve ısıl zorlamalarda Ni ve Co esaslı alaşımlar tercih edilir. Uçak tahrik sistemlerinde, bu alaşımların tercih oranı yakın zamanda %50 değerine kadar ulaşmaktadır. Türbin kanat malzemesi olarak, Co esaslı süperalaşımlar nispeten daha düşük gerilme zorlanmalarına uygundur. Bundan dolayı, dönen parçalarda daha az tercih edilir fakat korozyona, yorulmaya dayanımının yüksek oluşu, daha iyi dökülebilmesi ve iyi kaynak edilebilirliği için kanat yönlendirici

malzeme olarak kullanılabilir [Günebakmaz, 2007]. Şekil 4.13'te uçak motorlarında Ni alaşımlarının kullanıldığı bazı bölgeler gösterilmiştir.

1950'li yıllardan bu zamana NASA tarafından geliştirilmiş ve üretilmiş birçok savunma uçağı mevcuttur. Geliştirilen bu uçaklar genel olarak Blackbirds olarak adlandırılmaktadır. Geliştirilen Blackbirds ailesinin tamamına yakınında ve motor blokları başta olmak üzere çeşitli kısımlarında Ni esaslı süperalaşımlar kullanılmaktadır [Merlin, 2009].



Şekil 4.13. Nikel alaşımlarının uçak motorunda kullanıldığı bölgeler [Kahraman, 2008]

Blackbirds ailesi içerisinde, Ni esaslı alaşımlar yüksek sıcaklık dayanımlarından dolayı birçok farklı yerde kullanılmışlardır. Nikel alaşım Inconel 718 kullanılarak difüzör meydana getirilmiştir. Birçok J58 Motor bileşenleri oksidasyon direnci yüksek olan Ni esaslı Waspalloy alaşımından yapılmıştır. Yanma ocakları Hastelloy-X alaşımı kullanılarak modellenmiştir. Türbin diskleri çökeltme sertleştirilmiş Astralloy alaşımı ile üretilmiştir [Merlin, 2009].

5. MALZEME VE YÖNTEM

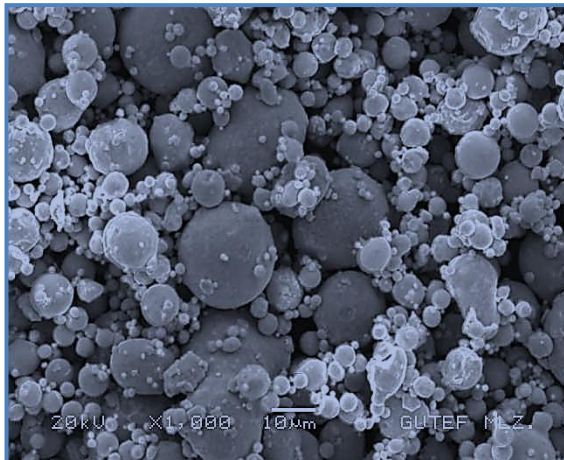
5.1. Malzeme

5.1.1. Metal tozu

Deneysel çalışmalarda Sandvik Osprey firmasından temin edilmiş ön alaşımli süperalaşım INCONEL 625 tozu kullanılmıştır. Kullanılan süperalaşım INCONEL 625 tozu 20 mikron altı gaz atomize küresel şekilli bir tozdur. INCONEL 625 tozunun kimyasal bileşimi Çizelge 5.1’de ve toz şekli Resim 5.1’de verilmiştir.

Çizelge 5.1. Ön alaşımli INCONEL 625 süperalaşım tozunun kimyasal bileşimi

Toz Cinsi		C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Nb	Co	Al	Fe	Ti	Ni
INCONEL 625	Min.		-	-	-	-	20,0	8,0	3,15	-	-	-	-	B
	Max.	0,10	0,50	0,50	0,015	0,015	23,0	10	4,15	1,00	0,40	5,0	0,40	B



INCONEL 625 tozunun
Piknometre yoğunluğu:
8,44 g/cm³

Resim 5.1. Ön alaşımli INCONEL 625 süperalaşım tozunun SEM görüntüsü

5.1.2. Bağlayıcı bileşenleri ve özellikleri

İlk deneysel çalışmalarda literatüre paralel olarak suda çözülebilen polietilenglikol (PEG) esaslı ve parafin wax (PW) esaslı iki farklı bağlayıcı sistemi kullanılmıştır. Hazırlanan bağlayıcı formülleri kullanılarak farklı toz yükleme oranlarında besleme stokları oluşturulmuş ve reoloji çalışmaları yapılmıştır. Reoloji çalışmalarından elde edilen sonuçlar doğrultusunda PEG ve PW’ın birlikte kullanıldığı 5 farklı bağlayıcı

bileşenine sahip özgün bir bağlayıcı formülü geliştirilmiştir. Bağlayıcı formülleri K1, K2 ve K3 olarak adlandırılmıştır. K1, K2 ve K3 formülleri Çizelge 5.2-5.4'te verilmiştir.

Çizelge 5.2. PEG esaslı bağlayıcı sistemi

K1			
Bağlayıcı Elemanları	(% Ağılıkça)	Yoğunluğu (g/cm ³)	Bağlayıcı sistem yoğunluğu (g/cm ³)
PEG 8.000	68	1,204	1,089
Polipropilen	27	0,850	
Stearik asit	5	0,840	

Çizelge 5.3. Parafin Wax esaslı bağlayıcı sistemi

K2			
Bağlayıcı Elemanları	(% Ağılıkça)	Yoğunluğu (g/cm ³)	Bağlayıcı sistem yoğunluğu (g/cm ³)
ParafinWax	67	0,90	0,890
CarnaubaWax	12	0,97	
Polipropilen	20	0,85	
Stearik asit	1	0,84	

Çizelge 5.4. Özgün bağlayıcı sistemi

K3			
Bağlayıcı Elemanları	(% Ağılıkça)	Yoğunluğu (g/cm ³)	Bağlayıcı sistem yoğunluğu (g/cm ³)
PEG 10.000	25	1,20	0,953
ParafinWax	33	0,90	
CarnaubaWax	11	0,97	
Polipropilen	30	0,85	
Stearik asit	1	0,84	

Toz parçacıklarının sinterleme aşamasına kadar bir arada tutmak amacıyla bütün bağlayıcı sistemleri içerisinde iskelet bağlayıcı olarak Polipropilen (PP) kullanılmıştır. Bağlayıcı sistemleri içerisinde Stearik asit (SA) yağlayıcı olarak tercih edilmiştir. Bağlayıcı sistemleri içerisinde bulunan elemanların özellikleri aşağıda verilmiştir;

Bağlayıcı sistemleri içerisinde kullanılan PEG'ler Alfa Aser firmasından temin edilmiştir. PEG'ler çizgisel yapıdaki polimerlerin suda çözünen bir ailesini meydana getirmektedir ve etilen oksit'in ilave reaksiyonu ile elde edilmektedir. Kimyasal formülleri $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$ şeklinde gösterilmektedir. PEG'ler ortalama molekül ağırlıklarının numaralarıyla nitelendirilir, örneğin PEG 600. PEG'lerin fiziksel özelliklerinin molekül ağırlığına bağlı olarak değiştiği bilinmektedir. Molekül ağırlığının artması ile suda ve diğer çözücülerde çözünürlüğünün azaldığı bildirilmiştir [Gökten, 2003]. Deneysel çalışmalarda kullanılan PEG 8000'in ergime sıcaklığı 58-63°C aralığında, PEG 10000'in ergime sıcaklığı 60-63°C aralığında değişmektedir. Kullanılan PEG 8000 ve PEG 10000'in yoğunlukları sırasıyla 1,204 ve 1,2 g/cm³'tür. PEG 8000 ve PEG 10000'in bozunma başlangıç sıcaklıkları sırasıyla 304 ve 340°C dir.

K1, K2 ve K3 sistemleri içerisinde iskelet bağlayıcı olarak toz haldeki PP kullanılmıştır. Petkim A.Ş'den temin edilen PP'nin kimyasal formülü $CH_2CH(CH_3)$ şeklinde gösterilmektedir. Bu bağlayıcı elemanın yoğunluğunun 0,85 g/cm³, ergime sıcaklığının 189°C olduğu ve suda çözünmediği için parçaları sinterleme aşamasına kadar taşıyacağı belirtilmiştir [Gökten, 2003 ve Erdem, 2010].

K2 ve K3 bağlayıcı sistemleri içerisinde kullanılan carnauba wax (CW) ticari olarak kullanılan Brezilya mumu olarak da bilinen bir malzemedir. Yoğunluğu 0,97 g/cm³ tür ve ergime sıcaklığı 98-112°C aralığında değişmektedir. Çeşitli çalışmalarda besleme stoklarının akışkanlığını kolaylaştırmak için kullanılmıştır [Rhee, 1992, Hidalgo ve ark., 2010]. Bağlayıcı sistemleri içerisinde yağlayıcı görevi yapması amacı ile yaygın olarak SA kullanılmaktadır. Kullanılan SA'nin yoğunluğu 0,845 g/cm³ ve erime sıcaklığı 67-69°C aralığındadır [Gökten, 2003].

5.2. Toz Boyut Analizi

Yapılan çalışmalarda nikel esaslı süperalaşım INCONEL 625 metal tozu kullanılmıştır. Çalışmalarda kullanılan tozların boyut analizi, Gazi Üniversitesi, Makina Mühendisliği Toz Metalurjisi laboratuvarında bulunan Malvern Mastersizer lazer boyut ölçme cihazıyla gerçekleştirilmiştir.

5.3. Karıştırma ve Besleme Stoğu Hazırlama

Karıştırmadaki amaç toz parçacıkları bağlayıcılar ile kaplamak, topaklanmaları dağıtmak ve besleme stoğunun her yerinde homojen bir dağılım sağlamaktır. TEK besleme stoklarının homojensizliği karışım ile ilgilidir [German, 1990, Karataş ve ark. 1998, Supati ve ark., 2003, Urtekin, 2008]. Genel olarak kullanılan iki tür karıştırma yönteminden bahsedilebilir. Birincisi malzemeleri kuru toz olarak karıştırma diğeri ise bağlayıcıları eritip tozu ekleme şeklinde yapılır. Kuru karıştırmada bağlayıcılar oda sıcaklığında katı olarak bulunması gerekmektedir [German, 1990, Anwar ve ark. 1995, Erdem, 2010].

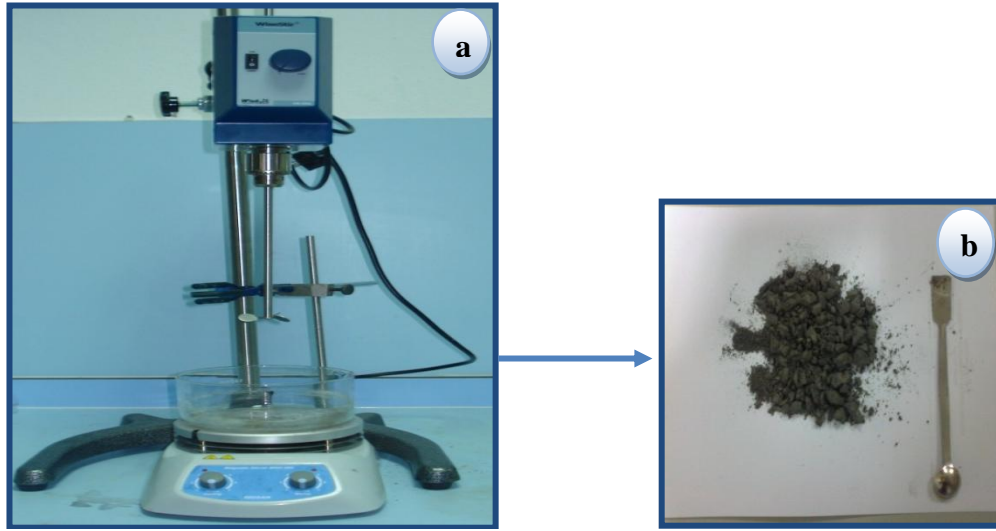
Karıştırma işlemi iki adımda gerçekleştirilmiştir. İlk adımda bağlayıcı sistemlerini oluşturmak için bağlayıcı bileşenleri kendi arasında kuru olarak karıştırılmıştır. İkinci adımda besleme stoklarını oluşturmak için bağlayıcı sistemleri ile toz parçacıkları sıcak olarak karıştırılmıştır.

Karıştırma işleminin ilk adımında bağlayıcı elemanları Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan Turbula marka T2F tipi üç boyutlu karıştırıcı ile homojen bir dağılım elde etmek amacıyla 30 dakika süreyle kuru olarak karıştırılarak K1, K2 ve K3 elde edilmiştir (Resim 5.2).

Karıştırma işleminin ikinci adımında ise Gazi Üniversitesi Atatürk Meslek Yüksekokulu Kimya Bölümü Laboratuvarlarında bulunan 750 rpm ve 85 Nm torka sahip bir sıcak karıştırma sistemi ile bağlayıcı sistemleri ve toz parçacıkları ayrı ayrı karıştırılmıştır (Resim 5.3a). Karıştırma işlemi sonrası elde edilen besleme stokları el ile granül haline getirilmiştir (Resim 5.3b)



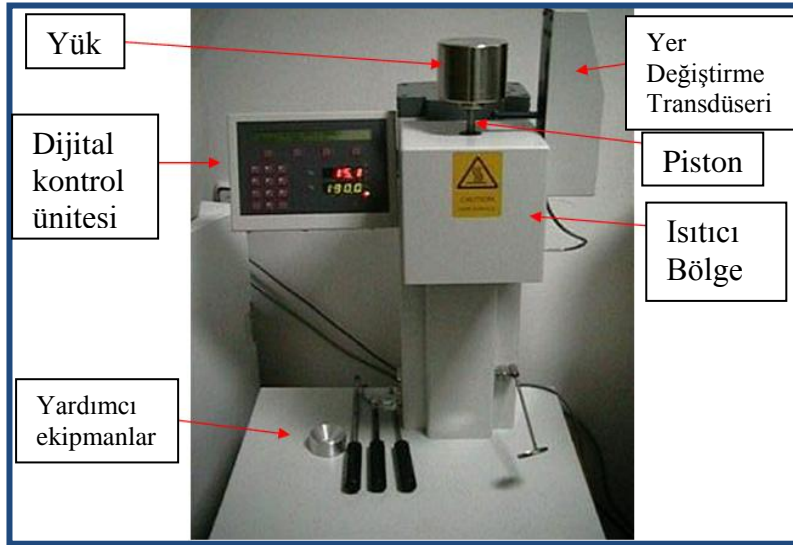
Resim 5.2. Turbula marka T2F tipi üç boyutlu karıştırıcı



Resim 5.3. Sıcak karıştırma işlemi;
a) Sıcak karıştırma sistemi
b) Granül besleme stokları

5.4. Reoloji DeneYleri

Malzemelerin reolojik özelliklerinin en önemlisi, viskozitedir ve ergiyik malzemenin kalıp boşluğuna dolumunda en önemli rolü oynamaktadır [Carreau ve ark., 1997, Uluer, 2008,]. Hazırlanan besleme stoklarının viskozitelerini ve çeşitli akış davranışlarını belirlemek amacıyla reoloji çalışmaları yapılmıştır. Reoloji çalışmaları Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan ASTM D 1238 (TS EN ISO 1133) standardına uygun Ergime Akış İndeks (EAI) cihazı (ASTM D 1238 ve TS 1675 standartlarına göre kılcal reometre) kullanılarak yapılmıştır (Resim 5.4).



Resim 5.4. Ergime Akış İndeks Cihazı

Deneylerde kullanılan EAİ cihazının ısıtıcı sistemi $0,1^{\circ}\text{C}$ hassasiyetindedir ve cihaz el ile kumanda edilebilir özelliğindedir. Basınç için kullanılan yükler kalibrasyon sertifikasına sahiptir. İçerisinde besleme stokunun bulunduğu ve etrafı yalıtılmış $9,55\text{ mm}$ ($0,0076\text{ mm}$) çapında, 162 mm yüksekliğinde ve 200°C 'de $60\text{-}65\text{ HRC}$ sertliğini koruyabilecek özellikte silindirik haznesi olan EAİ cihazı, SAE 52100 malzemesinden üretilmiştir. Piston, silindire kaygan geçme toleransında geçmektedir. Pistonun üzerine yük konulan kısmında, pistondaki ısının yüke geçmesini önleyen bir yalıtım bileziği bulunmaktadır. Orifisin çapı $9,5\text{ mm}$ ve yüksekliği 8 mm olup tungsten karbür malzemesinden üretilmiştir. Orifis üzerinde bulunan ve besleme stokunun içerisinden geçerek aktığı nozul silindirik kesitli olup $2,095\text{ mm}$ çapındadır [Uluer, 2008,].

EAİ cihazından (kılcal reometre) elde edilen kayma hızı değerleri görünür değer olup görünen kayma hızı (γ_g) olarak adlandırılmaktadır. EAİ cihazında, uygulanan basınç sonrasında oluşan hız ve hıza bağlı olarak yer değiştirme miktarı ölçülmektedir. Ölçülen yer değiştirme miktarı kullanılarak debi (Q) hesaplanmaktadır. Bu debi değeri, nozul yüzeyindeki (duvardaki) kayma hızının (Eş. 5.1) elde edilmesi için kullanılmaktadır. Uygulanan basınçta nozul boyunca düşme olmadığı kabulü ile birlikte ($\Delta p = p$) nozul yarıçapı (R) ve nozul uzunluğuna (L) ait geometrik değerler kullanılarak Newtonian bir akışkan için silindir içindeki akışta duvardaki kayma

gerilmesi (τ) Eş. 5.2 ile hesaplanmaktadır. Dolayısı ile elde edilen değerler Newtonian bir akışkan için gerçek değerler olup, Newtonian olmayan bir akışkan için bu değerler görünür değerler olarak adlandırılmaktadır. Görünür kayma hızı ve duvardaki kayma gerilmesi (Eş. 5.3) kullanılarak hesaplanan viskozite görünür viskozite olarak adlandırılmaktadır (η_g). Gerçek viskozite değerinin elde edilmesi için görünür kayma hızının Rabinowitsch yaklaşımı (Eş. 5.4) ile düzeltilmesi gerekmektedir. Rabinowitch yaklaşımı, duvardaki kayma hızının herhangi bir hız profili gerekmeksizin hesaplanabilmesini sağlamaktadır. Ayrıca, Rabinowitch yaklaşımı, Newtonian ve Newtonian olmayan akışkanların kayma hızları arasındaki farkı da göstermektedir. Düzeltilen kayma hızı (γ_d) Eş. 5.5'de yerine yazılarak düzeltilmiş gerçek viskozite (η_d) elde edilmiştir [Carreau ve ark., 1997, Uluer, 2008].

$$\gamma_g = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (5.1)$$

$$\tau = \frac{\Delta p R}{2L} \quad (5.2)$$

$$\eta_g = \frac{\tau}{\gamma_g} \quad (5.3)$$

$$\gamma_d = \gamma_g \frac{3n+1}{4n} \quad (5.4)$$

$$\eta_d = \frac{\tau}{\gamma_d} \quad (5.5)$$

η_g = Görünür Viskozite (Pa.s)

γ_g = Görünür kayma Hızı

τ = Duvardaki kayma gerilmesi

γ_d = Düzeltilmiş kayma hızı

η_d = Düzeltilmiş Viskozite

Δp = Nozul kılcal kanal boyunca basınç düşmesi

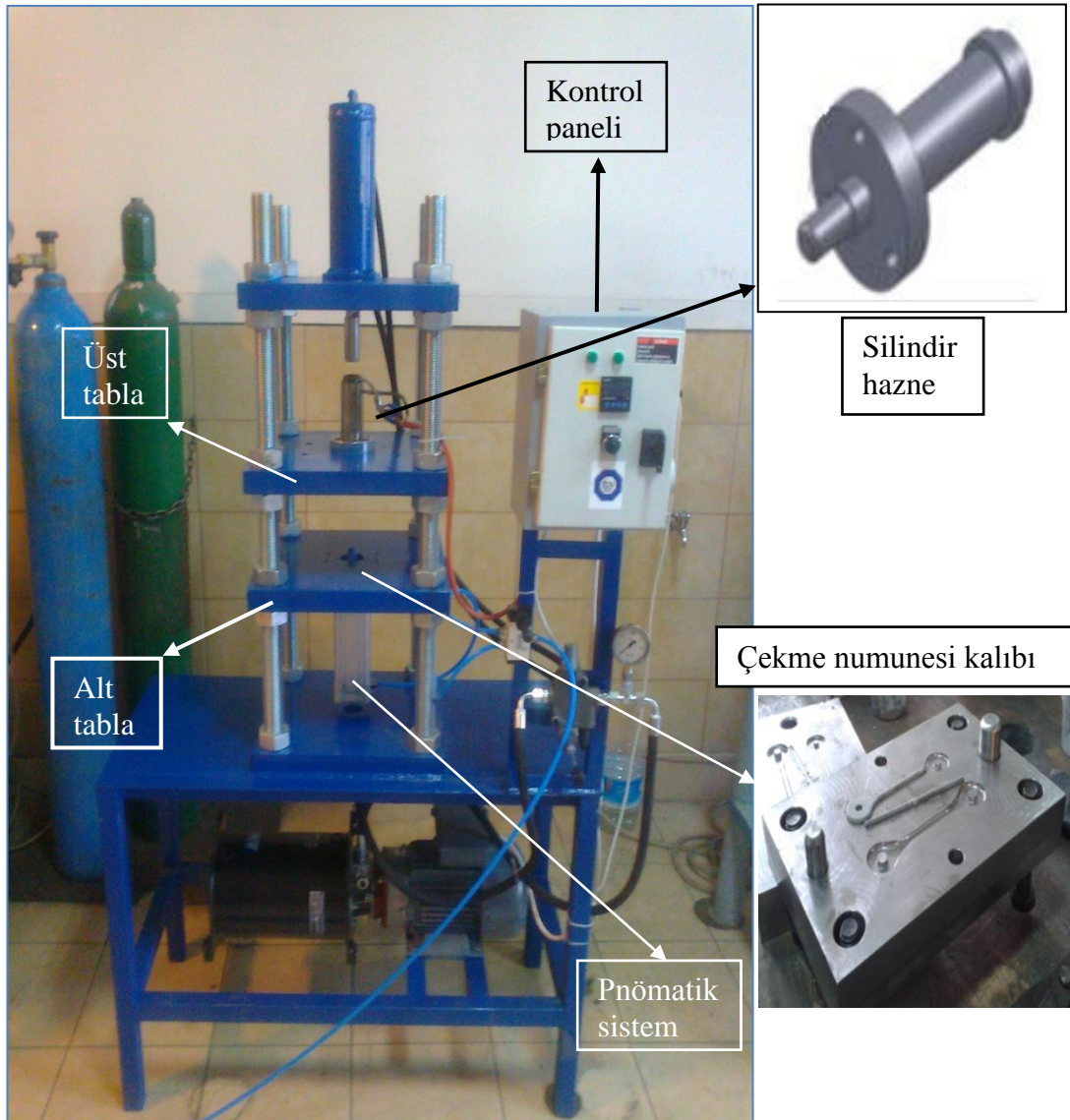
R = Nozul yarı çapı, (mm)

L = Nozul uzunluğu, (mm)

Q = Hacimsel debi, mm³/s

5.5. Enjeksiyon Kalıplama işlemi

Hazırlanan besleme stoklarının enjeksiyon kalıplama işlemi Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan bu çalışma kapsamında tarafımızdan tasarlanmış Laboratuvar tipi toz enjeksiyon kalıplama cihazıyla gerçekleştirilmiştir (Resim 5.5). Tasarlanan cihazın yük kapasitesi 3,5-4 ton aralığındadır. Besleme stoklarının içerisine konulduğu haznenin ve akışın gerçekleştiği silindirin sıcaklığı 50-400°C aralığında kontrol edilebilmektedir.



Resim. 5.5. Laboratuvar tipi enjeksiyon kalıplama cihazı

Besleme stoklarının içerisine yerleştirildiği silindir hazne yüksek sıcaklık uygulamalarına dayanıklı sıcak iş takım çeliğinden imal edilmiştir. Haznenin etrafı 500°C sıcaklığa kadar çıkabilen kelepçe rezistanslar ile sarılmış ve hazne içerisinde elde edilen net ısı termokupl ile kalibre edilmiştir.

Tezgâhın alt tablasının orta kısmına kalıp alt plakası yerleştirilmekte ve pnömomatik bir sistemle kalıp desteklenmekte. Üst tablanın orta kısmında bulunan besleme çıkışı ile kalıbın üst kısmında bulunan yolluk girişi sıfır tolerans ile bir birine geçmektedir. Kalıplama işlemi yaklaşık 12 MPa basınçta gerçekleştirilmiştir.

5.6. Besleme Stokları İçerisinden Bağlayıcı Giderme

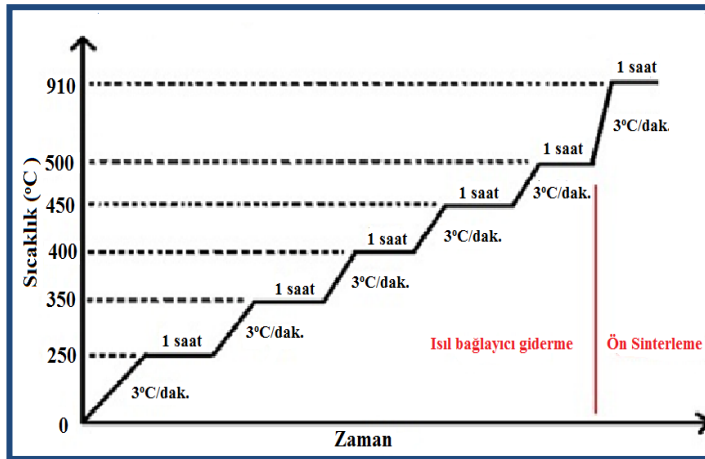
Bağlayıcı giderme, besleme stokuna kalıplama ile istenilen şekil verildikten sonra parçadan bağlayıcının çıkarılmasıdır. Bu işlemin genellikle fazla zaman aldığı ve genel olarak bağlayıcının iki farklı şekilde parça içerisinden giderildiği bilinmektedir.

Yapılan deneysel çalışmalarda enjeksiyon kalıplama işlemi sonrası yapı içerisinde bulunan bağlayıcı bileşenleri iki aşamada uzaklaştırılmıştır. İlk aşamada ham yoğunluğa sahip numuneler bir çözücü (heptan) dolu beher içerisine uygun şekilde sıralanmıştır ve fırın içerisine yerleştirilmiştir. Bağlayıcı giderme işleminin ilk aşaması Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan Protherm PLF 120/12 tipindeki fırın içerisinde gerçekleştirilmiştir. Çözücüde bağlayıcı giderme işlemi çok kritik bir süreçtir. Bu işlem, gerekenden çok hızlı ve yüksek sıcaklıklarda yapılırsa ve gereken bekleme süresinden fazla süre beklenirse numunelerde çarpılma gözlenebilir. Bu durum dikkate alınarak çözücü içerisinde bağlayıcı giderme aşaması ile ilgili pilot deneyler yapılmıştır ve bu çalışmalar sonucunda çözgen bağlayıcı giderme işleminde sıcaklık 65°C ve bekletme süresi 6 saat olarak belirlenmiştir.

Çözücü içerisinde ayrıştırma işlemi sonrası numuneler aynı fırın içerisinde 45°C sıcaklıkta 3 saat süre ile kurutma işlemine tabi tutulmuşlardır. Kurutma işlemi sonrası numuneler Sartorius marka 0,001 g hassasiyete sahip terazi ile tartılarak

ağırlıkça % malzeme kaybı hesaplanmıştır. Bağlayıcı giderme işlemlerinin bütün aşamalarında bağlayıcı sistemleri üzerine yapılan DTA ve TG analizleri dikkate alınmıştır.

Bağlayıcı giderme işleminin ikinci aşaması ısıl bağlayıcı giderme işlemidir ve bu işlem kısmi bir ön sinterleme aşamasını oluşturmaktadır. Isıl bağlayıcı giderme işlemi Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan 1700°C sıcaklık kapasitesine sahip Carbolite marka tüp fırın içerisinde gerçekleştirilmiştir. Isıl bağlayıcı giderme işleminin devamında numuneler fırın içerisinde çıkarılmadan sinterleme işlemine geçildiği için ısıl bağlayıcı giderme işlemi yüksek saflığa sahip argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Bağlayıcı gidermenin bu adımında kimyasal çözgen içerisinde yapıdan uzaklaşmayan bağlayıcı elemanları ısıl olarak uzaklaştırılmıştır. Numuneler Şekil 5.1'de verilen ısıl bağlayıcı giderme döngüsünden geçirilerek ısıl ayrıştırma işlemine tabii tutulmuştur.

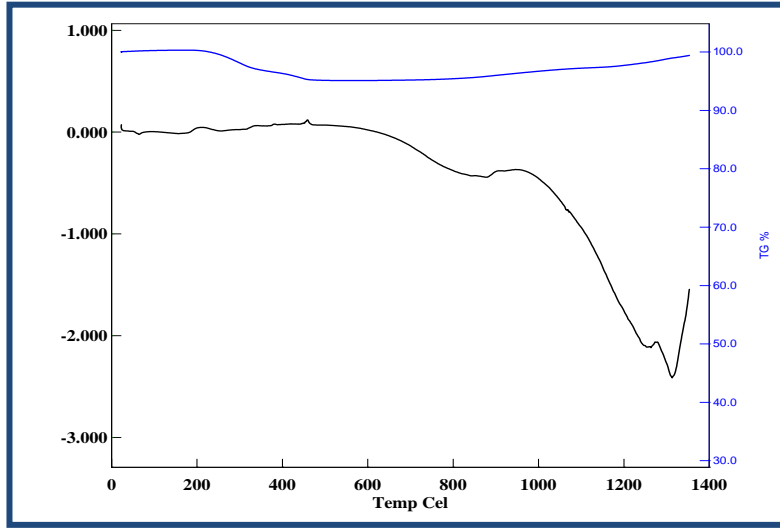


Şekil 5.1. Isıl bağlayıcı giderme döngüsü

Isıl bağlayıcı giderme işlemi kademe kademe gerçekleştirilmiştir. Isıtma hızı 3°C/dak. olarak belirlenmiştir. Isıl bağlayıcı giderme döngüsü K3 sisteminin DTA grafiğine paralel olarak ayarlanmıştır.

5.7. Sinterleme

Isıl bağlayıcı giderme işlemi sonrası numuneler aynı fırın içerisinde çıkarılmadan sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme işleminde oluşabilecek hataları minimuma indirmek ve tam yoğunluğa ulaşmak için uygun sinterleme sıcaklığının ve atmosfer kontrolünün belirlenmesi amacıyla içerisinde hacimce %65 INCONEL 625 tozu ve %35 K3 bağlayıcı sistemi bulunan besleme stoklarına TG ve DTA analizleri yapılmıştır. Analiz sonuçları Şekil 5.2’de verilmiştir



Şekil 5.2. %65 INCONEL 625 + %35 K3 içeren besleme stokunun TG ve DTA analizleri

Şekil 5.2 dikkate alınarak 5 farklı sinterleme sıcaklığı (1250, 1270, 1290, 1300 ve 1310°C) belirlenmiştir. DTA eğrisine göre hazırlanan besleme stokunun solidüs sıcaklığının yaklaşık 1288°C, likidüs sıcaklığının ise yaklaşık 1335°C olduğu düşünülmektedir. Sinterleme işlemi Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan Carbolite marka tüp fırın içerisinde gerçekleştirilmiştir. Numuneler seramik kaplar içerisine yerleştirilmiştir. Sinterleme işlemi bir birbirini izleyen ön sinterleme ve sinterleme döngüsü şeklinde gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemlerinde koruyucu atmosfer olarak yüksek saflığa sahip argon gazı kullanılmıştır. Şekil 5.2’de verilen ısıl bağlayıcı giderme ve ön sinterleme döngüsünün akabinde 3°C/dak. ısıtma hızıyla 1250-1310°C sıcaklık aralığında 1 saat süreyle sinterleme işlemi yapılmıştır. Yoğunluk değeri bakımından

en uygun sinterleme sıcaklığı belirlenerek sinterleme süresi değiştirilmiştir. Sinterleme işlemi sonrası aynı fırın içerisinde 10°C/dak. ısıtma hızıyla soğutma işlemi yapılarak döngü tamamlanmıştır.

5.8. Sinterlenmiş Numunelerin Yoğunluk ve Boyutsal Çekme Hesabı

Sinterleme işlemi sonrası numunelerin yoğunlukları ve boyutsal çekme oranları hesaplanmıştır. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimet prensibine göre hesaplanmıştır. Deney numunelerinin % çekme oranları ve yoğunluk ölçümleri, TS EN 623-2 ve TS 2305 standartları esas alınarak yapılmıştır [TS 2305, 1976, TS EN 623-2, 1999]. Gözeneklere suyun girmemesi için numune yüzeyi özel bir çözelti içerisine daldırılarak kaplanmıştır. Yoğunluk hesabı Eş. 5.6'ya göre yapılmıştır;

$$d: \frac{m_1}{m_2 - m_3} \times \rho_w \quad (5.6)$$

d: Yoğunluk (g/cm³)

m₁: Kuru deney numunesinin havadaki kütlesi

m₂: Numunenin çözeltiliye daldırılıp kaplandıktan sonraki kütlesi

m₃= Numunenin sudaki kütlesi

ρ_w= Saf su yoğunluğu, 0,997 g/cm³ olarak alınmıştır. (oda sıcaklığında)

$$\% \text{ Teorik Yoğunluk} = \frac{\text{Sinterlenmiş parçanın Yoğunluğu}}{\text{IN625'in yoğunluğu}} \times 100$$

Boyutsal çekme (% çekme) oranının hesaplanması işlemi numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası boyları ölçülerek yapılmıştır. Ölçme işlemi dijital kumpas kullanılarak Eş. 5.7 göre yapılmıştır.

$$\% \text{ Çekme} = \frac{b-a}{b} \times 100 \quad (5.7)$$

b = Sinterleme öncesi ölçülen numune boyu

a = Sinterleme sonrası ölçülen numune boyu

5.9. Mikro Yapısal İncelemeler

Sinterleme işlemi sonrası elde edilen INCONEL 625 numunelerin mikro yapısal değişimlerini incelemek amacıyla optik mikroskop ve SEM yardımıyla analizler yapılmıştır. Mikro yapısal incelemeler öncesi numuneler metalografik işlemlerden geçirilerek hazırlanmıştır. Parlatma işlemi sonrası tane yapısını ve tane sınırlarını görebilmek amacıyla uygun dağlayıcı formülü belirlenerek dağlama işlemi yapılmıştır.

5.9.1. Optik mikroskop çalışmaları

Numunelerin gözenek morfolojisini karakterize etmek, oluşan çeşitli fazları tespit amacıyla Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan Leica marka optik mikroskop kullanılmıştır.

5.9.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve(EDS)

Sinterleme işlemi sonrası SEM çalışmalarında Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan JEOL marka JSM-6060LV Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Noktasal ve bölgesel element analizleri tarama elektron mikroskobuna bağlı IXRF marka EDS (enerji dağılımlı X-ışınları spektrometresi) cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

5.10. Termal Analizler (DTA – TG)

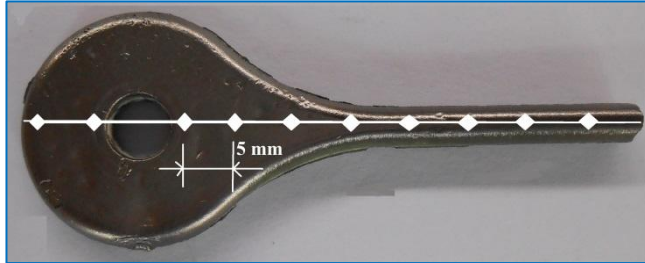
Reoloji çalışmaları öncesi sıcaklığa bağlı olarak bağlayıcı elemanlarının ayrışma sıcaklıklarını ve malzeme kaybının başlangıç sıcaklığını tespit etmek ve sinterleme aşaması öncesi bilgi sahibi olmak amacıyla TG ve DTA analizleri yapılmıştır. TG ve DTA analizleri Gazi Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü Süper İletken Laboratuvarında bulunan Exstar S11 7300 marka cihaz kullanılarak 10°C/dak. ısıtma hızında 500°C sıcaklığa çıkılarak Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir. 500°C sıcaklıkta 30 dakika beklendikten sonra numuneler koruyucu atmosfer kullanılmadan oda sıcaklığına soğutulmuştur.

5.11. X – Işınları Dağılımı Analizi(XRD)

Bileşik fazların ve çeşitli yapıların tanımlanması için X-ışını dağılımı (XRD) analizleri yapılmıştır. XRD analizleri Kastamonu Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik bölümü laboratuvarlarında bulunan Bruker AXS D8 Advance marka X-ray cihazıyla gerçekleştirilmiştir. XRD ölçümleri 2θ içerisinde 3° - 90° aralığında tarama oranında CuK_{α} kaynağı kullanılarak yapılmıştır.

5.12. Sertlik Deneyleri

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş numunelerin sertliklerini belirlemek için Vickers sertlik ölçme yöntemi kullanılmıştır. Sertlik ölçümleri Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında bulunan Shimadzu marka mikro sertlik cihazında yapılmıştır. Ölçümlerde 0,1 kg yük kullanılarak deneyler gerçekleştirilmiştir. TEK numunelerin sertlikleri Resim 5.6'da gösterilen hat boyunca kenarda merkeze doğru 5 mm aralıklarla 10 noktadan ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir.



Resim. 5.6. TEK numunelerin sertlik ölçülen bölgeleri

5.13. Çekme Deneyleri

Çekme deneyleri bilgisayar kontrollü Schimadzu marka çekme cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Deney numuneleri baş kısmında bulunan deliklere geçirilen bir aparat yardımıyla çeneler arasına yerleştirilmiştir. Deneyde kafa hızı sabit olarak 1 mm/dak. seçilip, yükü artırmak suretiyle MPIF - 50 standardı esas alınarak yapılmıştır [Sago, 2004].

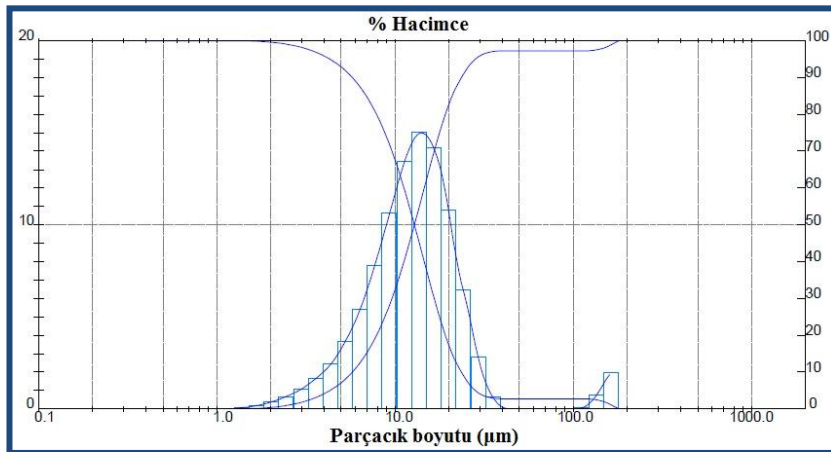
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

6.1. Toz Boyut Analizi

Toz enjeksiyon kalıplama (TEK) işleminde kontrolü sağlamak için tozların özellikleri bilinmelidir. Sinterlenen parçanın son özelliklerini, tozun başlangıç özellikleri belirlediği ve toz enjeksiyon kalıplama işleminde son derece ince tozların (çapları 20 mikrondan küçük) kullanılması gerektiği belirtilmiştir [German, 1990, Karataş ve Sarıtaş, 1998]. TEK işleminde yüksek paketleme yoğunluğu için uygun parçacık büyüklüğü dağılımı ve hızlı pişirme için düşük ortalama parçacık dağılımı (20 μm altında) gibi özelliklerin nihai ürünü etkilediği rapor edilmiştir [Supati ve ark., 2000, Suri ve ark., 2003]. Deneysel çalışmalarda nikelce zengin INCONEL 625 metal tozu kullanılmıştır. Kullanılan metal tozunun parçacık boyut dağılımının toz enjeksiyon kalıplama işlemine uygunluğunu belirlemek için yapılan analiz sonuçları Çizelge 6.1 ve Şekil 6.1’de verilmiştir. Parçacık boyut dağılımını üç boyut kullanarak tanımlamak yaygın bir ifadedir ve bunlar birikimli dağılımda %90, %50 ve %10’daki parçacık boyutlarına karşılık gelen üç noktada D_{90} , D_{50} ve D_{10} olarak belirtilirler [German, 2007].

Çizelge 6.1. INCONEL 625 süperalaşım tozunun $D_{(10)}$, $D_{(50)}$ ve $D_{(90)}$ değerleri

$D_{(10)}$, μm	$D_{(50)}$, μm	$D_{(90)}$, μm
5,77	12,86	23,62



Şekil 6.1. INCONEL 625 süperalaşım tozunun boyut dağılım grafiği

Çizelge 6.1’de verilen değerler incelendiğinde INCONEL 625 süperalaşım tozunun %90’ı 23,62 μm ’den, %10’u 5,77 μm ’den küçüktür. Çizelge incelendiğinde açıkça görülmektedir ki kullanılan INCONEL 625’in ortalama toz boyut dağılımı (D_{50}) 20 mikrondan küçüktür. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde sorunsuz bir kalıplama ve hızlı bir sinterleme işlemi için $D_{(50)}$ değerinin 20 μm ’nin altında olması istenilmektedir [Supati ve ark., 2003].

6.2. K1, K2 ve K3 İle Besleme Stoğu Hazırlama

K1, K2 ve K3 bağlayıcı sistemleri ile (Bkz Çizelge 5.2-5.4) farklı toz yükleme oranlarına sahip besleme stokları (toz ve bağlayıcı karışımı) hazırlanmıştır. Her bir bağlayıcı sistemi INCONEL 625 ile farklı oranlarda ayrı ayrı olarak karıştırılmıştır. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde toz bağlayıcı oranı belirleme kritik bir parametredir [Li ve ark., 2007]. Fazla toz az bağlayıcı olması durumunda viskozite aşırı artar ve kalıplama zorlaşır, bağlayıcının az olmasından tozlar arasında kapalı bağlayıcılar kalır, ayrışmada bu toz arasında kalan bağlayıcı çatlamaya neden olur, çünkü içeride gaz oluşur. Bağlayıcının fazla olması da istenilen bir durum değildir, bağlayıcı fazla olması durumunda sinterlemede büyük ölçüde boyut küçülmesinin olabileceği ve kalıplama sırasında tozdan ayrılabilmesi, boyutsal kontrol sorunlarına neden olabileceği vurgulanmıştır [Karataş ve Sarıtaş, 1998, Liu ve ark., 2003]. Yapılan deneysel çalışmalarda kullanılan bağlayıcı sistemleri ve INCONEL 625 ile hazırlanan besleme stoklarında toz enjeksiyon kalıplama sırasında oluşabilecek sorunları en aza indirmek ve sorunsuz bir kalıplama yapabilmek için çeşitli toz yükleme oranlarında besleme stokları hazırlanmıştır. Kullanılan INCONEL 625 tozunun besleme stoku içerisindeki yüzdeleri belirlenirken ilk aşamada benzer tozlar için yapılmış çalışmalar referans alınmıştır [Johnson ve ark., 2004, Uprak, 2008, Ahn ve ark., 2009, Özgün ve ark., 2011, Gülsoy ve ark., 2011].

Reoloji çalışmaları sırasında besleme stoklarının viskozitelerini ve kayma hızlarını belirlemek ve bu parametrelerin üzerine kalıplama değişkenlerinin (sıcaklık, basınç) etkilerini incelemek amacıyla farklı basınç değerleri (0,165-2,069 MPa) ve 110-200°C aralığında değişen sıcaklık değerleri uygulanmıştır. Besleme stoklarına uygulanan basınç ve sıcaklık değerleri besleme stoku içerisindeki toz ve bağlayıcı

miktarına bağı olarak değişkenlik göstermiştir. Bütün besleme stoklarında toz bağlayıcı oranları % hacimce belirlenmiştir. Besleme stokları içerisinde bulunan katı malzemelerin (toz) hacimce yüzde oranları ve kullanılan bağlayıcı sistemlerini gösteren bilgiler Çizelge 6.2’de verilmiştir.

Çizelge 6.2. Besleme stoku içerisinde bulunan toz miktarları ve bağlayıcı sistemleri

Toz	Bağlayıcı sistemi	Katı yükleme oranı (%hacimce)	Sıcaklık değişimi (°C)	Basınç değişimi
INCONEL 625	K1	59-61-63	150-190	0,298 MPa 0,689 MPa 2,069 MPa
	K2	59-61-63-65-67-69-71	110-190	0,165 MPa 0,298 MPa 0,689 MPa
	K3	59-61-63-65-67	110-190	0,165 MPa 0,298 MPa 0,689 MPa

Çizelge 6.2. incelendiğinde kullanılan bağlayıcı sistemine göre toz yükleme miktarlarında meydana gelen değişim açıkça görülecektir. Yapılan reoloji çalışmalarında besleme stokları içerisindeki toz yükleme miktarları belirlenirken ilk aşamada daha önce yapılmış çeşitli çalışmalar dikkate alınmıştır ve daha sonra çalışmanın seyrine paralel olarak değişen sıcaklık ve basınç değerlerine göre optimum şartlar belirlenmiştir. Besleme stokları içerisinde bulunan toz miktarı yaklaşık %3,5’lik bir oran ile sistemli olarak artırılmıştır. Besleme stokları içerisindeki toz miktarındaki artışa paralel olarak katı yükleme (toz) oranını artırmak amacıyla sıcaklık ve basınçta artış yapılmıştır. Besleme stoku içerisindeki toz miktarı arttıkça sinterleme sonrası çekme-büzülmenin azaldığı bilinmektedir. Ayrıca besleme stoku içerisindeki toz miktarının artışının enjeksiyon kalıplama aşamasında bağlayıcı sisteminin toz taşıma kapasitesinin arttığı bir göstergesidir [Suri ve ark., 2005, Ahn ve ark., 2009]. INCONEL 625 tozu üç bağlayıcı sistemi ile de ayrı ayrı karıştırılarak besleme stokları hazırlanmış, hazırlanan besleme stoklarının reolojik davranışları incelenmiştir. K1 ve K2 bağlayıcı sistemlerinin üstün yanları dikkate alınarak geliştirilen K3 sistemi kullanılarak hazırlanan besleme stokları ile uygun toz

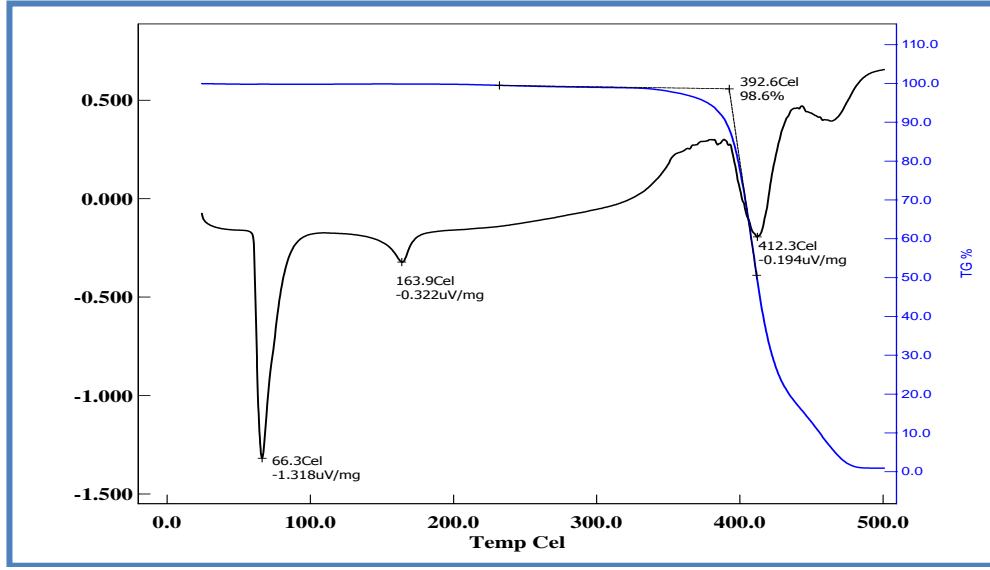
yükleme oranı belirlenmiş ve enjeksiyon kalıplama işlemi yapılarak çekme numuneleri elde edilmiştir. INCONEL 625 + K3 kullanılarak elde edilen çekme numuneleri üzerine bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemi uygulanmıştır. Sinterleme işlemi sonrası bu besleme stokları üzerine mekanik ve mikro yapısal incelemeler yapılmıştır. Bütün besleme stoklarının reoloji çalışmaları sırasında uygulanan sıcaklıkların belirlenmesinde bağlayıcı sistemleri üzerine yapılan DTA ve TG analizleri dikkate alınmıştır. INCONEL 625 ve K3 kullanılarak hazırlanan besleme stokunun kalıplama işlemi sonrası sinterleme sıcaklığının belirlenmesinde besleme stoku üzerine yapılan DTA-TG analizleri etkili olmuştur.

6.3. DTA ve TG analizleri

Toz enjeksiyon kalıplama işleminde kullanılacak bağlayıcı sistemlerinin reoloji çalışmaları öncesi sıcaklığa bağlı olarak bağlayıcı elemanlarının ayrışma sıcaklıklarını ve malzeme kaybının başlangıç sıcaklığını tespit etmek amacıyla TG ve DTA analizleri yapılmıştır. K1, K2 ve K3 bağlayıcı sistemlerinin TG ve DTA analiz değerleri Şekil 6.2-6.6'da verilmiştir.

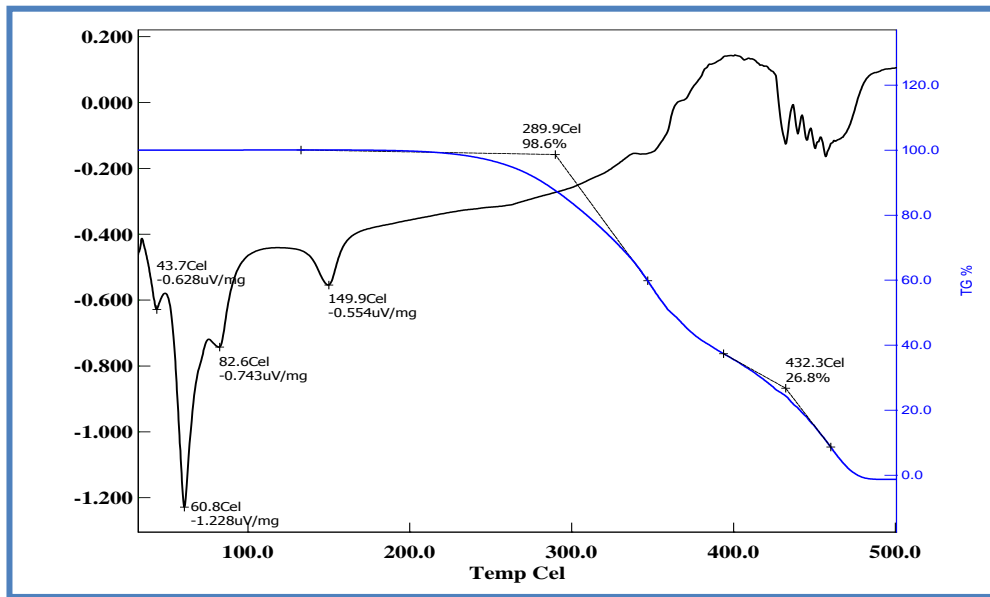
TG ve DTA analizleri 10 °C/dak. ısıtma hızında 500°C sıcaklığa çıkılarak argon atmosferinde gerçekleşmiştir. 500°C sıcaklıkta 30 dakika beklendikten sonra numuneler koruyucu atmosfer kullanılmadan oda sıcaklığına soğutulmuştur.

K1 bağlayıcı sistemi için Şekil 6.2'de verilen DTA eğrisi üzerinde ilk tepkime piki yaklaşık 66°C sıcaklıkta alınmıştır. K1 sistemi için ikinci tepkime piki 163,9°C sıcaklıkta alınmıştır. TG eğrisine göre ilk malzeme kaybının başladığı sıcaklığın yaklaşık 390°C olduğu söylenebilir. 412°C civarında bağlayıcı sisteminin yaklaşık %40 oranında kaybolduğu gözlenmiştir. Yaklaşık 492°C sıcaklıkta bağlayıcı sisteminin tamamen kaybolduğu gözlenmiştir.

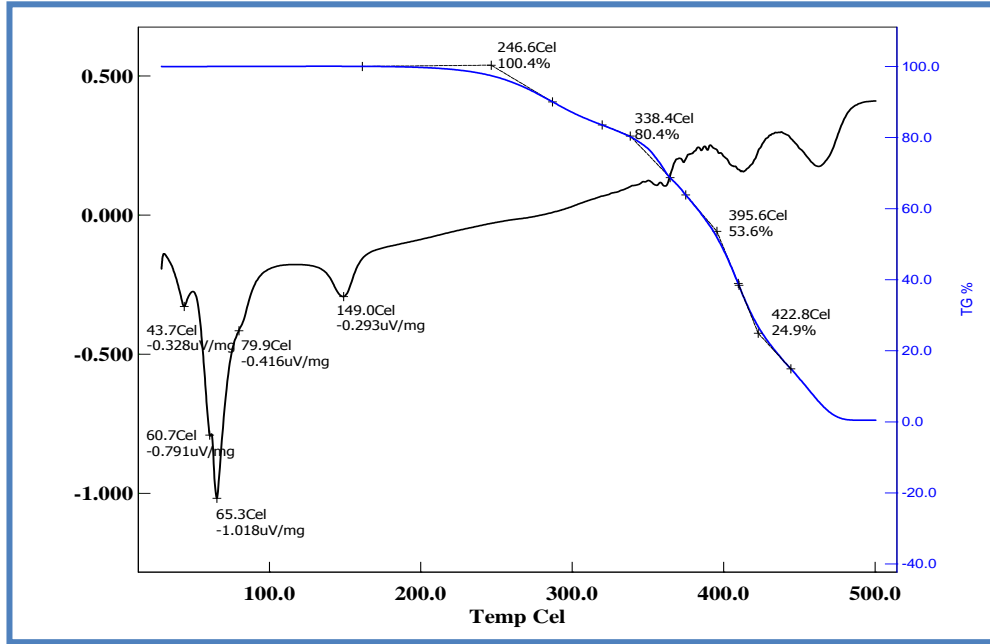


Şekil 6.2. K1 bağlayıcı sisteminin TG ve DTA grafiği

K2 bağlayıcı sistemi için Şekil 6.3'te verilen DTA eğrisine bakıldığında 200°C sıcaklık altında 4 farklı noktada tepkime piki gözlenmiştir. DTA ve TG eğrilerinin kesişme aralığı dikkate alındığında yaklaşık 280-290°C sıcaklık aralığında malzemede bozunma olduğu ve buna bağlı olarak kütle kaybı olduğu tespit edilmiştir. 430°C civarında bağlayıcı sisteminin yaklaşık %75 oranında ve 480°C de ise tamamına yakınının kaybolduğu gözlenmiştir.

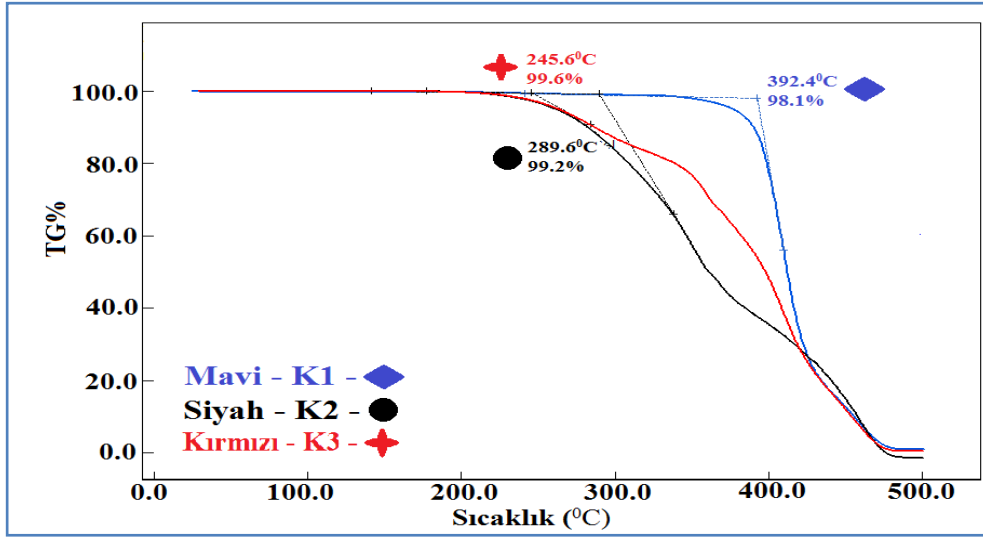


Şekil 6.3. K2 bağlayıcı sisteminin TG ve DTA grafiği

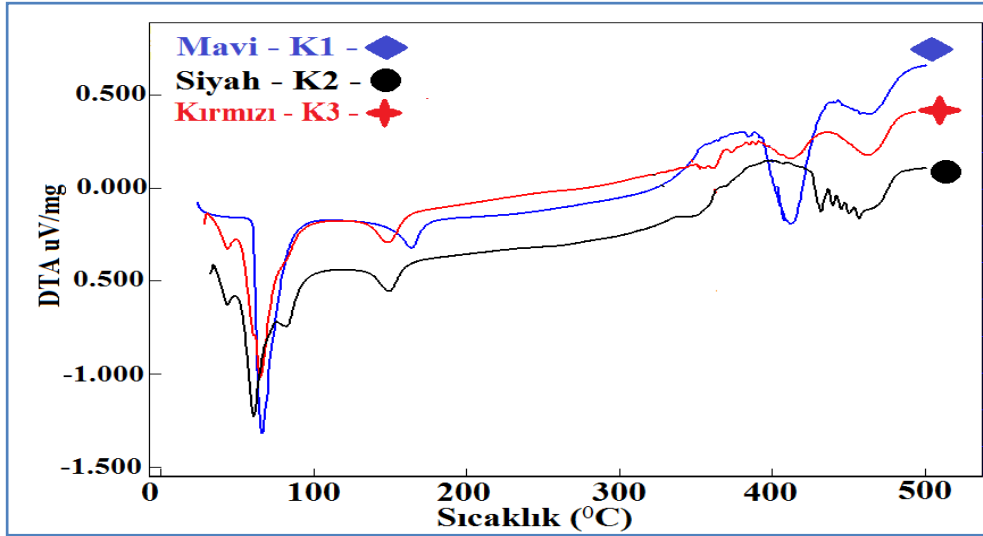


Şekil 6.4. K3 bağlayıcı sisteminin TG ve DTA grafiği

Yeni geliştirilen K3 bağlayıcı sistemi için Şekil 6.4'te verilen DTA eğrisine bakıldığında 200°C sıcaklık altında 5 farklı noktada tepkime piki gözlenmiştir. Bağlayıcı sistemi içerisinde bulunan elemanlar dikkate alındığında DTA eğrisi üzerinde 5 farklı noktada pik oluşması ideal bir sonuç olarak yorumlanmıştır. TG eğrisine bakıldığında 246°C sıcaklıkta malzemede herhangi bir kayıp olmadığı açıkça görülmektedir. Malzeme kaybının yaklaşık 247°C sıcaklıktan sonra başladığı tahmin edilmektedir. TG eğrisi incelenmeye devam edildiğinde 338°C sıcaklıkta malzemenin %20'si, 395°C sıcaklıkta %47'si, 422°C sıcaklıkta %75'i yapıdan ayrılmıştır. Yaklaşık 475°C civarında bağlayıcı sisteminin tamamının yapıdan uzaklaştığı gözlenmiştir. Şekil 6.5 ve 6.6'da K1, K2 ve K3 bağlayıcı sistemlerine ait TG ve DTA eğrilerinin hepsi karşılaştırmaya yapmak ve malzeme kaybının başlangıç sıcaklığını kıyaslamak amacıyla bir grafik üzerinde verilmiştir.



Şekil 6.5. K1, K2 ve K3 bağlayıcı sistemlerine ait TG eğrileri



Şekil 6.6. K1, K2 ve K3 bağlayıcı sistemlerine ait DTA eğrileri

Bütün bağlayıcı sistemleri için yapıları içerisinde bulunan elemanların ergime sıcaklıklarına paralel olarak sırayla yapıdan uzaklaştığı söylenebilir. Bu durum enjeksiyon kalıplama için istenilen bir sonuçtur [German, 1990, Karataş, 1997]. Özgün bir bağlayıcı formülü olarak geliştirilen K3 sistemi için verilen TGA eğrisi incelendiğinde yapı içerisinde bulunan bağlayıcı elemanlarının K1 ve K2 sistemlerinde olduğu gibi yapıyı kademe kademe terk ettiği ve bozunma başlangıç sıcaklığı için çok düşük veya yukarıda bir uç tepkime sergilemediği söylenebilir. K3 sistemi ve diğer sistemler içerisinde iskelet bağlayıcı olarak bulunan PP'nin miktarı

(Bkz Çizelge 5.2-5.4) dikkate alındığında bağlayıcı sistemlerinin tamamen kaybolması bakımından herhangi bir uç nokta gözlenmemiştir. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde iskelet bağlayıcı olarak kullanılan elemanların ham parçayı sinterleme aşamasına kadar bozulmadan taşınması ve ham yoğunluğun yüksek olması bakımından miktarının düşük olmaması istenilen bir durumdur [Porter, 2003, Huang ve Hsu, 2009, Mohsin ve ark., 2011]. Bu bakımdan K3 bağlayıcısının K1 ve K2 bağlayıcı sistemlerine göre kalıplama işlemi sonrası daha yüksek ham mukavemet sağlayacağı ve ham parçanın şeklini bozulmadan daha uzun süre koruyacağı düşünülmektedir. Bağlayıcı sistemlerinin TG ve DTA analizleri sonuçlarına ve yapılan pilot deneylere bağlı olarak reoloji çalışmaları 110-200°C sıcaklık aralığında yapılmıştır.

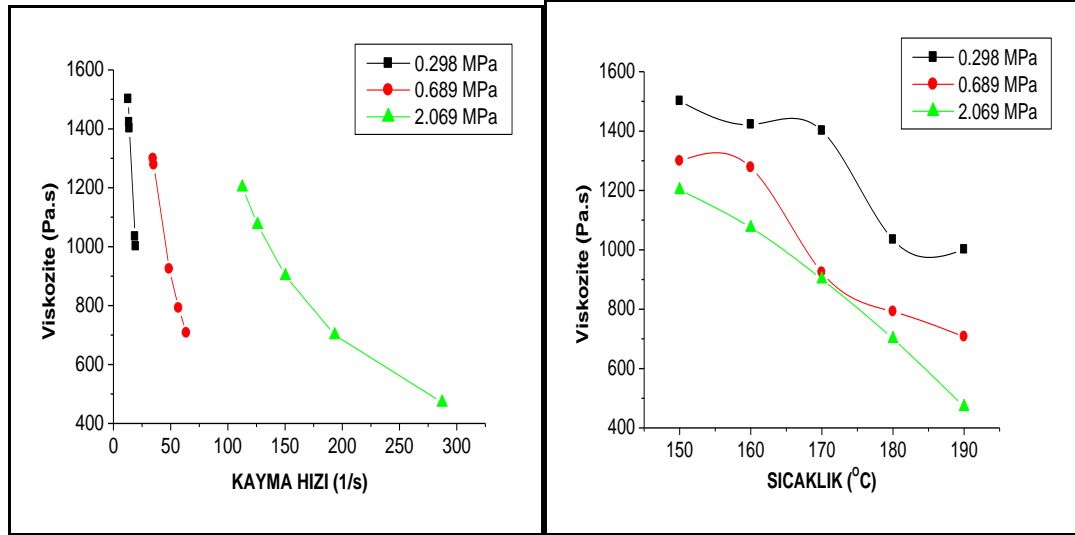
6.4. Farklı Besleme Stokları İçin Reoloji Sonuçları

DeneySEL çalışmalarda K1, K2, K3 sistemleri ve ön alaşımli INCONEL 625 tozu kullanılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stoklarının reolojik davranışlarının enjeksiyon kalıplama işlemine uygunluğu bakımından genel değerlendirme besleme stoklarının viskozite-kayma hızı ve viskozite-sıcaklık değişimlerinin incelenmesi ile yapılmaktadır. Besleme stoklarının reolojik değişimleri bağlayıcıya ve toza bağlı olarak incelenmiştir.

6.4.1. INCONEL 625 + K1 ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özellikleri

Şekil 6.7-6.9'da K1 bağlayıcı sistemi ve INCONEL 625 süperalaşım tozu kullanılarak hazırlanan karışımların (besleme stokları) reoloji çalışmalarına ait viskozite-sıcaklık ve viskozite kayma hızı grafikleri görülmektedir. Elde edilen değerler genel itibari ile enjeksiyon kalıplama için istenilen viskozite ve kayma hızı aralığından biraz uzaktır. Toz enjeksiyon kalıplama için istenilen viskozite değeri <1000 Pa.s 'nin altında ve kayma hızı değeri 100-1000 s⁻¹ aralığındadır [German, 1990, Karataş ve ark., 2004, Raza ve ark., 2011]. Besleme stoğu içerisinde var olan toz miktarı artırkça viskozite artmış ve kayma hızı azalmıştır. Bütün besleme stoklarında artan sıcaklığa ve kayma hızına bağlı olarak viskozitede azalma gözlenmiştir. Pseudoplastik akış davranışı bütün besleme stoklarında sergilenmiştir.

Şekil 6.7’de %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğuna ait viskozite değişimleri görülmektedir. K1 bağlayıcı sistemi kullanılarak hazırlanan bu besleme stoklarında 0,298 MPa basıncın altındaki değerler akış için yeterli gelmemiştir. 0,298 MPa basınçta ise artan sıcaklığa bağlı olarak kısmi bir akış elde edilmiştir.



Şekil 6.7. K1 bağlayıcı sistemi ve hacimce %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

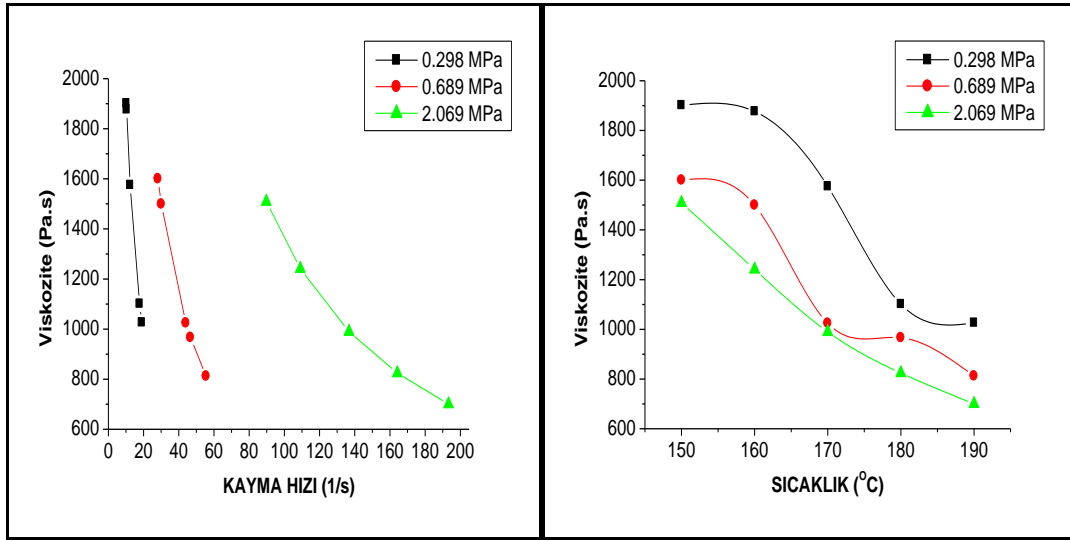
Şekil 6.7’de verilen kayma hızı-viskozite grafiği incelendiğinde 0,298 ve 0,698 MPa basınç değerlerinde elde edilen kayma hızının 100 s^{-1} değerinin altında ve bu değer enjeksiyon kalıplama için uygun olmadığı görülecektir. Kayma hızını artırmak ve viskoziteyi azaltmak için sıcaklık artışına paralel olarak basınç artırılmıştır.

INCONEL 625 tozu ve K1 sistemi ile hazırlanan besleme stoklarında 150°C ’nin altındaki sıcaklıklarda ergime yetersiz gelmiştir. Bütün besleme stokları için çalışma aralığı bağlayıcı sisteminin DTA ve TG eğrileri dikkate alınarak $150-190^\circ\text{C}$ aralığında değiştirilmiştir. K1 bağlayıcı sistemi ile hazırlanan bütün besleme stoklarında basınç ve sıcaklık artışı ile viskozite değerleri 1000 Pa.s ’nin altına indirilebilmiştir. Viskozitenin çok yüksek, kayma hızının ise çok düşük değerlerde elde edilmesinin sebebinin bağlayıcı sistemi ile alakalı olduğu düşünülmektedir. Bağlayıcı sistemi içerisinde bulunan bileşenlerin akışkanlığı etkilediği bilinmektedir [Karataş, 1997, Park ve ark., 2001]. Deneysel çalışmalarda kullanılan küresel şekilli INCONEL 625 tozu benzer çalışma sıcaklıklarında ve basınç değerlerinde

wax/polimer esaslı bağlayıcı sistemi (K2) ile karıştırılarak besleme stokları hazırlanmıştır ve elde edilen viskozite değerleri PEG esaslı K1 sistemi ile hazırlanan besleme stoklarına kıyasla enjeksiyon kalıplama için çok daha uygundur. K2 sistemi ile yapılan deneysel çalışmalardan ilerde bahsedilecektir.

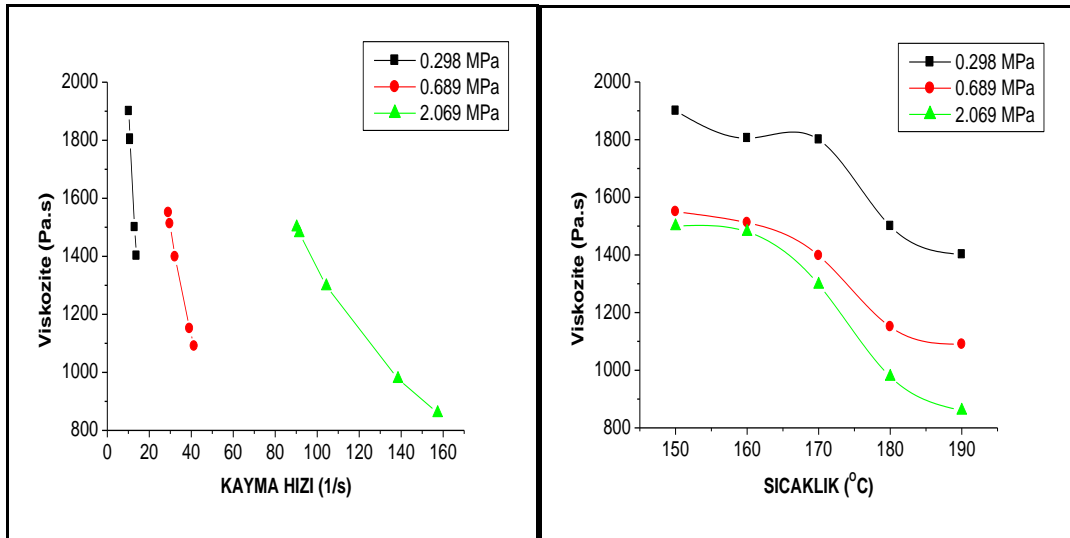
%61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğuna ait viskozite değerleri Şekil 6.8'de görülmektedir. 170°C'nin üstündeki sıcaklıklarda 0,689 ve 2,069 MPa basınç kullanılarak yapılan denemelerde viskozite değerinin 1000 Pa.s'nin altına indiği görülmüştür. Bu besleme stoğu için 190°C sıcaklığın üstünde yapılan çalışmalarda numunelerde şişme ve bozulmalar gözlenmiştir. 190°C sıcaklığın üzerinde K1 bağlayıcı sistemi ile çalışmanın uygun olmadığı düşünülmektedir. 170°C altında yapılan çalışmalarda ise akış çok kısa ve kesik kesik şekilde meydana gelmiştir ve bu akış tipi reoloji özellikleri açısından istenmeyen bir durumdur. Enjeksiyon kalıplama için uygun akış tipinin spiral akış olduğu bilinmektedir [Gökten, 2003, Hsu ve Tsai, 1995, Huang ve Hsu, 2009].

Şekil 6.8'de verilen grafiklerde görüldüğü üzere artan kayma hızına bağlı olarak viskozitede azalma gözlenmiştir. Bu durum pseudoplastik akış şekli için uygundur. Fakat 1000 Pa.s'nin altında viskozite değeri sadece 170-190°C aralığında ve 0,680-2,069 MPa basınçlarda elde edilmiştir. Belirtilen sıcaklık aralığında viskozite değerleri 700,240-1901,121 Pa.s aralığında, kayma hızı değeri 10,258-193,305 s⁻¹ aralığında değişmektedir. %61 INCONEL 625 tozu ve K1 bağlayıcı sistemi için istenilen aralıkta en iyi değerler 180-190°C sıcaklıkta ve 2,069 MPa basınç değerlerinde elde edilmiştir. Bu besleme stoğunda basınç değeri artırılarak viskozitede azalma görülebilir fakat 190°C sıcaklık değerinin üzerinde yapılacak çalışmaların uygun olmadığı düşünülmektedir. Basınç artırılarak yapılan denemelerde ise numunenin akış şekli ve numune yüzeyi gözlenmelidir.



Şekil 6.8. K1 bağlayıcı sistemi ve hacimce %61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

Şekil 6.9'da %63 oranında IN%625 tozu ve K1 tipi bağlayıcı içeren besleme stoğuna ait viskozite değerleri görülmektedir. Genel itibari ile artan sıcaklığa ve kayma hızına bağlı azalan viskozite görülmektedir. Bu durum enjeksiyon parametreleri açısından uygundur. Fakat elde edilen değerler bakımından enjeksiyon kalıplama için uygun olduğu söylenemez.



Şekil 6.9. K1 bağlayıcı sistemi ve hacimce %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

170°C sıcaklığın altında yapılan denemelerde akış için gerekli ergimenin yetersiz olduğu gözlenmiştir. Bu besleme stoğunda yapılan çalışmalarda 1000 Pa.s'nin altında viskozite değeri sadece 180 ve 190°C sıcaklıklarda ve 2,069 MPa basınçta altında elde edilmiştir. Fakat akış şekli spiral değildir. Numune yüzeyinde ise gözenekler oluşmuştur. Bu besleme stokunda basınç artırılarak daha uygun akış şekli ve viskozite değerleri elde edilebileceği düşünülmektedir.

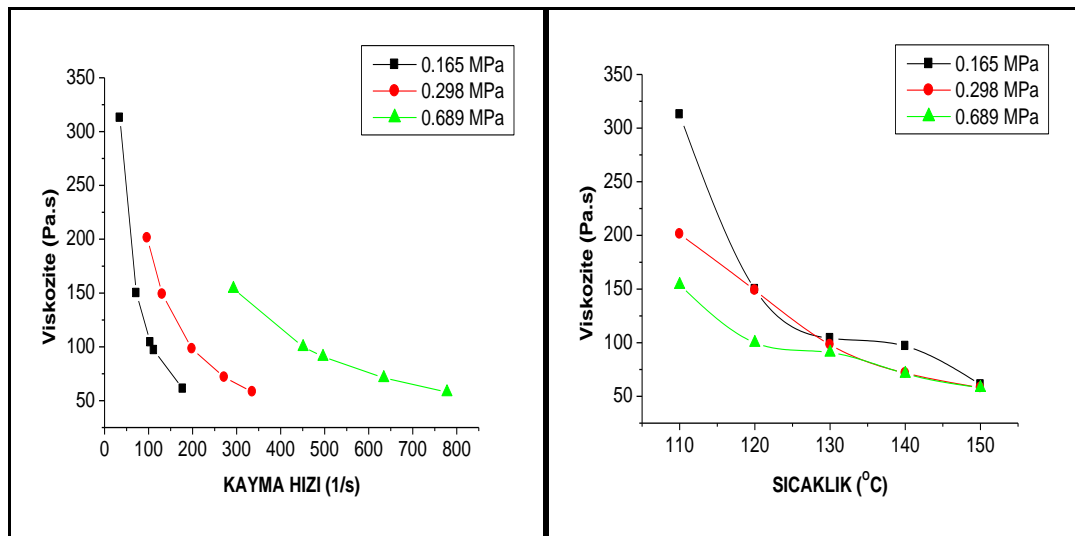
K1 bağlayıcı sistemi ve INCONEL 625 süperalaşım tozu kullanılarak hazırlanacak besleme stokları için akış şekli ve viskozite değerleri bakımından uygun sıcaklık aralığı 180-190°C olarak tespit edilmiştir. 190°C'nin üzerinde yapılan çalışmalarda numunelerde şişme gözlenmiştir ve bu durum enjeksiyon kalıplama için uygun değildir. Spiral ve düzgün numune yüzeyine sahip bir akış için basınç değerinin çok düşük seçilmemesi gerekmektedir. Basıncın çok düşük olduğu durumlarda sıcaklık değeri uygun olsa dahi akış şekli uygun olmayan bir tipte (spiral harici) elde edilecektir. INCONEL 625 süper alaşım tozu kullanılarak hazırlanacak besleme stoklarında toz yüzdesini artırmak için farklı bağlayıcı sistemleri kullanmakta fayda olduğu düşünülmektedir. PEG esaslı bağlayıcı sistemleri numune yüzey düzgünlüğü bakımından istenilen sonuçlar vermişlerdir fakat besleme stoku içerisinde bulunan toz taşıma kapasitelerinin çok düşük olduğu görülmüştür.

6.4.2. INCONEL 625 + K2 ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özellikleri

INCONEL 625 tozu ve K2 bağlayıcı sistemi kullanılarak %59, 61, 63, 65, 67, 69 ve 71 toz yükleme oranlarında yedi farklı besleme stoku hazırlanmış ve besleme stoklarının reolojik özellikleri viskozite, kayma hızı ve sıcaklığa bağlı olarak incelenmiştir. Reoloji çalışmaları sonucu elde edilen viskozite - sıcaklık ve viskozite-kayma hızı değerleri Şekil 6.10-6.16'da verilmiştir. Toz miktarı, bağlayıcı sistemi ve bağlayıcının DTA-TG sonuçlarına bağlı olarak sıcaklık değerleri 110-220°C aralığında değiştirilmiştir. %59 toz ve K2 içeren besleme stoklarında elde edilen viskozite değerleri çok düşük çıkmıştır. Akış durumunu incelemek amacıyla 3 farklı basınç kullanılmıştır fakat akış şekli ve viskozite değerleri bakımından incelendiğinde 2 farklı basınç (0,165 ve 0,298 MPa) kullanmak yeterli olacaktır. Belirtilen basıncın bir üst değerinde (0,689MPa) denemeler yapılmıştır elde edilen

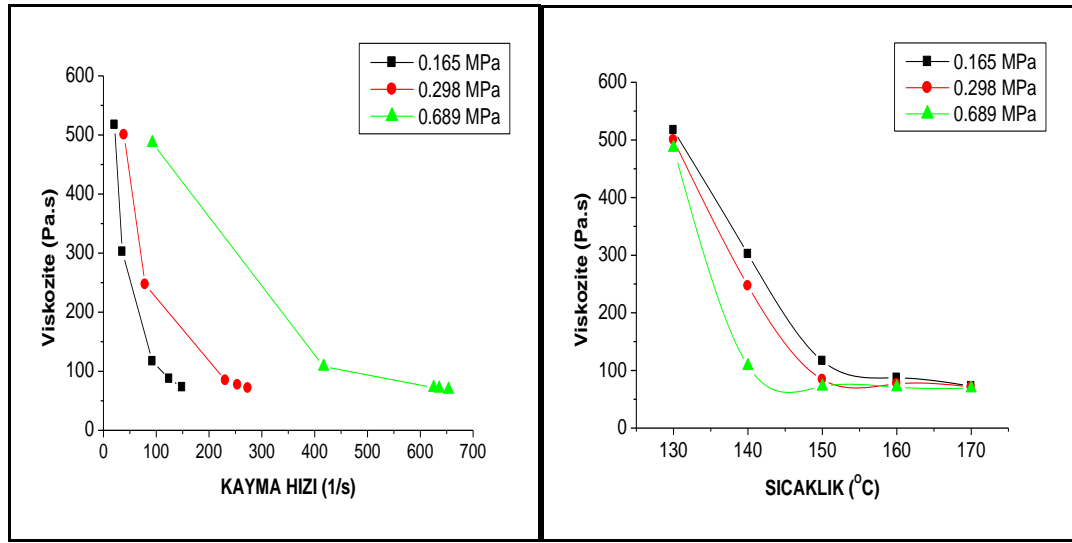
viskozite deęerleri istenilen aralıktadır fakat akış üst sıcaklıklarda çok hızlı ve uzun kesik kesik şekilde olmuştur. Sıcaklık deęerleri 110-150°C aralığında tutulmuştur. 150°C üzerinde yapılan denemelerde akış püskürmeye yakın şekilde olmuştur ve sağlıklı sonuçlar alınamamıştır. %59 INCONEL 625 tozu içeren ve K2 sistemi ile hazırlanan bu besleme stoklarında akış şekli bakımından en ideal sonuçlar 130°C sıcaklıkta 0,165 MPa basınçta ve 110°C sıcaklıkta 0,689 MPa basınçta yapılan çalışmalarda gözlenmiştir. Belirtilen deęerlerde gözlenen akış şekli spiral ve numune yüzeyinde herhangi bir bozulma tespiti yoktur.

Şekil 6.10'da görüldüğü üzere belirtilen sıcaklık ve basınç deęerlerinde en düşük ve en yüksek viskozite-kayma hızı deęerleri sırasıyla 57,977-312,704 Pa.s ve 34,634-777,779 s⁻¹ olarak hesaplanmıştır. Elde edilen bu deęerlere göre besleme stoku içerisinde bulunan toz miktarının rahatlıkla artırılabilceęi söylenebilir. Küresel şekilli INCONEL 625 süperalaşım tozu ve K2 bağlayıcı sistemi kullanılarak hazırlanacak besleme stoklarında hacimce %59 toz içerięi alt sınır olarak kabul edilebilir. K2 bağlayıcı sistemi ile daha düşük toz içerięine sahip besleme stoklarında 1000 Pa.s'nin altında viskozite deęeri elde edilse de enjeksiyon kalıplama sırasında hatalar ile karşılaşıma olasılıęının yüksek olacağı düşünölmektedir.



Şekil 6.10. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına baęlı viskozite deęişimleri

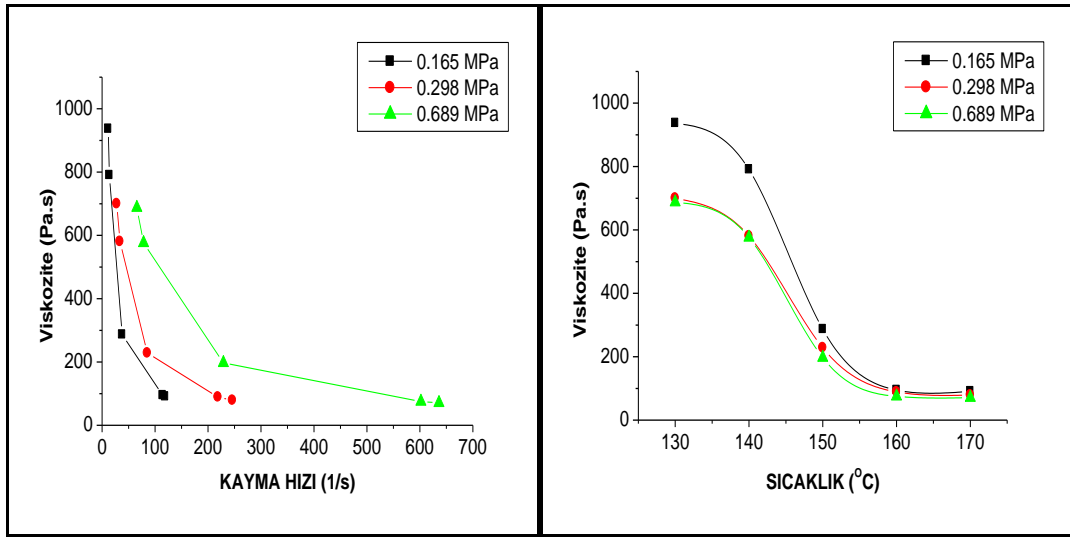
%61 ve 63 oranında INCONEL 625 tozu içeren besleme stoklarında enjeksiyon kalıplama parametrelerine uygun reoloji sonuçları elde edilmiştir (Şekil 6.11-6.12). Artan sıcaklığa ve basınca bağlı olarak kayma hızında artış viskozitede azalma meydana gelmiştir. Belirtilen besleme stoklarında çalışma aralığı 130-170°C olarak belirlenmiştir. 170°C sıcaklığın üstünde yapılan denemelerde akış çok hızlı olmuştur ve değer alınamamıştır.



Şekil 6.11. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

Akış şekli dikkate alınarak %61 ve 63 toz içeriğine sahip besleme stokları için üst sıcaklık değeri 170°C olarak belirlenmiştir. %61 toz içeriğine sahip besleme stoklarında 150°C üzerinde yapılan deneyler de akış çok hızlı ve uzun kesik şekilde olmuştur, %63 toz içeriğine sahip numunelerde ise bu sonuçlar 160°C sıcaklığın üstünde gözlenmiştir. Sıcaklığın etkisiyle her iki besleme stokunda da akan numunelerde incelme gözlenmiştir. %61 toz içeren besleme stoğu için viskozite değeri 69,061-516,970 Pa.s, kayma hızı değeri 20,946-653,516 s⁻¹ aralığında hesaplanmıştır. Deney esnasında numunenin akış şekli ve numune yüzeyinin düzgünlüğü bakımından en iyi değerler 150°C sıcaklıkta 0,165 ve 0,298 MPa basınçta yapılan deneylerde elde edilmiştir. 0,689 MPa basınçta uygun viskozite değerleri elde edilmiş olsa da akış çok hızlı ve uzun kesik kesik olması bakımından bu besleme stoku için uygun olmadığı düşünülmektedir. Reoloji deneyleri sırasında

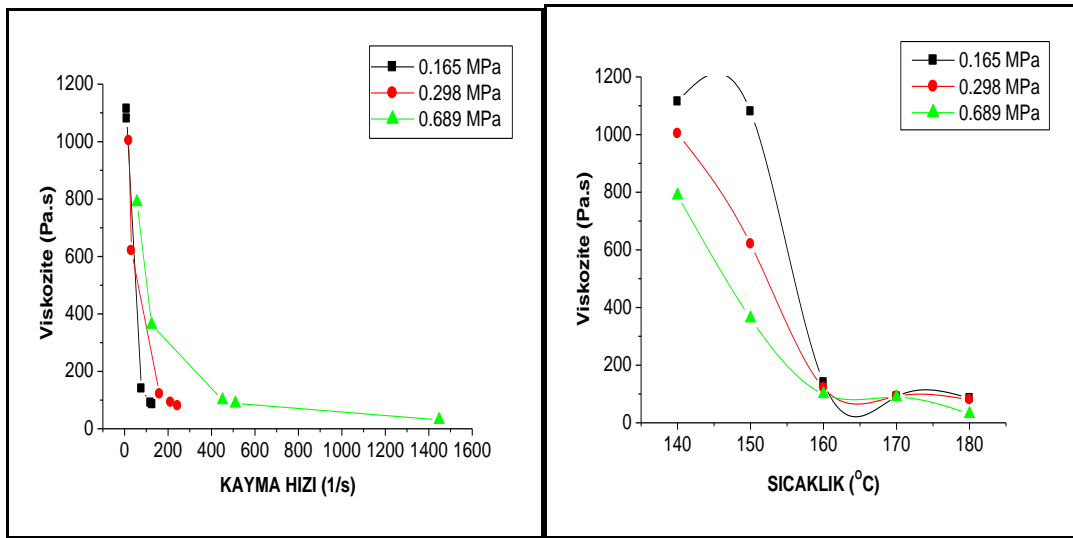
yapılan gözlemlerde %63 INCONEL 625 tozuna sahip besleme stoklarında akış şekli bakımından en iyi sonuçlara 150°C sıcaklıkta 0,298 MPa basınçta ve 160°C sıcaklıkta 0,165 MPa basınçta ulaşılmıştır. Belirtilen sıcaklıkta 0,689 MPa basınçta yapılan denemelerde istenilen viskozite değerlerine ulaşılsa da akış şekli bakımında uygun olmadığı gözlenmiştir. %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stokları için kayma hızı değeri 11,559-635,976 s⁻¹, viskozite değeri 70,904-936,920 Pa.s aralığında hesaplanmıştır.



Şekil 6.12. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

Şekil 6.13'te verilen grafiklerde görüldüğü üzere %65 toz içeren besleme stoklarında deneysel çalışma sıcaklık aralığı 140-180°C olarak belirlenmiştir. 140°C sıcaklığın altında yapılan denemelerde ergime yetersiz gelmiş ve akış olmamıştır. Artan toz miktarına bağlı olarak viskozitenin arttığı tespit edilmiştir. 180°C ve üzerinde yapılan denemelerde ise akış olmuştur değer alınmıştır fakat ergime fazla olduğu için elde edilen numune bozuk bir görüntü almıştır. Bunun sebebinin bağlayıcı sistemi içerisinde bulunan PP'nin ergime sıcaklığına yaklaşılması ve bütün bağlayıcı elemanlarının ergiyik düzeye geçmesi olarak düşünülmektedir. K2 sistemi ve %65 oranında INCONEL 625 tozu kullanılarak hazırlanan besleme stoklarında cihazdan alınan ürünün akış şekli (spiral), yüzey pürüzlülüğü, yüzeyde gözeneklilik olup olmaması durumuna göre en iyi viskozite ve kayma hızı değerleri 160°C sıcaklıkta

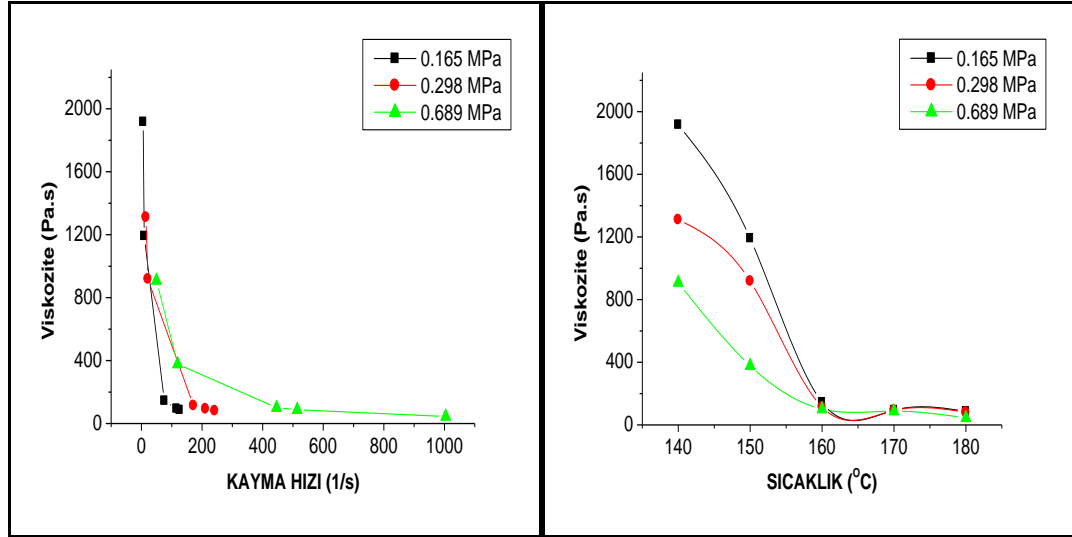
0,298 MPa basınçta ($121,114 \text{ Pa.s}$, $161,023 \text{ s}^{-1}$) ve 150°C sıcaklıkta $0,689 \text{ MPa}$ basınçta ($362,640 \text{ Pa.s}$, $124,347 \text{ s}^{-1}$) elde edilmiştir. Hesaplanan bu değerler enjeksiyon kalıplama için uygun değerlerdir. Kalıplama sıcaklığını bu besleme stoğu için $150\text{-}160^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığı olarak belirlemek mümkündür. Akış tipi Newtonian tipi olmayıp pseudoplastiktir. Enjeksiyon kalıplama için en uygun akış tipinin non-newton akış tipi olan pseudoplastik akış olduğu bilinmektedir [Gökten, 2003, Karataş ve ark., 2004, Hidalgo ve ark., 2010, Ibrahim ve ark., 2012].



Şekil 6.13. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %65 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

Şekil 6.14'te görüldüğü üzere %67 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoklarında 150 , 160 ve 170°C sıcaklıklarda basınç değişimine paralel olarak yapılan denemelerde akış tipi ve numune yüzeyi bakımından enjeksiyon kalıplama için uygun değerler elde edilmiştir. %67 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoklarında 160°C sıcaklıkta viskozite değeri $113,742 \text{ Pa.s}$ ve kayma hızı $171,460 \text{ s}^{-1}$ elde edilmiştir. 170°C sıcaklıkta $0,298 \text{ MPa}$ basınçta uygun değerlere ulaşıldığı söylenebilir ($92,378 \text{ Pa.s}$, $211,113 \text{ s}^{-1}$). 150°C sıcaklıkta ve $0,689 \text{ MPa}$ basınçta viskozite $377,985 \text{ Pa.s}$, kayma hızı $119,239 \text{ s}^{-1}$ elde edilmiştir. 160°C sıcaklıkta $0,165 \text{ MPa}$ basınçta yapılan denemelerde kayma hızı ortalama $75,501 \text{ s}^{-1}$ ve viskozite $143,444 \text{ Pa.s}$ olarak hesaplanmıştır, belirtilen sıcaklıkta ve basınçta elde edilen

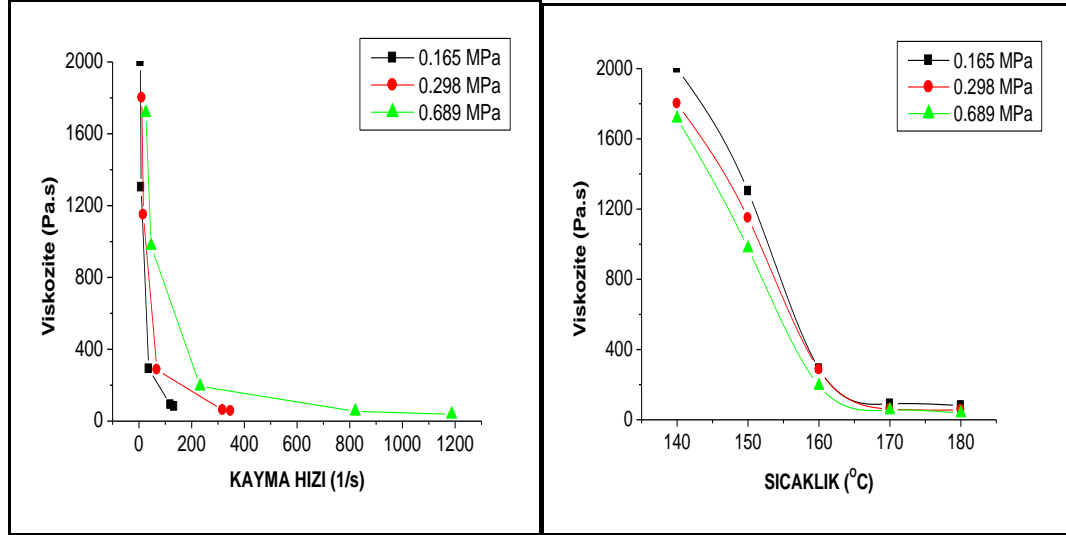
viskozite değeri kısmen uygun olsa da akış tipinin kesik kesik akış olduğu gözlenmiştir ve bu durum enjeksiyon kalıplama için uygun değildir.



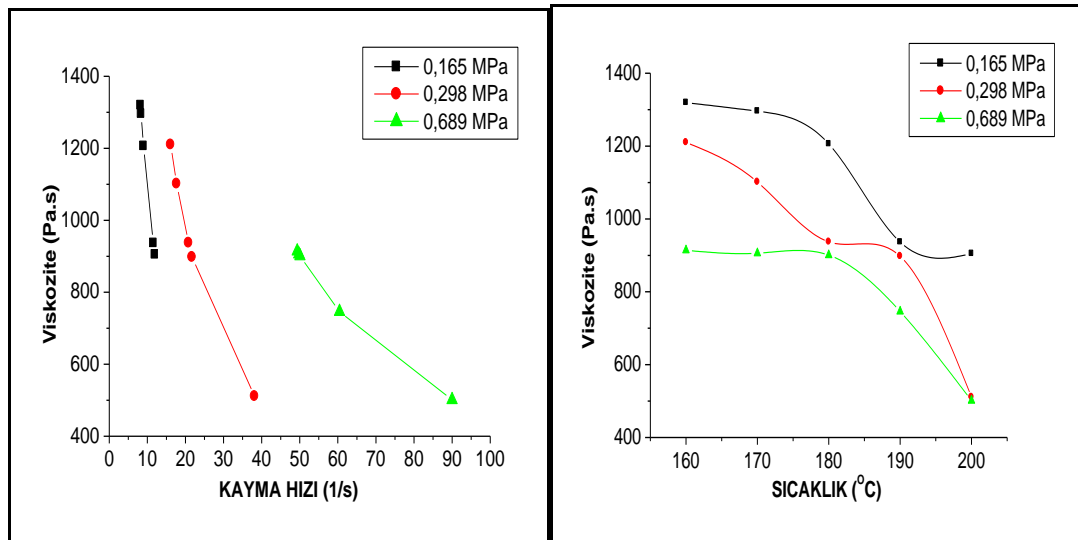
Şekil 6.14. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %67 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

Şekil 6.15 ve 6.16'da %69 ve %71 oranında INCONEL 625 tozu içeren besleme stoklarına ait sıcaklık-viskozite, kayma hızı-viskozite grafikleri görülmektedir. Her iki besleme stoğunun da artan sıcaklığa ve basınca bağlı olarak viskozitesinde azalma olduğu söylenebilir. %69 toz oranında 160°C'nin altında yapılan denemelerde ergimenin yetersiz geldiği gözlenmiştir. 140 ve 150°C sıcaklıklarda besleme stoğu cihaza konulduktan sonra çok uzun süre beklenilmiştir ve çok kısa kesik akış izlenmiştir bu sıcaklık değerlerinde akış yok denebilir. %69 toz içeren besleme stoğunun da 160°C sıcaklıkta iki basınç (0,165 ve 0,298MPa) değerinde istenilen aralıklarda (viskozite<1000 Pa.s) viskozite değerlerine ulaşılmıştır. 160°C sıcaklıkta 0,165 MPa basınçta ortalama viskozite değeri 290,893 Pa.s olarak,0,298 MPa da ise 285,592 Pa.s olarak hesaplanmıştır. 0,689 MPa basınçta ise hem viskozite hem de kayma hızı bakımından istenilen aralıkta (viskozite<1000 Pa.s, kayma hızı: 100-1000 s⁻¹) değerler elde edilmiştir ayrıca akış şekline ve numune yüzeyinin düzgünlüğüne bağlı olarak en uygun değerlerin 0,689 MPa basınçta alındığı söylenebilir (viskozite: 194,207 Pa.s, Kayma hızı: 821,221 s⁻¹). Bu besleme stoğunda 160°C sıcaklıkta, 0,689 MPa basınçta yapılan denemelerde numunenin akış şeklinin spiral olduğu ve

numunede herhangi bir şişme ya da gözenekliliğin olmadığı gözlenmiştir. 170 ve 180°C sıcaklıklarda yapılan denemelerde düşük viskozite değerleri elde edilmiştir fakat akış şeklinin spiral den uzak olduğu gözlenmiş, kısmen numunelerde şişme ve uzun kesik akış meydana gelmiştir.



Şekil 6.15. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %69 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri



Şekil 6.16. K2 bağlayıcı sistemi ve hacimce %71 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

Şekil 6.16'da %71 toz içeren besleme stoklarına ait grafikler görülmektedir. %71 INCONEL 625 tozu ve K2 sistemi içeren besleme stoklarında çalışma sıcaklığı 160-

200°C aralığında belirlenmiştir. %71 toz içeren besleme stoklarında 160°C' nin altında ergime yetersiz gelmiştir ve uygun akış elde edilememiştir. 170 ve 180°C sıcaklıklarda değer elde edilmiştir fakat numunenin akış şekli ve yüzey görüntüsü bakımından uygun olduğu düşünülmemektedir. 190°C sıcaklıkta yapılan denemelerde ise besleme stoğu çok fazla ergiyik bir görüntü sergilemiştir. Bütün besleme stoklarında artan basınca ve sıcaklığa bağlı olarak azalan viskozite değerleri elde edilmiştir. Fakat elde edilen viskozite değerleri 501,101-1319,216 Pa.s, kayma hızı değerleri 8,209-89,988 s⁻¹ aralığındadır. %71 besleme stoklarında akış elde edilmiştir fakat kayma hızı değeri istenilen aralıklarda değildir ve cihazdan çıkan numunelerin akış tipi ve görüntüleri enjeksiyon kalıplama için uygun değildir. Üst sıcaklıklara ve basınçlara çıkıldıkça viskozite değerleri enjeksiyon kalıplama için uygun sonuçlar sergilemiştir fakat değer alınan sıcaklık aralıklarında numune akış şekli ve numune yüzeyi sağlıklı bir görüntü sergilememiştir. K2 bağlayıcı sistemi ile hazırlanacak besleme stoklarında %71 toz yükleme oranına çıkılması uygun değildir.

Genel olarak bütün besleme stokları için artan sıcaklığa ve artan kayma hızına bağlı olarak viskozitede azalma gözlenmiştir. Bu durum pseudoplastik akış davranışına uymaktadır ve enjeksiyon kalıplama için en uygun akış şeklinin pseudoplastik akış şekli (artan kayma hızı, azalan viskozite-kayma incelmeleri) olduğu bilinmektedir [Karataş ve ark., 2004, Hıdalgove ark., 2010, İbrahim ve ark., 2012]. Bütün besleme stoklarında pseudoplastik akış davranışının gözlenmesi K2 bağlayıcı sisteminin enjeksiyon kalıplama işlemleri için uygun bir bağlayıcı formülü olduğunun göstergesidir. Besleme stoku içerisinde bulunan toz miktarındaki artışa bağlı olarak viskozite ve kayma hızı değerleri farklılıklar sergilemiştir.

Reoloji çalışmalarının sonuçları için K2 tipi bağlayıcı sistemi ve INCONEL 625 tozu kullanılarak yapılan deneylerde kalıplama için kritik toz yükleme oranının üst sınırı %69 olarak tercih edilebilir. Kullanılacak cihazın kapasitesi ve kalıplama şartları göz önüne alınarak %65 ve 67 toz yükleme oranların da K2 bağlayıcı sistemi kullanılarak sağlıklı bir enjeksiyon kalıplama işlemi yapılabileceği düşünülmektedir.

6.4.3. INCONEL 625 + K3 ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özellikleri

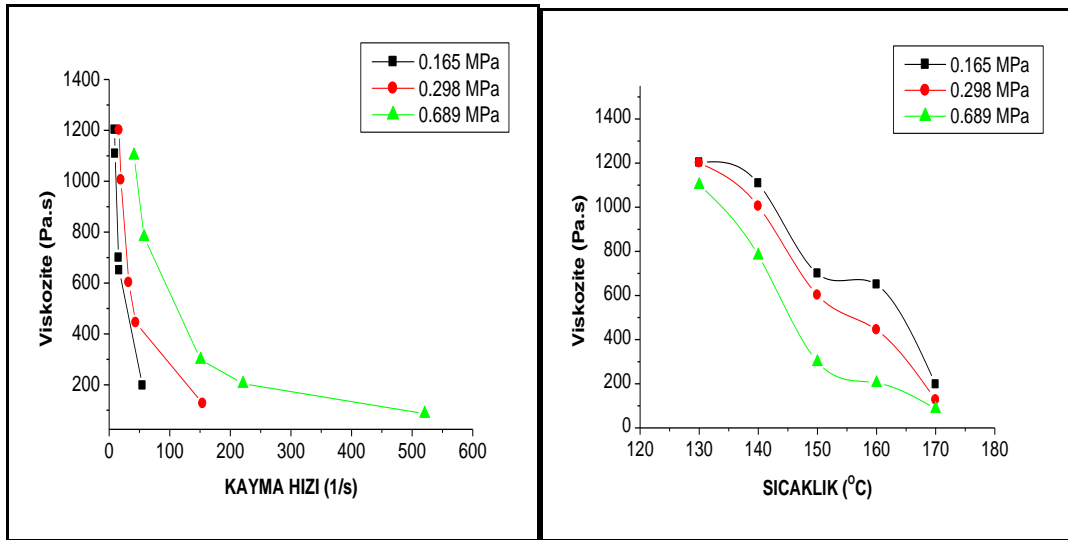
Yeni geliştirilen K3 bağlayıcı sistemi INCONEL 625 tozu kullanılarak hacimce %59, 61, 63 ve 65 toz oranlarında 4 farklı besleme stoku hazırlanmış ve reolojik özellikleri incelenerek enjeksiyon kalıplama için uygun değerler belirlenmiştir. K3 bağlayıcı sistemi kullanılarak besleme stokları içerisinde bulunan toz miktarı % 67'ye kadar denenmiştir. %67 toz yükleme oranında istenilen aralıkta viskozite ve kayma hızı değerlerine yüksek sıcaklıklarda ve basınçlarda ulaşılmıştır. Cihazdan alınan numunelerin akış tipi ve yüzey şekilleri uygun görülmediği (akış spiral değil, yüzey gözenekli) için %67 toz yükleme oranı kritik toz yükleme oranı olarak kabul edilmiştir ve 4 farklı besleme stoku (hacimce %59, 61, 63 ve 65) üzerine incelemeler yapılmıştır. Toz enjeksiyon kalıplama işlemi yeni geliştirilen (K3) bağlayıcı sistemi ile yapılacağı için K3 bağlayıcı sistemi ile hazırlanan besleme stoklarının bütün akış davranışları (Viskozite, kayma hızı, akış davranış indeksi (n), akış aktivasyon enerjisi (Ea)) incelenmiştir.

Reoloji çalışmaları sonucu elde edilen viskozite - sıcaklık ve viskozite - kayma hızı değerleri Şekil 6.17-6.20'de verilmiştir. Toz miktarı, bağlayıcı sistemi ve bağlayıcının TG-DTA sonuçlarına bağlı olarak sıcaklık değerleri 130-190°C aralığında seçilmiştir.

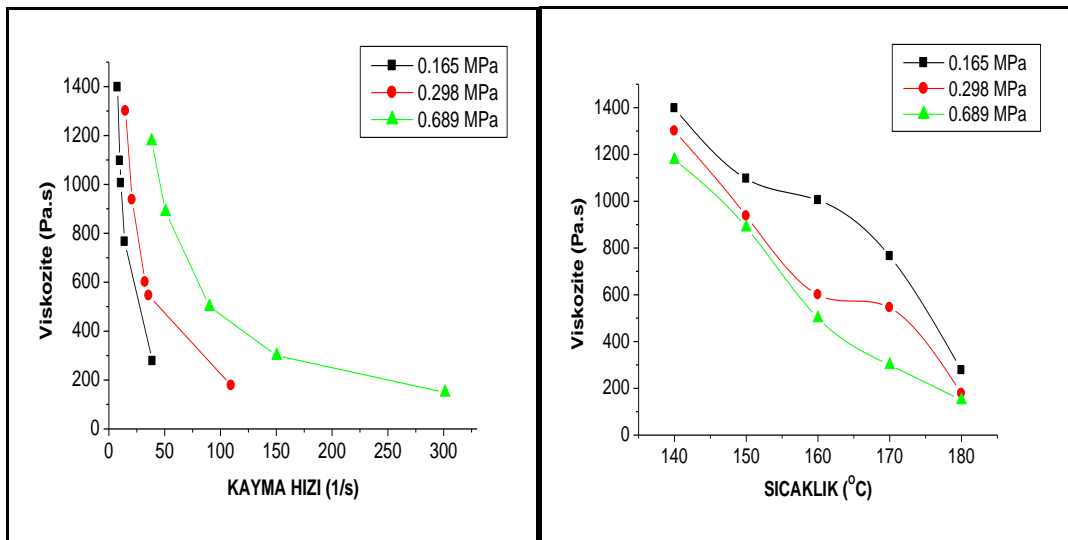
Şekil 6.17 ve 6.18'de %59, 61 INCONEL 625 ve K3 sistemi içeren besleme stoklarına ait viskozite-kayma hızı ve viskozite-sıcaklık grafikleri görülmektedir. Her iki besleme stoğu içinde kayma hızı-viskozite grafikleri pseudoplastik akış tipine uymaktadır. %59 toz yükleme oranı için çalışma sıcaklığı 130-170°C aralığında, %61 toz yükleme oranı için çalışma sıcaklığı 140-180°C aralığında değiştirilmiştir. Her iki besleme stoğunda da 150°C ve altında yapılan çalışmalarda viskozite değerleri çok yüksek elde edilmiştir.

Şekil 6.17 ve 6.18'de verilen grafikler incelendiğinde artan basınca ve sıcaklığa paralel olarak viskozitenin azalma eğiliminde olduğu görülebilir. %59 toz içeriğine sahip besleme stoklarında 150°C ve 0,689 MPa basınçta spiral akış ve uygun viskozite-kayma hızı değerleri elde edilmiştir (298,723 Pa.s-150,953 s⁻¹). 150°C

sıcaklıktan yukarıda yapılan çalışmalarda akış çok hızlı gerçekleşmiş ve akış tipi spiralden uzaklaşmıştır. %61 toz içeriğine sahip besleme stoklarında ise 160°C sıcaklıklarda yapılan denemelerde spiral akış elde edilmiş ve üst sıcaklıklarda akış çok hızlı, uzun kesik şekilde gözlenmiştir. %59 ve 61 toz yükleme oranına sahip besleme stoklarından elde edilen viskozite-kayma hızı değerlerine paralel olarak söylenebilir ki besleme stoku içerisindeki toz miktarı rahatlıkla artırılabilir.

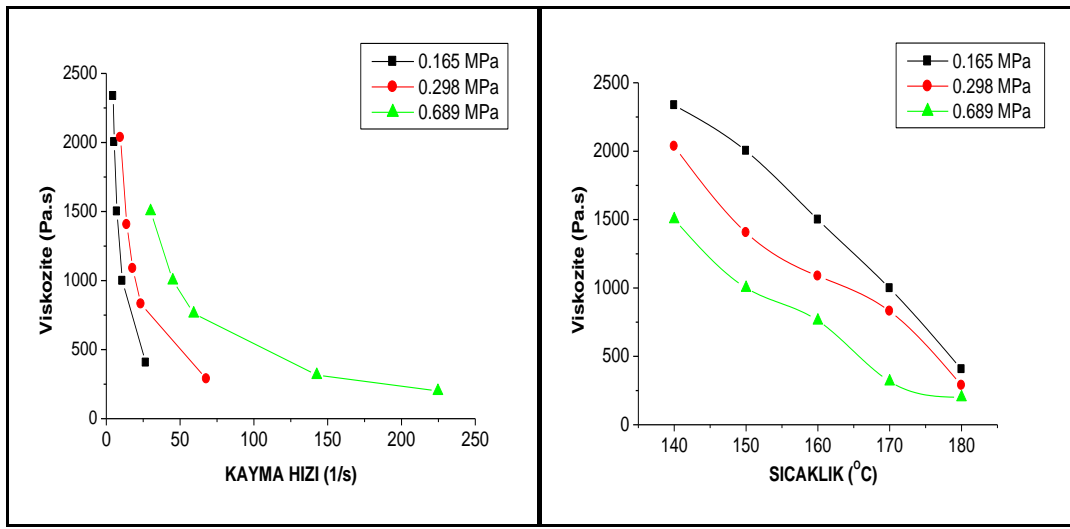


Şekil 6.17. K3 bağlayıcı sistemi ve hacimce %59 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

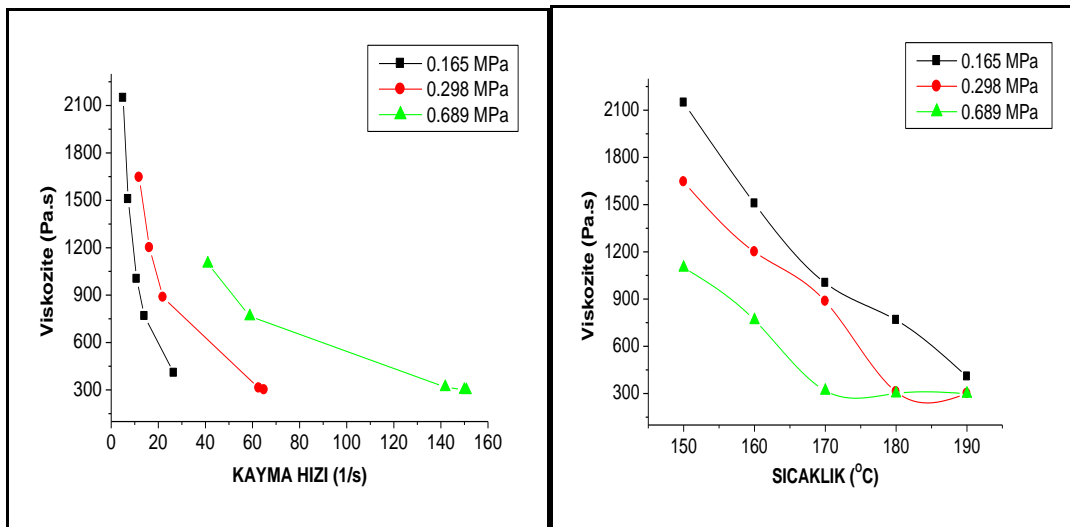


Şekil 6.18. K3 bağlayıcı sistemi ve hacimce %61 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

INCONEL 625 tozu ve K3 sistemi kullanılarak besleme stoku içerisindeki toz miktarı yaklaşık %3,5 oranında artırılarak %63 ve 65 toz yükleme oranlarında yeni besleme stokları hazırlanmıştır. %63 ve 65 toz oranına sahip besleme stoklarına ait viskozite-sıcaklık- kayma hızı değişimlerini gösteren grafikler Şekil 6.19 ve 6.20'de verilmiştir. Grafiklerde verilen eğriler incelendiğinde artan sıcaklığa ve kayma hızına bağlı olarak viskozitede azalma görülmüştür (kayma incelmesi). Her iki besleme stoğu da pseudoplastik akış tipine uymaktadır.



Şekil 6.19. K3 bağlayıcı sistemi ve hacimce %63 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri



Şekil 6.20. K3 bağlayıcı sistemi ve hacimce %65 INCONEL 625 tozu içeren besleme stoğunun sıcaklık ve kayma hızına bağlı viskozite değişimleri

%63 toz yükleme oranına sahip Şekil 6.19'da verilen grafikler incelendiğinde 140°C sıcaklıkta yapılan çalışmalarda bütün basınç değerlerinde elde edilen viskozite 1000 Pa.s nin üzerindedir ve bu durum enjeksiyon kalıplama için uygun değildir. 150°C sıcaklıkta yapılan denemelerde artan basınca paralel olarak viskozite kısmen azalsa da istenilen aralığa inmemiş, akış çok kısa ve kesikli olarak gözlenmiştir. %63 toz oranına sahip besleme stoklarında en ideal viskozite değerleri 160 ve 170°C sıcaklıklarda 0,689 MPa basınçta yapılan denemelerde elde edilmiştir. Belirtilen sıcaklıklarda (160 ve 170°C) sırasıyla 761,171 ve 316,200 Pa.s viskozite değerlerine ulaşılmıştır. Her iki sıcaklıkta elde edilen akış şekli spiraldir ve numunede herhangi bir şişme ya da incelme gözlenmemiştir.

Şekil 6.20'de K3 sistemi ve %65 toz içeriğine sahip besleme stoklarına ait viskozite değişimleri görülmektedir. Diğer besleme stoklarında olduğu gibi bu besleme stoğunda da pseudoplastik akış tipi gözlenmiştir. %65 toz içeriğine sahip bu besleme stoğunda çalışma sıcaklığı 150-190°C aralığında değiştirilmiştir. 150°C sıcaklıkta kısmen değer elde edilse de akış çok zor ve kısa şekilde olmuştur. 160°C altında yapılan denemelerde ergimenin yetersiz geldiği gözlenmiştir. 0,165 ve 0,298 MPa basınçta yapılan denemelerde akış şeklinin kesik kesik olduğu ve genel itibari ile viskozitenin 1000 Pa.s'nin altında olduğu tespit edilmiştir. 170°C ve üzerindeki denemelerde artan basınç ile birlikte viskozite değeri 1000 Pa.s'nin altına inmiştir. Fakat 180 ve 190°C sıcaklıklarda viskozite değeri 1000 Pa.s'nin altında elde edilmiş olsa da akış şekli bakımında enjeksiyon kalıplama için uygun olmadığı gözlenmiştir. Belirtilen değerlerde numunelerde kısmen şişme ve basınç değişimine paralel olarak incelme gözlenmiştir. %65 toz içeriğine sahip besleme stokları için en ideal sıcaklığın 160-170°C sıcaklık aralığı ve en uygun basınç değerinin 0,689 MPa olduğu düşünülmektedir. 170°C sıcaklıkta 0,689 MPa basınçta viskozite 317,903 Pa.s, kayma hızı 141,846 s⁻¹ olarak hesaplanmıştır ve akış şekli spiraldir. Belirtilen sıcaklık değerlerinde numune yüzeyinde herhangi bir gözeneklilik veya numunede incelme tespit edilmemiştir.

Bütün besleme stokları için artan sıcaklığa ve artan kayma hızına bağlı olarak viskozitede azalma gözlenmiştir. Artan kayma hızına bağlı olarak azalan viskozitenin

(pseudoplastik akış) enjeksiyon kalıplama için uygun akış tipi olduğu bilinmektedir [Gökten, 2003, Karataş ve ark., 2004, Hıdalgove ark., 2010, Raza ve ark., 2011, İbrahim ve ark., 2012]. Bütün besleme stoklarında pseudoplastik akış davranışının görülmesi geliştirilen bağlayıcı sisteminin enjeksiyon kalıplama için uygun olduğunu göstermektedir. Besleme stokları içerisinde bulunan toz miktarındaki artışa bağlı olarak viskozite ve kayma hızı değerleri farklılıklar sergilemiştir. Özgün bir bağlayıcı formülü olarak denenen K3 sisteminin K1 ve K2 bağlayıcı sistemleri ile yakın reolojik değerler ortaya koyduğu söylenebilir. Fakat K3 içerisinde bulunan iskelet bağlayıcı polipropilen'in miktarı (ağırlıkça %30) dikkate alındığında elde edilen viskozite değerlerinin K1 ve K2 bağlayıcı sistemlerine göre daha uygun olduğu söylenebilir. İskelet bağlayıcı olarak kullanılan polipropilen türü termoplastiklerin görevinin besleme stokunu sinterleme aşamasına kadar taşımak ve ham parçanın bozulmamasını sağlamak olduğu bilinmektedir [Karataş ve Sarıtaş, 1998]. Aynı zamanda bağlayıcı sistemleri içerisinde bulunan polipropilen türü malzemelerin viskoziteyi artırdığı ve kalıplamayı zorlaştırdığı belirtilmiştir [Gökten, 2003, Huang ve Hsu, 2009]. K3 sistemi içerisinde bulunan polipropilen miktarının K1 ve K2 sistemlerine oranla daha fazla olduğu göz önüne alındığında viskozite değerlerinin daha uygun olduğu söylenebilir. K3 formülü içerisinde bulunan PEG malzemesinin CarnaubaWax ile aynı sistemde kullanılması yeni bir denemedir ve reolojik özellikler açısından herhangi bir probleme neden olmadığı söylenebilir. Shibo ve arkadaşları gaz atomize küresel şekilli titanyum alaşımının toz enjeksiyon kalıplanmasında PW ve PEG içeren yeni bir bağlayıcı sistemi denemişlerdir. Araştırmacılar yaptıkları çalışmada ağırlıkça %63 parafin wax, %12 polietilen glikol-20000 (PEG-20000), %14 düşük yoğunluklu polietilen, %10 polipropilen, %1 stearik asit içeren yeni bir bağlayıcı sistemi kullanmışlardır. Kullanılan bağlayıcı sisteminde polietilen glikol 20000 (PEG-20000) ile bağlayıcı elemanları arası etkileşimin iyileştirildiği ve çözücü ayrıştırma hızının artırıldığı vurgulanmıştır [Shibo ve ark., 2006]. Yeni geliştirilen K3 sistemi ise PW ve PEG'in bir arada kullanılması bakımından Shibo ve arkadaşlarının geliştirdiği bağlayıcı sistemi ile kısmen benzerlik sergilemektedir. INCONEL 625 süperalaşım tozunun enjeksiyon kalıplanması için PW-PEG karışımını içeren K3 sistemi benzeri farklı bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır.

6.4.4. INCONEL 625 + K3 besleme stoklarının akış davranış indeksi değerleri

Karışımların enjekte edilebilirlik yeteneğini değerlendirmek için besleme stoklarının reolojik davranışları çok önemlidir. Kayma hızı arttıkça viskozitenin azalması sistemin pseudoplastik (kayma incilmesi) bir davranış sergilediğinin göstergesidir. Bu durumun ise enjeksiyon kalıplama için en uygun durum olduğu belirtilmiştir. Toz yükleme oranının arttıkça viskozitenin artırıcı bilinmektedir. TEK için önerilen viskozite değerinin 1000 Pa.s' nin altında olması ve kayma hızının 100-1000 s⁻¹ arasında olması gerektiği ve bu sınırlar içerisinde başarılı bir enjeksiyon yapılabileceği belirtilmiştir [Sotomayor ve ark. 2010, Karataş ve ark., 2004].

Enjeksiyon kalıplama koşulları altında besleme stoklarının reolojik davranışlarını incelemek için, akış davranış indeksi (üssü) (n) hesaplanması gereken önemli bir parametredir [Huang ve ark., 2003].

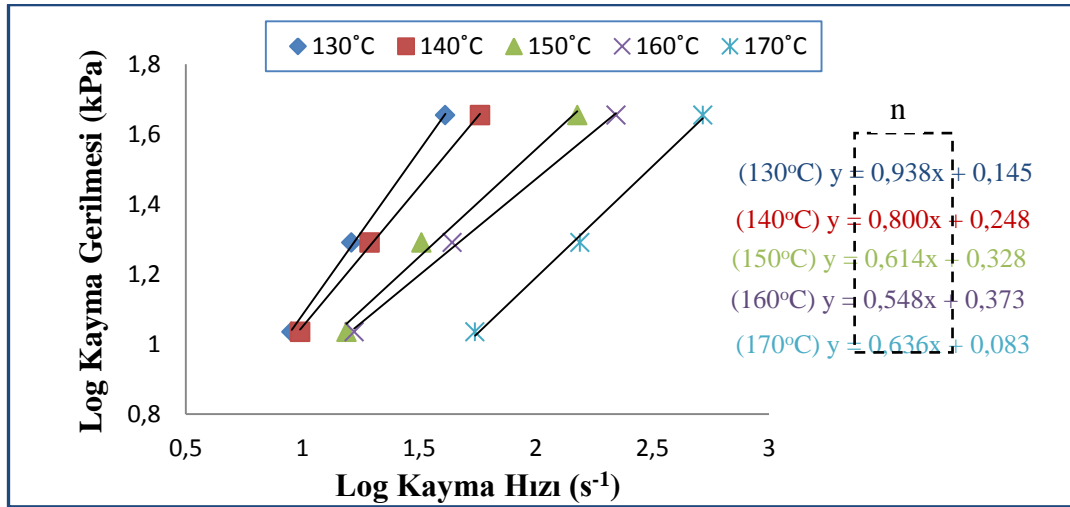
Pseudoplastik akışkan davranışı için en uygun yaklaşım şu şekilde belirtilmiştir;

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad (6.1)$$

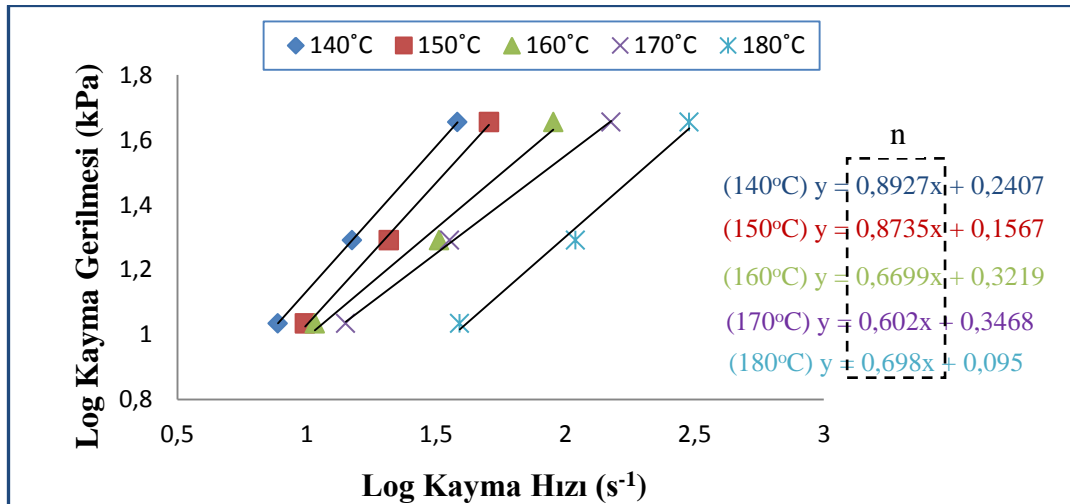
Orada; τ : kayma gerilmesi, $\dot{\gamma}$: kayma hızı, K: sabit ve n: akış davranış indeksi olarak verilmiştir.

“n” değeri, kayma hızına karşılık viskozite hassasiyetinin derecesini gösterir. Düşük n için kayma hızı yüksektir. n değeri logaritmik olarak kayma gerilmesi kayma hızı grafiğinin doğrusal aralıktaki eğiminden hesaplanır. İdeal enjeksiyon kalıplama için n<1 olduğu bu akış davranışının pseudoplastik akış davranışı olduğu belirtilmiştir [Song-lin ve ark. 2002, Huang ve ark., 2003, Karataş ve ark., 2004]. n>1 olduğu durumlarda dilatant akış davranışı sergilendiği ve bu akış tipinde yüksek basınçlarda toz bağlayıcı ayrışması görülebileceği belirtilmiştir. Ayrıca çok yüksek kayma hızlarında pseudoplastik bir sistemin dilatant gibi bir akış davranışı sergileyeceği vurgulanmıştır [Huang ve ark., 2003, Karataş ve ark., 2004, Urtekin, 2008, Sotomayor ve ark. 2010]. Besleme stokları için düşük “n” değerinin yüksek kayma hassasiyeti ve pseudoplastik davranış sergiledikleri vurgulanmıştır [Yang ve ark. 2002, Shibo ve ark. 2006, Urtekin ve ark. 2012]. Akış davranış indeksi değerlerini

bulmak için farklı toz yükleme oranına sahip besleme stoklarının logaritmik kayma gerilmesi ve kayma hızı grafikleri çizilmiştir ve elde edilen eğrilerin eğiminden n değerleri hesaplanmıştır [Urtekin, 2008, Karataş ve ark., 2004, Huang ve Hsu, 2009]. Hacimce %59, 61, 63 ve 65 oranında toz ve K3 içeren besleme stoklarına ait $\log(\text{kayma hızı})-\log(\text{kay gerilmesi})$ grafikleri Şekil 6.21-6.24’ te sırasıyla verilmiştir. Şekillerde verilen eğrilerin eğiminden “ n ” değerleri hesaplanmıştır.

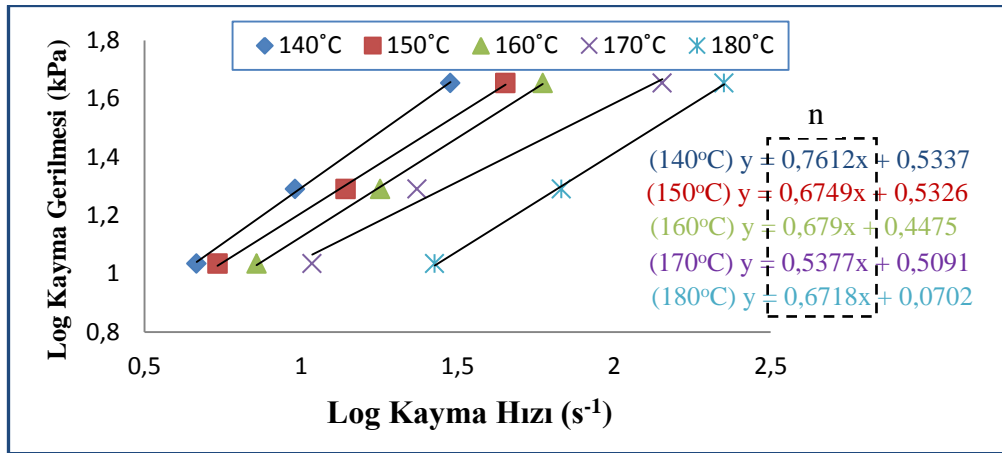


Şekil 6.21. %59 toz + K3 içeren besleme stoku için $\log(\text{Kayma Hızı}) - \log(\text{ Kayma Gerilmesi})$ Grafiği ve “ n ” değerleri

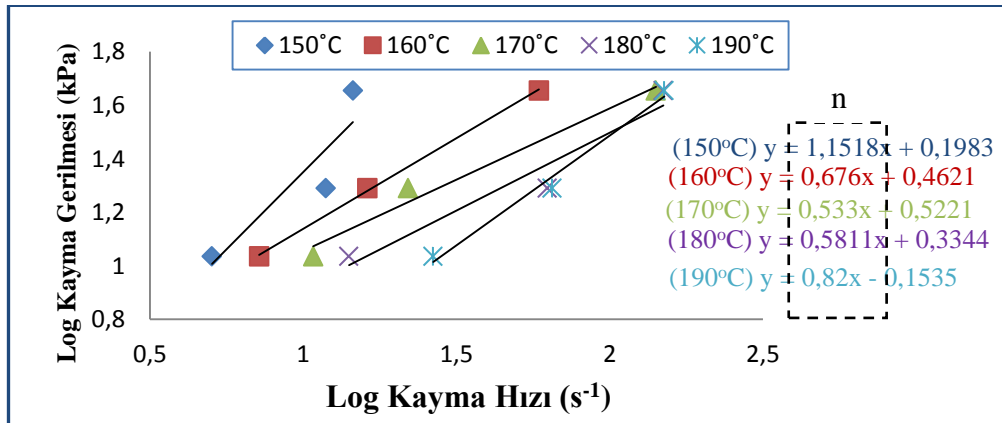


Şekil 6.22. %61 toz + K3 içeren besleme stoku için $\log(\text{Kayma Hızı}) - \log(\text{ Kayma Gerilmesi})$ Grafiği ve “ n ” değerleri

Şekil 6.21-6.24'te farklı sıcaklıklarda yapılmış reoloji deneylerine ait akış davranış indeksi "n" değerleri görülmektedir. Grafiklerde açıkça görüldüğü üzere %65 toz yükleme oranında ve 150°C sıcaklıkta yapılmış deney sonuçları hariç bütün besleme stoklarında elde edilen "n" değerleri 1'den küçüktür. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde iyi bir kalıplama için akış şeklinin pseudoplastik ve akış davranış indeksi "n" değerinin 1'den az olması gerektiği bilinmektedir [Huang ve ark., 2003, Seyssiecqve ark., 2003, Karataş ve ark., 2004]. K3 bağlayıcı sistemi ve INCONEL 625 tozu kullanılarak hazırlanan besleme stoklarında akış davranış indeksi değerinin istenilen aralıkta olması geliştirilen bağlayıcı sisteminin (K3) toz enjeksiyon kalıplama için uygun olduğunun göstergesidir.



Şekil 6.23. %63 toz + K3 içeren besleme stoku için Log(Kayma Hızı) – Log(Kayma Gerilmesi) Grafiği ve “n” değerleri



Şekil 6.24. %65 toz + K3 içeren besleme stoku için Log(Kayma Hızı) – Log(Kayma Gerilmesi) Grafiği ve “n” değerleri

Akış davranış indeksinin toz yükleme miktarına ve sıcaklığa bağlı olarak değişimi Çizelge 6.3'te verilmiştir. Bazı çalışmalarda enjeksiyon kalıplama için en uygun akış davranış indeksi (n) değerlerinin 0,5-0,7 aralığında olduğu belirtilmiştir [Yang ve ark. 2002, Urtekin, 2008]. Bütün besleme stokları için 160 ve 170°C sıcaklıklarda elde edilen “n” değerinin 0,5-0,7 aralığında olduğu Çizelge 6.3'te açıkça görülmektedir.

Çizelge 6.3. Akış davranış indeksi değerleri

	Sıcaklık (°C)	Toz Yükleme Oranı (%Hacimce)			
		59	61	63	65
Akış davranış indeksi (n)	130	0,938	-	-	-
	140	0,800	0,892	0,761	-
	150	0,614	0,873	0,674	1,151
	160	0,548	0,669	<u>0,679</u>	<u>0,676</u>
	170	0,636	0,602	<u>0,537</u>	<u>0,533</u>
	180	-	0,698	0,671	0,581
	190	-	-	-	0,820

6.4.5. INCONEL 625 + K3 besleme stoklarının akış aktivasyon enerjisi değerleri

Sıcaklık değişiminin besleme stoklarının viskozitesine etkisini incelemek amacıyla yapılan deneylerde artan sıcaklığa bağlı olarak viskozitede azalma tespit edilmiştir. TEK işleminde viskozitenin sıcaklığa bağlı değişiminin önemli olduğu bildirilmiştir [Huang ve ark., 2003, Sotomayor ve ark., 2010, Urtekin ve ark., 2012]. Eğer viskozite sıcaklık değişimine çok duyarlı ise kalıplama sırasında herhangi bir küçük sıcaklık dalgalanmasının viskozite değişimine neden olacağı, bu değişimin kalıplanmış parça içerisinde konsantrasyon gerilmesine sebep olacağı ve bunun sonucunda numunede çatlama ve bozulmaların olacağı belirtilmiştir [Sotomayor ve ark., 2010]. Sıcaklık değişiminin viskozite üzerine etkisini akış aktivasyon enerjisi (Ea) üzerinden değerlendiren araştırmacılar, eğer Ea değeri düşük ise viskozitenin sıcaklık değişimine çok duyarlı olmadığını ve bu nedenle kalıplama sırasında sıcaklığın küçük bir dalgalanmasının ani viskozite değişimlerine neden olmayacağını belirtmişlerdir [Sotomayor ve ark., 2010, Sotomayor ve ark., 2011].

Şekil 6.25-6.28'de K3 sistemi ile hazırlanmış farklı toz yükleme oranlarına ve basınç değerleri sahip besleme stoklarının sıcaklığa bağlı viskozite değişimleri verilmiştir. Çeşitli çalışmalarda viskoziteye sıcaklığın etkisinin Arrhenius eşitliği ile hesaplanabileceği bildirilmiştir [Huang ve ark., 2003, Karataş ve ark., 2004, Sotomayor ve ark., 2010, Urtekin ve ark., 2012]. Şekil 6.25-6.28'de verilen eğrilerin eğiminden ve Eş. 6.2'de verilen denklem kullanılarak log viskozite ve 1/T değişiminden akış aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Elde edilen Ea değerleri grafikler üzerinde verilmiştir.

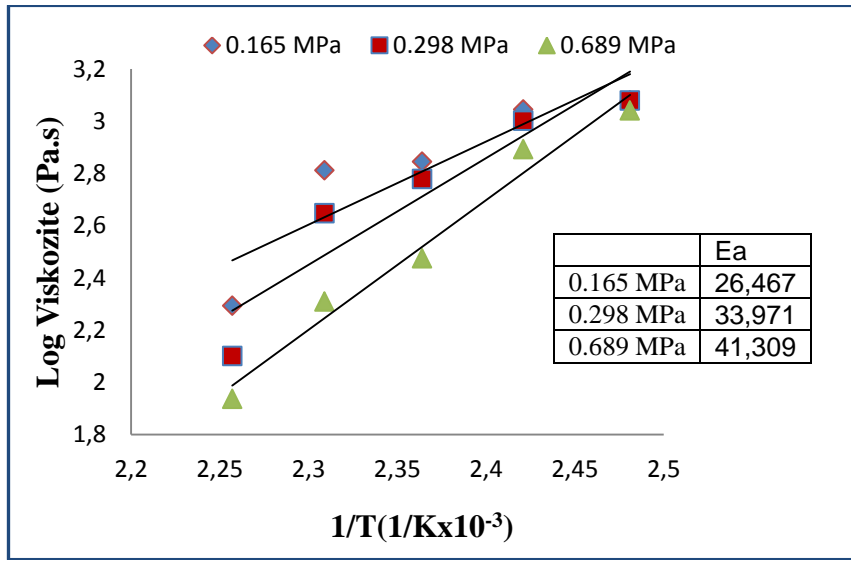
$$\log \eta = Ea/R(1/T) \quad (6.2)$$

Yukarıda; Ea akış aktivasyon enerjisi, R ideal gaz sabiti (R=8,31 J/molK), η ise viskozitedir.

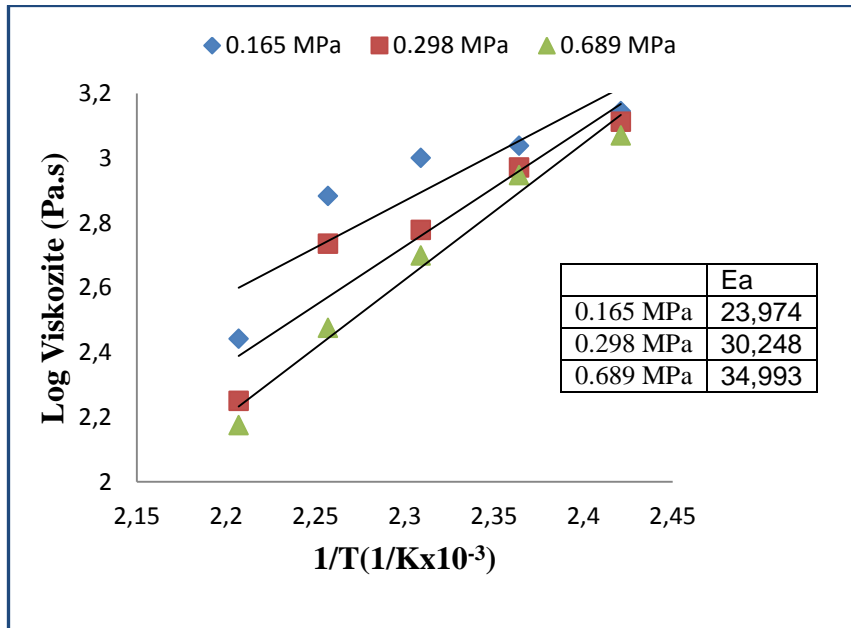
Bağlayıcı sistemi içerisinde ki elemanlara ve uygulanan kayma gerilmesine bağlı olarak farklı sıcaklık aralıklarında farklı viskozite değerleri elde edilebileceği bilinmektedir [Huang ve ark. 2003, Karataş ve ark. , 2004, Hidalgo ve ark., 2010].

INCONEL 625 alaşımının reolojik özellikleri üzerine farklı bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır, bu nedenle elde edilen Ea değerleri bağlayıcı sistemine ve toz yükleme miktarına bağlı olarak kendi aralarında mukayese edilebilir değerlerdir. Grafikler üzerinde verilen akış aktivasyon değerleri incelendiğinde değişen toz yükleme miktarına ve kayma gerilmesine paralel olarak Ea değerinin değiştiği gözlenmektedir. Akış aktivasyon enerjisinin düşük olmasının akış için gerekli enerjinin düşük olması buna bağlı olarak da viskozitenin düşük olması anlamına geldiği belirtilmiştir [Karataş ve ark., 2004, Urtekin ve ark., 2012]. Sotomayor ve ark. tarafından yapılan bir çalışmada toz yükleme oranı arttıkça Ea değerinin azaldığı belirtilmiştir. Karışım içerisindeki metal içeriğinin artmasına bağlı olarak numunenin termal iletkenliğinin artacağı akış aktivasyon enerjisi değerinin azalacağını vurgulamışlardır. Bu bakış açısında toz enjeksiyon kalıplama uygulamaları için en yüksek toz içeriğine sahip besleme stokunun en iyi seçenek olacağını belirtmişlerdir [Sotomayor ve ark., 2010]. %65 toz miktarına sahip besleme stoklarının Ea değerleri incelendiğinde artan toz miktarına paralel olarak akış aktivasyon enerjisinde kısmen

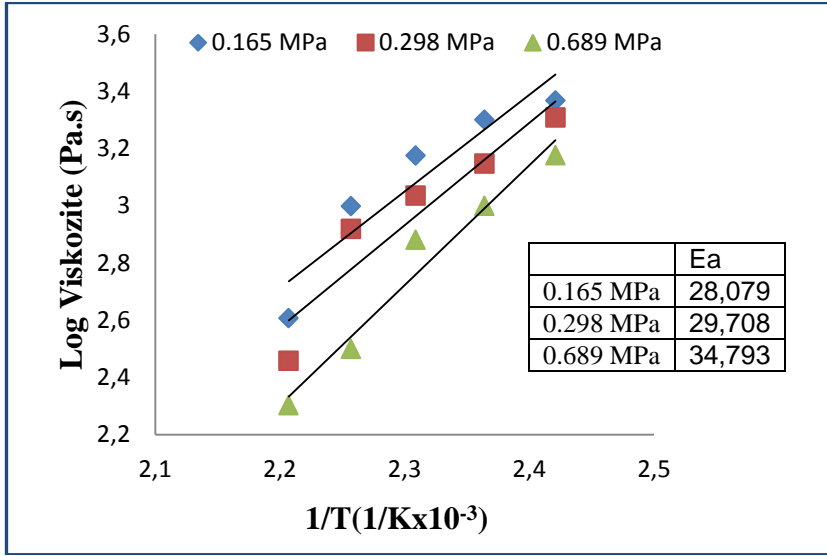
bir azalma gözlenmiştir. Bu durum Sotomayor ve arkadaşlarının çalışması ile paralellik sergilemektedir. Yapılan incelemelere paralel olarak elde edilen Ea değeri bakımından ve diğer reolojik sonuçlar dikkate alınarak %65 toz yükleme oranında K3 sistemi ile hazırlanacak besleme stoklarının enjeksiyon kalıplama işleminin rahatlıkla yapılabileceği düşünülmektedir.



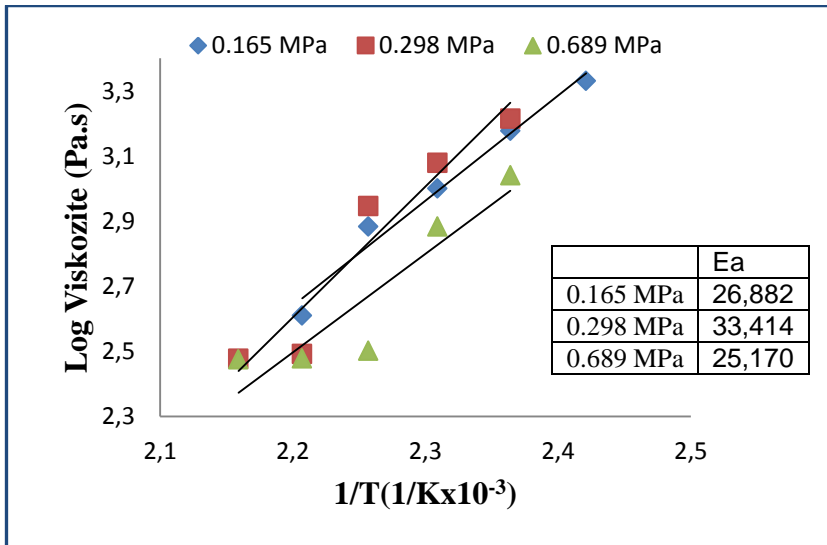
Şekil 6.25. % 59 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri



Şekil 6.26. % 61 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri



Şekil 6.27. % 63 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri

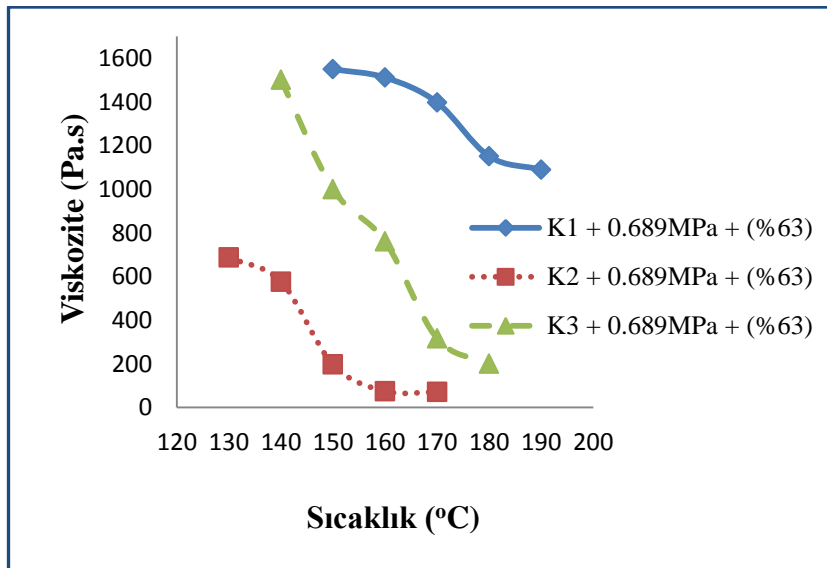


Şekil 6.28. % 65 toz yükleme oranı için Log viskozite – 1/T değişimi ve Ea değeri

6.4.6. INCONEL 625 ve K1, K2, K3 sistemleri ile hazırlanan besleme stoklarının reolojik özelliklerinin karşılaştırılması

Yapılan reoloji çalışmaları dikkate alınarak INCONEL 625 süperalaşım tozu ve farklı bağlayıcı sistemleri ile hazırlanan besleme stokları mukayese edilmiştir. K2 ve K3 bağlayıcı sistemleri ile hazırlanan besleme stoklarında sıcaklık-basınç değişimine bağlı olarak elde edilen en ideal sonuçlar %63-67 toz yükleme aralığında elde edilmiştir. K1 bağlayıcı sistemi ile maksimum %63 toz yükleme oranına çıkılmıştır.

K1 bağlayıcı sistemi ile %63 toz yükleme oranının üzerine çıkılmadığı ve K2 - K3 sistemleri ile hazırlanan besleme stoklarında elde edilen ideal reoloji sonuçlarına %63 toz yükleme oranında ulaşılması sebebiyle sadece bu toz yükleme oranında reolojik özellikler kıyaslanmıştır. Şekil 6.29 ve 6.30'da viskozite-sıcaklık ve viskozite-kayma hızı grafikleri verilmiştir. Mukayeseler sabit basınç (0,689 MPa - $\tau = 45,093 \text{ kPa}$) değerinde yapılmıştır. Şekil 6.29'a bakıldığında genel olarak sıcaklık arttıkça viskozitenin azaldığı görülmektedir, fakat sabit bir sıcaklık üzerinden değerlendirme yapıldığında bağlayıcı sistemleri arasındaki fark açıkça ortaya çıkmaktadır. Deney sonrası numunelerin durumu ve akış şekilleri incelendiğinde ve TG eğrilerine bağlı olarak 170°C sıcaklık bir sınır değeri olmaktadır. Bu sıcaklığa ulaşıldıktan sonra viskozitede ciddi oranlarda düşüşler gözlenmiştir fakat deney numunesinde bozulmalar meydana gelmiştir.

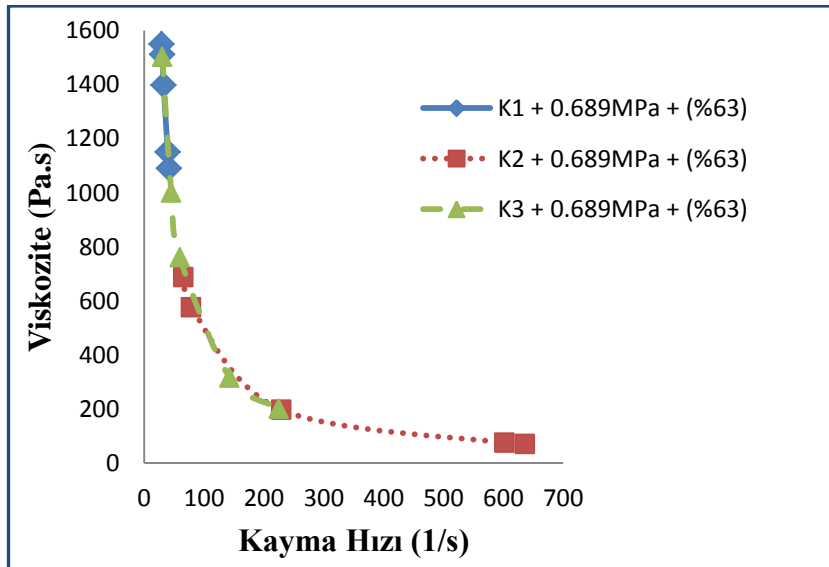


Şekil 6.29. INCONEL 625 tozu ve K1, K2, K3 sistemlerine ait viskozite-sıcaklık değişimi

Şekil 6.29'da verilen eğriler incelendiğinde açıkça görülecektir ki yeni geliştirilen bağlayıcı sistemi ile elde edilen viskozite değerleri K1 sistemi ile elde edilen değerlerden daha az fakat K2 ile elde edilen değerlerden daha fazla çıkmıştır. Wax tipi bağlayıcıların yüksek akıcılık sağladığı bilinmektedir [Rhee, 1992, Zaky ve ark., 2009]. K1 bağlayıcı sistemi içerisinde wax tipi bağlayıcı olmaması ve K2 bağlayıcı sisteminin ağırlıklı olarak wax tipi bağlayıcı elemanları içermesi viskozite değerleri

arasındaki farkı açıkça ortaya çıkarmaktadır. Yeni geliştirilen K3 sistemi ise içerdiği bağlayıcı elemanları bakımından hem PEG hem de Wax tipi elemanlar içermektedir. K3 sistemi ile hazırlanan besleme stoklarında elde edilen viskozite değerleri diğer sistemler ile hazırlanan besleme stoklarının viskozite değerlerine kıyasla bir ara değer olarak hesaplanmıştır. Bu durum yeni geliştirilen K3 sisteminin içerisinde bulunan bağlayıcı elemanlarının etkisini açıkça göstermektedir.

Şekil 6.30'a bakıldığında en yüksek kayma hızı değerleri K2 bağlayıcı sistemi ile hazırlanan besleme stoklarında elde edilmiştir fakat bu bağlayıcı sisteminde 170°C sıcaklıktan sonra akan numunelerde aşırı ergime ve bozulmalar meydana geldiği gözlenmiştir. Reoloji deneyleri sonuçları, akış şekli (spiral), numunenin yüzey şekli ve malzeme kaybı gibi faktörler göz önüne alındığında K3 bağlayıcısı yeni ve özgün bir bağlayıcı sistemi olarak enjeksiyon kalıplama işlemlerinde uygulanabilecek sonuçlar ortaya koymaktadır.

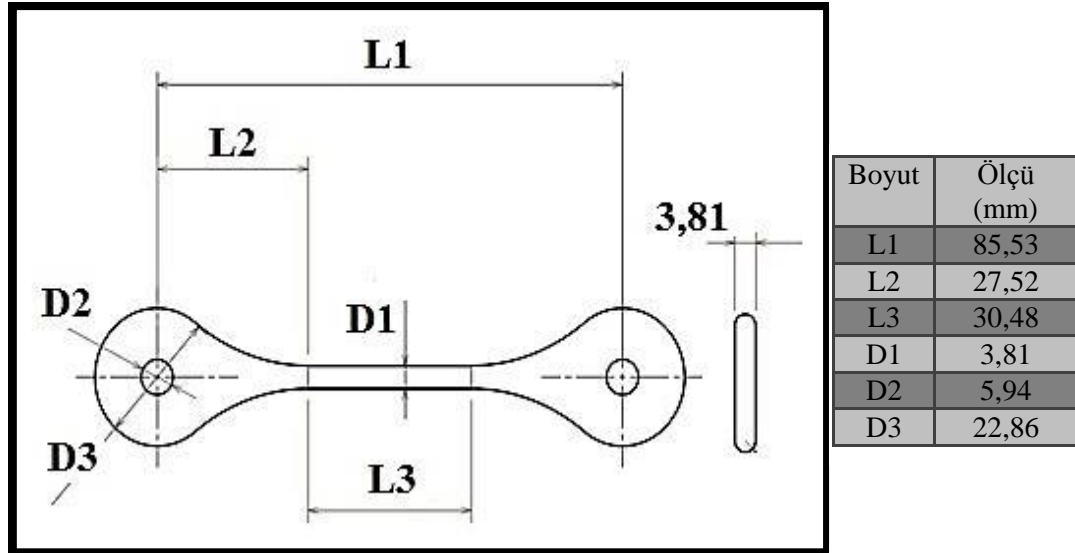


Şekil 6.30. INCONEL 625 tozu ve K1, K2, K3 sistemlerine ait viskozite-kayma hızı değişimi

Reoloji çalışmalarından elde edilen sonuçlar ve pratikte numune üzerinde yapılan incelemeler dikkate alınarak, K3 bağlayıcı sistemi kullanılarak ve hacimce %65 INCONEL 625 süperalaşım tozu içeren besleme stokları hazırlanmıştır. Enjeksiyon kalıplama işleminin belirlenen bu değerlerde yapılması planlanmıştır.

6.5. Enjeksiyon Kalıplama

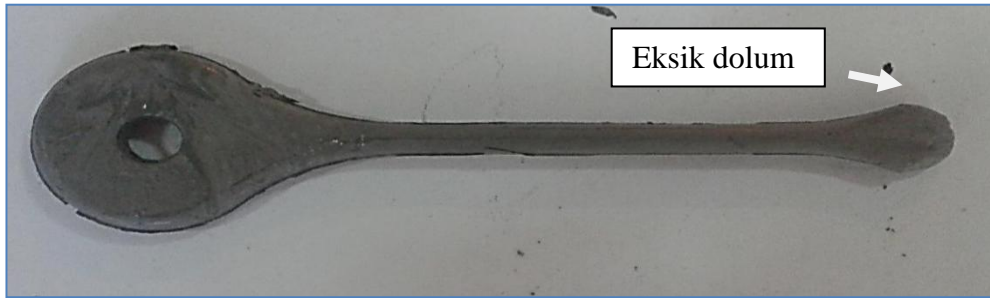
Enjeksiyon kalıplama işlemi yeni geliştirilen K3 bağlayıcı sistemi kullanılarak yapılmıştır. Reoloji çalışmaları sonucu besleme stoklarından elde edilen viskozite, kayma hızı, akış davranış indeksi (n), akıcılık ve numune akış şekli (spiral) gibi değerler dikkate alınarak hacimce %65 toz ve %35 K3 içeren besleme stokları hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stokları el ile granül hale getirilmiştir. Granül hale getirilen besleme stokları çekme numunesi olarak kalıplanmıştır. Çekme numunesinin ölçüleri Şekil 6.31’de verilmiştir. Çekme numunesi ölçüleri MPIF-50 standardı ile uyumludur [Sago, 2004].



Şekil 6.31. Çekme numunesinin ham yoğunluktaki ölçüleri

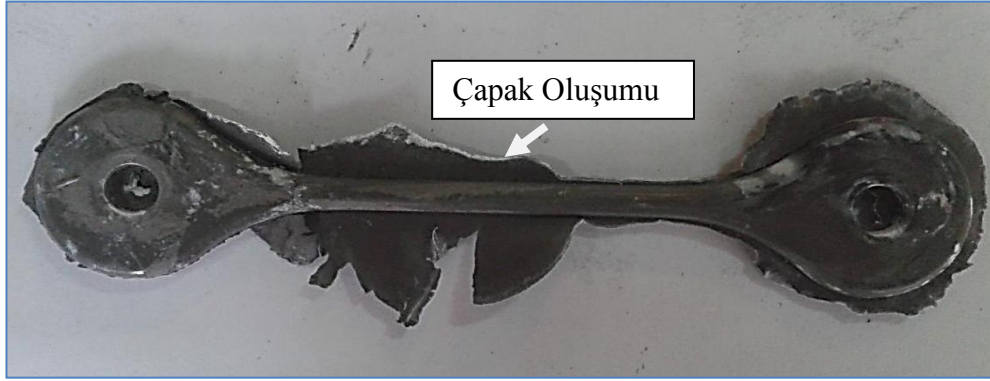
Reoloji deneyleri sonucu viskozite, kayma hızı ve akış davranış indeksi "n" değerleri dikkate alınarak besleme stokunun içerisine konulduğu silindir sıcaklığı ve basınç ayarlanmıştır. Belirtilen besleme stoğunda en ideal viskozite ve kayma hızı değerleri 170°C sıcaklıkta ve 0,689 MPa basınçta yapılan çalışmalarda elde edilmiştir. Silindir sıcaklığı 170°C sıcaklığa ayarlandıktan sonra granül haldeki besleme stokları içerisine yerleştirilmiştir ve uygun süre beklendikten sonra kalıplama işlemi yapılmıştır. Kalıplama işlemi sonrası elde edilen numune şekli Resim 6.1’de verilmiştir. Resim 6.1’de görüleceği üzere numunede eksik dolum meydana gelmiştir. Reoloji çalışmalarında 170°C sıcaklıkta en uygun değerler elde edilmiş

olsa da uygulamada çeşitli farklılıklar ile karşılaşmıştır. Kalıp sıcaklığı, yolluk, silindir boyutu ve sıcaklığı gibi faktörlerin kalıplamayı etkilediği bilinmektedir [German, 1990, Yiğit ve Ercan, 1999, Yüksel ve Göloğlu, 2009, Karataş ve ark., 2004]. Reoloji çalışmalarında elde edilen ideal sıcaklık ile kalıplama sıcaklığı arasındaki farkın kalıp ve yolluk ısınması gibi faktörlere bağlı değiştiği düşünülmektedir. 170°C sıcaklıkta yapılan işlemlerde eksik dolum görülmesinin sebebinin kalıplama sıcaklığının ve silindir içerisine konulan besleme stoku miktarının yetersiz gelmesi olarak tespit edilmiştir. Farklı miktarlar denemek suretiyle silindir içerisine konulacak besleme stoku miktarı belirlenmiştir. Besleme stoku miktarı belirlendikten sonra kalıplama işleminde 170°C sıcaklık değeri referans alınarak belirli aralıklarda silindir sıcaklığı artırılmıştır.



Resim 6.1. 170°C sıcaklıkta kalıplanmış numuneye ait eksik dolum görüntüsü

190 ve 200°C sıcaklıklarda yapılan denemelerde numunelerde çapaklanma ve bölgesel olarak çökmeler gözlenmiştir (Resim 6.2). Enjeksiyon kalıplama işleminde çökme ve çapaklanma istenmeyen bir durumdur [Urtekin, 2008, Cheng ve ark., 2009]. 180 ve 185°C sıcaklıklar da yapılan denemelerde tam dolum elde edilmiştir ve herhangi bir çapaklanma durumu ile karşılaşılmamıştır (Resim 6.3). Reoloji deneyleri ile kalıplama denemeleri arasında gözlenen sıcaklık farkının kalıp yolluğunun ısınması ve silindir - kalıp arasındaki mesafedeki sıcaklık kaybindan kaynaklandığı düşünülmektedir. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde standart numune elde etmenin çok uzun süren deneme yanılma ile elde edilebileceği bilinmektedir [Urtekin, 2008, Erdem, 2010].



Resim 6.2. Kalıplama işlemi sonrası çapak oluşumu



Resim 6.3. Tam dolum elde edilmiş numuneler

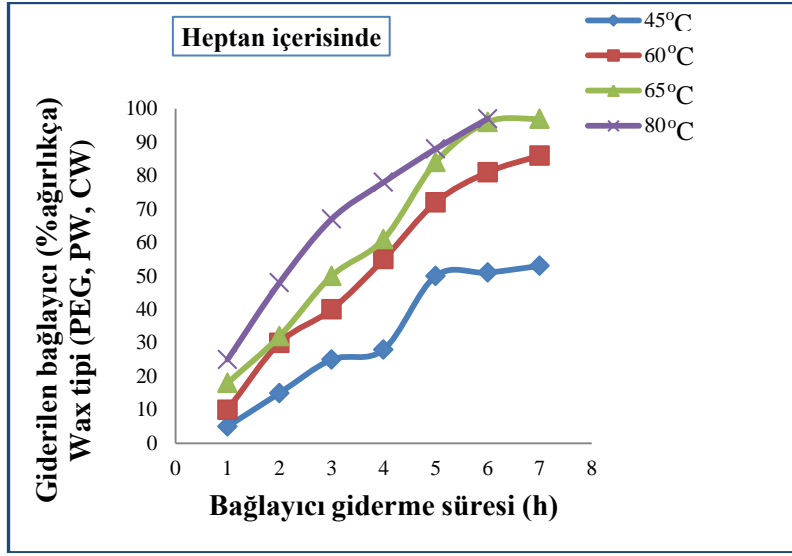
6.6. Bağlayıcı Giderme

Bağlayıcı giderme toz enjeksiyon kalıplama işleminde en kritik aşamalardan birisidir [Karataş, 1997, Porter, 2003]. Besleme stokları içerisinde bağlayıcı giderme işlemi farklı şekillerde yapılabilmektedir. Kullanılan bağlayıcı sistemine göre bağlayıcı giderme işlemi genel olarak çözücü içerisinde ve ısıl olmak üzere iki şekilde yapılmaktadır. Ayrıca bağlayıcı elemanının cinsine paralel olarak geliştirilmiş bir

çok yöntemde mevcuttur [Zorzi ve ark., 2003, Porter, 2003, Enneti ve ark., 2012]. Enjeksiyon kalıplama işlemlerinde kullanılan K3 sistemi içerisinde 5 farklı bağlayıcı elemanı bulunduğu dikkate alınarak bağlayıcı giderme işlemi üzerine denemeler yapılmıştır. Bağlayıcı giderme işlemleri çözücü içerisinde ve ısı olmak üzere iki aşama da gerçekleştirilmiştir.

İlk aşamada K3 sistemine ait TG ve DTA eğrilerinden (Bkz. Şekil 6.4) yararlanılarak %65 toz içeriğine sahip K3 ile hazırlanan besleme stoklarına farklı sıcaklıklarda ve sürelerde iki farklı çözücü içerisinde bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Yeni geliştirilen K3 sistemi içerisinde bulunan bileşenlere (PEG - PW) bağlı olarak suda ve heptan içerisinde çözünebileceği düşünülen bir bağlayıcı sistemidir. Bu nedenle iki farklı çözücü ortam tercih edilmiştir.

%65 toz + K3 içeren besleme stokuna ait çözücü (heptan) içerisinde bağlayıcı giderme sonuçları Şekil 6.32'de verilmektedir. Yapı içerisinde bulunan PP nin ergime sıcaklığı ve ham yoğunluğa sahip parçayı sinterleme aşamasına kadar taşınması düşüncesi göz önüne alınarak sadece Wax ve PEG tipi bağlayıcı elemanları uçurulmuştur. Heptan içerisinde yapılan çözüldürme işlemi incelendiğinde de 45°C sıcaklıkta yapılan işlemlerde bağlayıcı elemanlarının (wax tipi) kısmen çözüldüğü, 60 ve 65°C sıcaklıkta tamamına yakının çözüldüğü gözlenmiştir. 80°C sıcaklıkta yapılan işlemlerde numunelerde bozunma gözlenmiştir. Su içerisinde yapılan çözüldürme işlemlerinde 45 ve 60°C sıcaklıklarda bağlayıcı elemanlarının büyük bir kısmının çözünmeden yapıda kaldığı ve çözüldürme işleminin daha uzun sürdüğü gözlenmiştir. Su içerisinde yapılan çözüldürme işleminde artan sıcaklığa ve zamana bağlı olarak çözünen madde miktarının arttığı fakat bu duruma paralel olarak numunede bozulmalar olduğu gözlenmiştir. K3 tipi bağlayıcı sistemi ile hazırlanan besleme stoklarının zaman ve sıcaklık tasarrufu bakımından heptan içerisinde ayrıştırılmasının daha uygun olacağı düşünülmektedir. Enjeksiyon kalıplanmış numuneler heptan içerisinde 65°C sıcaklıkta 6 saat bekletilerek çözücü bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır.



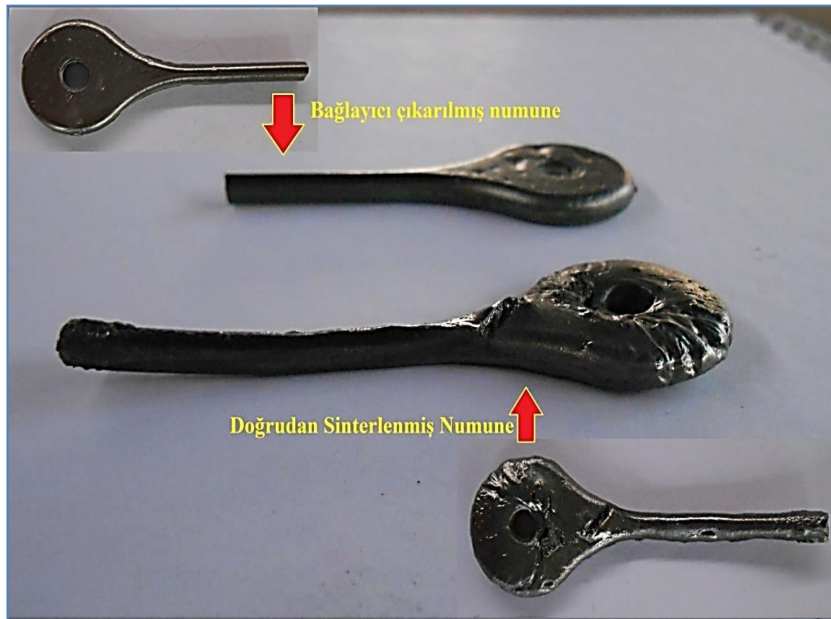
Şekil 6.32. Bağlayıcı giderme (%65 toz + K3) - Heptan içerisinde

Bağlayıcı giderme işleminin ikinci aşamasında ise ısı olarak yapıda kalan bağlayıcı elemanları uçurulmuştur. Isıl bağlayıcı giderme aşamasının toz enjeksiyon kalıplama işleminde ön sinterleme aşamasını oluşturduğu vurgulanmıştır [Omar ve ark., 2003, Gülsoy ve ark., 2011, Enneti ve ark., 2012].

K3 bağlayıcı sistemi için verilen DTA eğrisi (Bkz. Şekil 6.4) incelendiğinde 200°C sıcaklık altında 5 farklı noktada tepkime piki gözlenmiştir. Bağlayıcı sistemi içerisinde bulunan elemanlar dikkate alındığında DTA eğrisi üzerinde 5 farklı noktada pik oluşması beklenen bir durumdur. K3 bağlayıcı sistemi için verilen TG eğrisine bakıldığında (Bkz. Şekil 6.4) 246°C sıcaklıkta malzemede herhangi bir kayıp olmadığı söylenebilir. Malzeme kaybının yaklaşık 247°C sıcaklıktan sonra başladığı tahmin edilmektedir. TG eğrisi incelenmeye devam edildiğinde 338°C sıcaklıkta malzemenin %20'si, 395°C sıcaklıkta %47'si, 422°C sıcaklıkta ise yaklaşık %75'i yapıdan ayrılmıştır. 475°C civarında bağlayıcı sisteminin tamamının yapıdan uzaklaştığı gözlenmiştir. K3 sistemi için, yapı içerisinde bulunan elemanların ergime sıcaklıklarına paralel olarak sırayla yapıdan uzaklaştığı söylenebilir. Bu durum enjeksiyon kalıplama için istenilen bir sonuçtur [German, 1990, Karataş, 1997]. K3 sistemine ait DTA eğrisi dikkate alınarak ısıl bağlayıcı giderme (ön sinterleme) döngüsü oluşturulmuştur (Bkz Şekil 5.1). Isıl bağlayıcı giderme (ön sinterleme) döngüsü (Bkz Şekil 5.1) incelendiğinde, döngünün altı adımdan oluştuğu

görülebilecektir. Isıtma hızı 3°C/dak. olarak belirlenmiştir. DTA ve TG eğrileri dikkate alınarak 250, 350, 400, 450, 500 ve 600°C olmak üzere 6 farklı sıcaklığa çıkılmıştır ve her kademe 1 saat beklenilmiştir. Bağlayıcı giderme işleminin kritik bir aşama olduğu bilinmektedir [Karataş ve Sarıtaş, 1998, Omar ve ark., 2003, Enneti ve ark., 2012]. Bağlayıcı giderme işleminin süresine bağlı olarak numunede meydana gelecek çekme ve büzülme miktarının değişim göstereceği belirtilmiştir [Omar ve ark., 2003, Sago, 2004]. İskelet bağlayıcı olarak kullanılan PP bu aşamada yapıdan uzaklaştırılmıştır. Isıl bağlayıcı giderme aşamasının devamında numuneler fırından çıkarılmadan sinterleme işlemi uygulanmıştır.

Uygulanan çözücü ve ısıl bağlayıcı döngülerinin etkisini numune üzerinde incelemek amacıyla iki farklı deneme yapılmıştır. Yapılan ilk denemede numune heptan içerisinde tutulmuş ve ısıl bağlayıcı giderme aşamasına maruz bırakılmadan doğrudan sinterleme işlemine tabii tutulmuştur. İkinci denemede ise farklı bir numune önce heptan içerisinde çözündürülmüş akabinde ise ısıl bağlayıcı çıkarma döngüsüne tabii tutulduktan sonra sinterlenmiştir. Resim 6.4'te bu iki deneyi gösteren resimler verilmiştir.



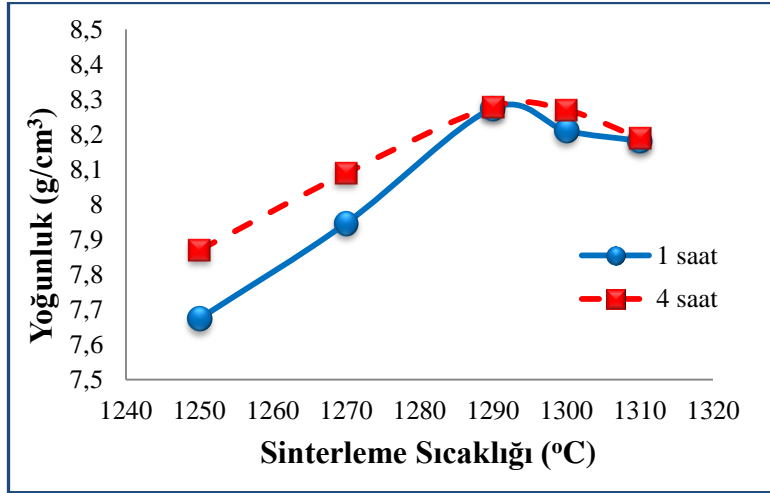
Resim 6.4. Bağlayıcı giderme işleminin numune üzerine etkisi

Resim 6.4'te verilen numune görüntüleri incelendiğinde ısıtıcı bağlayıcı giderme işlemi uygulanmamış numune de yüksek miktarda boyutsal çekme, çarpılma ve numune yüzeyinde çökmeler meydana geldiği görülebilecektir. Isıtıcı bağlayıcı giderme işlemi uygulanmış numuneye ait resimler incelendiğinde de görülmektedir ki numunede çekme diğer numuneye kıyasla daha az ve çarpılma yok. Elde edilen bu görüntülere göre uygulanan bağlayıcı giderme döngülerinin %65 INCONEL 625 tozu ve %35 K3 sistemi kullanılarak hazırlanan besleme stokları için uygun olduğu söylenebilir.

6.7. Yoğunluk ve % Boyutsal Çekme Değişimleri

Şekil 6.33'te sinterleme sıcaklığına bağlı olarak yoğunluk da meydana gelen değişimler verilmiştir. İlk aşamada iki farklı sinterleme süresinde (1 ve 4 saat), yüksek saflığa sahip argon gazı altında yapılan sinterleme işlemlerinde sinterleme sıcaklığındaki değişimin yoğunluğa ve boyutsal çekmeye etkisi incelenmiştir. Grafikte verilen değerler genel olarak incelendiğinde artan sinterleme sıcaklığına ve süresine paralel olarak yoğunlukta artış gözlenmiştir. Toz metal malzemelerin yoğunluğunda meydana gelen değişimlerin toz parçacık boyutu, presleme basıncı, sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi gibi birçok faktöre bağlı olarak değişim gösterdiği German tarafından rapor edilmiştir [German, 2007]. Döküm INCONEL 625 alaşımı için katılaşma sıcaklığının 1288°C olduğu, dövme INCONEL 625 alaşımı için katılaşma sıcaklığının 1290°C olduğu ve sinterleme sıcaklığının bu değerlerin biraz üstünde olması durumunda yeterli olacağı belirtilmiştir [Valencia ve ark., 1994]. Lal ve arkadaşları nikel esaslı malzemelerin mikro yapısal değişimleri üzerine yaptıkları bir çalışmada süpersolid sıvı faz sinterleme işleminden bahsetmişlerdir ve katılaşma sıcaklığı ile ergime sıcaklığı arasında yapılan sinterleme işlemi ile yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılacağını vurgulamışlardır (Lal ve ark., 2000).

Şekil 6.33'te verilen grafiklere bakıldığında en düşük yoğunluk değerinin 1250°C sıcaklıkta 1 saat süreyle sinterlenen numunelerde elde edildiği en yüksek yoğunluk değerlerinin ise 1290°C ve 1300°C sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde elde edildiği görülmektedir.

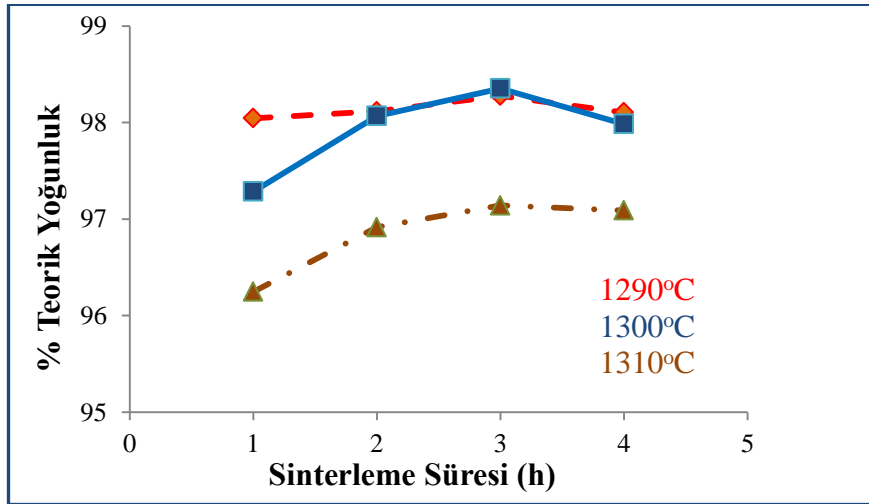


Şekil 6.33. Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak yoğunluk değişimi

1250°C sıcaklıkta teorik olarak yaklaşık % 90,9 yoğunluğa, 1290°C sıcaklıkta ise yaklaşık % 98 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Johnson ve arkadaşları toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle nikel esaslı metal tozlarını kalıplayarak mekanik özelliklerini ve korozyon dayanımlarını incelemişlerdir. Johnson ve arkadaşları yaptıkları çalışmada ortalama toz boyutu dağılımı (D_{50}) 9,7 μm olan INCONEL 625 tozu kullanmışlardır ve enjeksiyon kalıplanmış parçaları hidrojen atmosferinde 1290°C sıcaklıkta yarım saat sinterlemişlerdir. Sinterleme işlemi sonrası % 99,5 teorik yoğunluğa ulaşıldığını belirtmişlerdir [Johnson ve ark., 2004]. Ortalama toz tane boyutu (D_{50}) 11,1 μm olan INCONEL 625 tozu kullanılarak %62,5 toz yükleme oranına sahip parçalar enjeksiyon kalıplanarak vakum (10^{-4} Pa) altında 1285°C sıcaklıkta 2 saat süreyle sinterlenmiş ve % 99,18 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır [Gulsoy ve ark., 2011]. Sinterleme işleminde toz tane boyutunun yüzey enerjisine ve buna bağlı olarak sinterleme işlemi esnasındaki itici güce etki ettiği bilinmektedir. Toz tane boyutu azaldıkça yüzey enerjisi artmakta ve bu durumla paralel olarak daha kısa zamanda yüksek yoğunluk değerleri elde edildiği belirtilmiştir [German, 2005, German, 2007]. Julien yaptığı çalışmada düşük basınçlı enjeksiyon kalıplama işlemi uygulayarak ortalama toz tane boyutu (D_{50}) 12,5 μm olan INCONEL 625 tozunu kalıplayarak %5 H_2 – Ar atmosferinde 1235°C sıcaklıkta sinterlemiştir ve yaklaşık % 96 teorik yoğunluğa ulaşmıştır. Yapılan çalışmada kullanılan INCONEL 625 tozunun ortalama boyutu 12,86 μm 'dir ve sinterleme ortamı olarak yüksek saflığa

sahip argon gazı tercih edilmiştir. Elde edilen yoğunluk değerleri daha önce yapılan çalışmalar ile mukayese edilebilir orandadır. Teorik yoğunluk değerlerinin (%98) yapılmış bazı çalışmalardan kısmen düşük olmasının nedeninin toz boyutu ve sinterleme şartlarına bağlı olduğu düşünülmektedir. 1290 ve 1300°C de elde edilen yoğunluk değerlerinin tam yoğunluğa yakın olduğu söylenebilir.

1290, 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri ile diğer sinterleme sıcaklıklarına kıyasla daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Sinterleme süresinin yoğunluğa etkisini incelemek amacıyla en yüksek yoğunluk değerlerinin elde edildiği sinterleme sıcaklıkların da farklı sürelerde sinterleme işlemleri yapılmıştır. Elde edilen yoğunluk değişimleri Şekil 6.34'te verilmiştir.



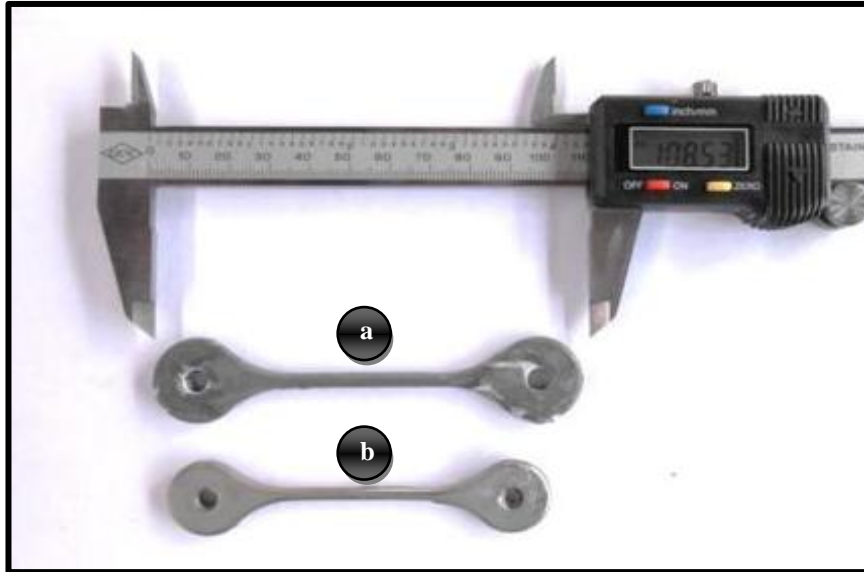
Şekil 6.34. Sinterleme süresine bağlı olarak yoğunluk değişimi

Şekil 6.34'te 1290, 1300 ve 1310°C de sinterlemiş numunelerin yoğunluklarında sinterleme süresine bağlı olarak meydana gelen değişimler görülmektedir. Grafiklere bakılarak artan sinterleme süresine bağlı olarak yoğunlukta artış meydana geldiği söylenebilir. En yüksek yoğunluk değerleri üç sinterleme sıcaklığı içinde 3 saat süreyle yapılan sinterleme işlemlerinde elde edilmiştir. 1290 ve 1300°C de bütün sinterleme süreleri için genel olarak teorik yoğunluk bakımından % 97'nin üzerinde değerler elde edilmiştir. Ulaşılan yoğunluk değerleri bakımından sinterleme süresine bağlı olarak kısmen bir artış olsa da aralarında çok büyük farklar olmadığı gözlenmiştir. Valencia ve arkadaşları toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmiş

INCONEL 625 alařımını hidrojen atmosferinde farklı sıcaklıklarda (1288-1298°C) ve farklı sürelerde (24, 30, 60 dak.) sinterlemiřlerdir. Sinterleme iřlemi sonrası elde edilen yoęunluk sonularına gre yksek yoęunluk deęerlerine ulařmak iin uzun süreler fırın ierisinde bekletmeye gerek olmadıęını rapor etmiřlerdir [Valencia ve ark., 1994]. zgn ve arkadařları yaptıkları bir alıřmada 1280°C sıcaklıkta 1 saat ve 3 saat sreyle sinterleme iřlemi yapmıřlardır. 1 saat sinterlenmiř numunede %97,2 teorik yoęunluęa, 3 saat sinterlenmiř numunede ise %97,4 teorik yoęunluęa ulařtıklarını belirtmiřlerdir. Sinterleme sresine baęlı olarak yoęunlukta kısmen de olsa bir artıř olduęunu vurgulamıřlardır [zgn ve ark., 2013]. Belirtilen bu sonulara ve elde edilen yoęunluk deęerlerine gre, zaman ve enerji tasarrufu aısından 1-3 saat aralıęında yapılacak sinterleme iřlemlerinin maksimuma yakın yoęunluk deęerine ulařmak iin yeterli olacaęı sylenebilir.

Sinterleme sresi sabit (1 ve 4 saat) tutularak yapılan iřlemlerde artan sinterleme sıcaklıęına baęlı olarak numune boyutunda meydana gelen klme miktarının arttıęı tespit edilmiřtir. Sinterleme sıcaklıęındaki artıřa baęlı olarak yoęunlukta artıř meydana geldięi bilinmektedir, yoęunluęun artması ile birlikte malzeme ierisinde bulunan gzeneklerin kapandıęı ve gzeneklerin kapanmasına paralel olarak numunede ekme ve bzlmelerin meydana geldięi dřnlmektedir. Simchi, nikel esaslı sper alařım INCONEL 625'in sinterlenmesi sırasında mikro yapısal deęiřimler zerine yaptıęı bir alıřmada dilatometre lmleri sonucunda ortalama ekmenin 1200°C sıcaklıkta maksimum ekmenin ise 1294°C sıcaklıkta meydana geldięini rapor etmiřtir [Simchi, 2006]. zgn ve arkadařları INCONEL 625 alařımına dilatometre testi uygulamıřlardır. Yapılan test sonrası dilatometre eęrisine gre bzlmenin 1190°C'de bařlayıp 1305°C'ye kadar devam ettięini, en yksek bzlmenin 1300°C sıcaklıkta meydana geldięini sylemiřlerdir ve yoęunluk artıřına baęlı olarak gzenek miktarının azaldıęını belirtmiřtir [zgn ve ark., 2013]. Yksek saflıkta argon atmosferi kullanılarak yapılan sinterleme iřlemlerinde maksimum boyutsal bzlme oranı 1290, 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda grlmřtir. En dřk boyutsal bzlme (yaklařık %9) ise 1250°C de yapılan sinterleme iřleminde meydana gelmiřtir. Boyutsal bzlmenin dřk olması yoęunluk deęeri ile rtřmektedir.

En yüksek yoğunluk değerlerinin elde edildiği 1290,1300 ve 1310°C sıcaklıkta süreye bağlı olarak (1, 2, 3, 4 saat) boyutsal büzülme incelenmiştir. Genel olarak sinterleme süresi artırkça boyutsal büzülmede kısmi bir artış olduğu tespit edilmiştir. Fakat her üç sinterleme sıcaklığında da (1290,1300 ve 1310°C) boyutsal büzülme oranı %10-14 arasında değişiklik göstermiştir. Enjeksiyon kalıplama işleminde nihai ürün bakımından net şekle yakın parça arzu edilmektedir, bu bakımdan boyutsal küçülmenin çok fazla olması tercih edilen bir durum değildir. Üretilen numunelerin yoğunlukları ve diğer parametreleri göze alındığında boyutsal büzülme (%10-13) bakımından sinterleme süresinin 1-3 saat aralığında olmasının uygun olduğu düşünülmektedir. Belirtilen zaman aralığı yoğunluk değerleri ile de örtüşmektedir. Resim 6.5'te kalıplanmış %65 INCONEL 625 tozu ve %35 K3 içeren ham ve sinterlenmiş çekme numunesine ait görüntüler verilmiştir.

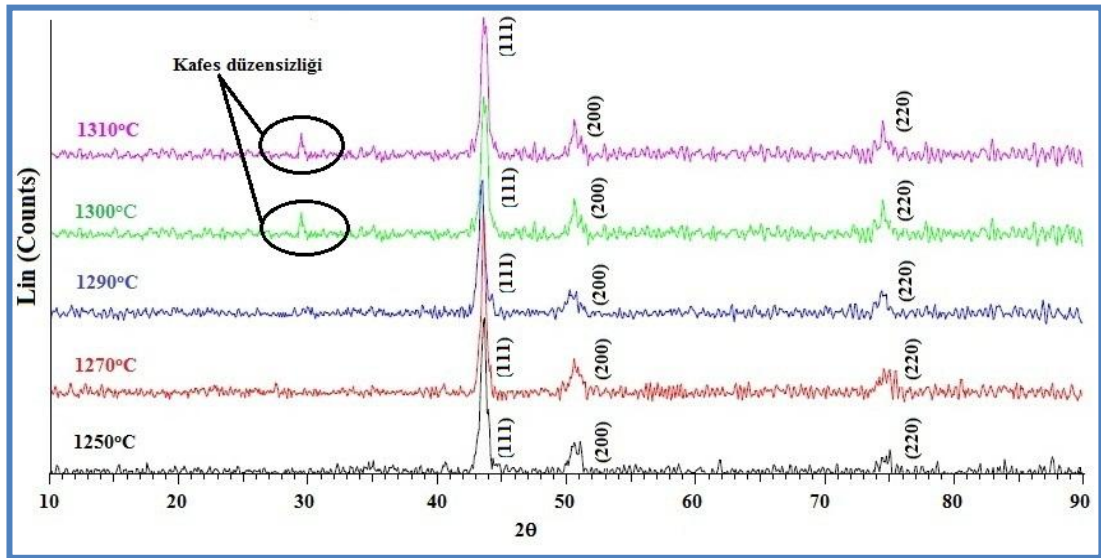


Resim 6.5. TEK çekme numunesi;
a)Kalıplanmış (ham)
b) Sinterlenmiş

6.8. X – Işınları Dağılımı Analizi (XRD)

Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelere ait XRD analiz sonuçları Şekil 6.35'te verilmiştir. Bütün sinterleme sıcaklıklarında en yüksek pik değeri (tepe noktası) 2θ tarama bölgesinde 40-50° tarama aralığında görülmüştür. Elde edilen tepkime

piklerinin oluşma aralığı literatürde INCONEL 625 alaşımı üzerine yapılmış bazı çalışmalar ile örtüşmektedir. Rai ve arkadaşları X-ışınları kırınımı (XRD) yöntemi kullanarak INCONEL 625 alaşımının kafes parametrelerini hesaplamış ve mikro yapısal karakteri üzerine çeşitli yorumlar yapmışlardır. Rai ve arkadaşları INCONEL 625 alaşımına çeşitli şartlarda ısıl işlem uygulayarak yapı içerisinde oluşabilecek çeşitli fazları analiz etmiş ve XRD analizleri sonucunda en yüksek tepkime noktasının (111) düzlemi olduğunu belirtmişlerdir [Rai ve ark., 2004]. Elde ettikleri piklerin tarama aralıkları ve açıları bizim çalışmalarımızda elde ettiğimiz sonuçlar ile paralellik sergilemektedir. Dinda ve arkadaşları INCONEL 625 süperalaşımı üzerine yaptıkları bir çalışmada XRD sonuçlarını değerlendirmişler ve farklı sıcaklıklarda (800, 1000, 1100, 1200°C) oluşan pikleri mukayese etmişlerdir. Araştırmacılar yaptıkları bu çalışmada bütün sıcaklık değerleri için en yüksek tepkime pikini 40-50° tarama bölgesinde elde etmişler ve bölgenin (111) bitişik kafes düzlemi olduğunu nikel matrisli alaşımlar içerisinde bu bitişik düzlemde (111) sadece γ - Ni (YMK) yapının görüleceğini belirtmişlerdir [Dinda ve ark., 2009].



Şekil 6.35. Sinterlenmiş numunelere ait XRD görüntüleri

Yapılan çalışmada bütün sinterleme sıcaklıklarında (1250, 1270, 1290, 1300, 1310°C) 40-50° tarama bölgesinde literatürde verilen benzer çalışmalara yakın tepkime pikleri elde edilmiştir ve elde edilen tepki pikleri mukayese edildiğinde en yüksek tepkime noktasının (111) bitişik düzlemi olduğu kabul edilmiştir ve bu

durumun nikel esaslı YMK yapıya sahip malzemelerin genel karakteri olduğu bilinmektedir. 1250, 1270 ve 1290°C sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelere ait XRD görüntüleri incelendiğinde genel olarak bir fark göze çarpmamaktadır fakat 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemine ait numuneler incelendiğinde farklı tepkime bölgeleri olduğu fark edilmiştir. Şekil 6.35'te verilen XRD örgüleri incelendiğinde sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak tepkime piklerinde meydana gelen değişimler daha net fark edilmektedir.

Dinda ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Ni matris içerisinde γ' (Ni₃Al), γ'' (Ni₃Nb) ve δ (Ni₃Nb) gibi bazı intermetalik fazların yüksek sıcaklıklarda çökelmiş olabileceğini belirtmişlerdir. Ancak bu çökeltilerin doğası gereği çok ince olması sebebiyle tespit edilemediği ve uzun süreli tavlama ve çökelti irileşmesi olmadan XRD taramasının bu fazları tespit edemeyeceğini vurgulamışlardır. Aynı çalışma içerisinde γ -matrisin XRD taramasına göre kafes parametreleri hesaplanarak çökeltilerin doğası dolaylı olarak belirlenmiştir [Dinda ve ark., 2009]. Rai ve arkadaşları da matris içerisinde oluşabilecek çökelti fazlarını XRD pikleri ile elde etmenin zor olduğunu ve γ -matrisin kafes parametresi içerisindeki değişiklikler ile çökeltilerin varlığının tespit edilebileceğini rapor etmişlerdir [Rai ve ark., 2004]. XRD piklerini gösteren şekiller (Şekil 6.35) genel olarak incelendiğinde oluşabilecek fazların ya da bileşiklerin varlığını tespit etmek zor bir varsayım olarak değerlendirilebilir.

Matris yapısı üzerinde oluşabilecek fazların ya da bileşiklerin varlığını tespit etmek amacıyla farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerin XRD değerlerinden yararlanılarak kafes parametreleri hesaplanmıştır.

Sinterlenmiş numunelerin kafes parametreleri XRD sonuçlarına göre elde edilen (111) bitişik düzlemlerden yararlanılarak Eş. 6.3 yardımıyla bulunmuştur.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (6.3)$$

Kafes parametresinin birim hücrenin boyutunu ve şeklini tarif ettiği bilinmektedir. Kübik kristal sistemlerde kübün bir kenarının uzunluğunun hücreyi tamamen

belirlemek için yeterli olacağı belirtilmiştir (Kübik sistem = $a_1:a_2:a_3 = hkl$) ve genellikle kafes parametresinin birimi angström cinsinden ifade edilmiştir [Askeland, 1998]. Eş. 6.3 kullanılarak hesaplanan kafes parametreleri Çizelge 6.4'te verilmiştir.

Çizelge 6.4. Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak kafes parametresi değişimi

Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kafes Parametresi (Å)
1250	3,588
1270	3,590
1290	3,592
1300	3,621
1310	3,628

Çizelge 6.4'te verilen kafes parametresi değerleri incelendiğinde artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak kafes parametrelerinde bir artış olduğu gözlenmektedir. Hernandez ve arkadaşları Elektron Bombardıman Ergime (EBM) (yaklaşık 1336°C sıcaklıkta) yöntemiyle ortalama toz boyutu 22 μm olan INCONEL 625 tozunu katı parçacığa dönüştürmüşlerdir ve XRD analizi yapmışlardır. XRD sonuçlarına göre (111) bitişik düzlemi için NiCr matrisin kafes parametresini 3,59 Å olarak vermişlerdir. Uygulanan yonteme bağlı olarak γ'' Ni₃Nb gibi çökeltilerin oluşabileceğini oluşan bu çökeltilerin kafes düzeninde ve parametresinde değişikliğe neden olduğunu (hacim merkezli tetragonal: $a=3,62$ Å, $c=7,41$ Å) belirtmişlerdir [Hernandez ve ark., 2012]. Çizelge 6.4'te verilen değerlere bakıldığında kafes parametresinde 1290°C sıcaklıkta sinterlenen numunelere kadar sistemli bir artış devam etmekte, 1300 ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerde ise yüksek bir artış gözlenmektedir. Şekil 6.35'te verilen XRD tepkime pikleri incelendiğinde 1300 ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerde diğer piklere kıyasla bir farklılık gözlenmektedir ve kafes düzensizliği olduğu düşünülmektedir. Rai ve arkadaşları tarafından INCONEL 625 alaşımının kafes parametreleri üzerine yapılan bir çalışmada uygulanan ısı işlemin türüne göre matris yapı içerisinde çeşitli fazların çökelebileceğini ve bu çökelen fazların kafes parametresinde değişikliğe neden olabileceği vurgulanmıştır. Aynı çalışma içerisinde yaşlandırma işlemi ve çeşitli ısı işlemler uygulanmış INCONEL 625 alaşımının kafes parametresinin 3,5989-3,6089 Å aralığında değiştiği görülmüştür [Rai ve ark., 2004]. Yapılan çalışmalar içerisinde

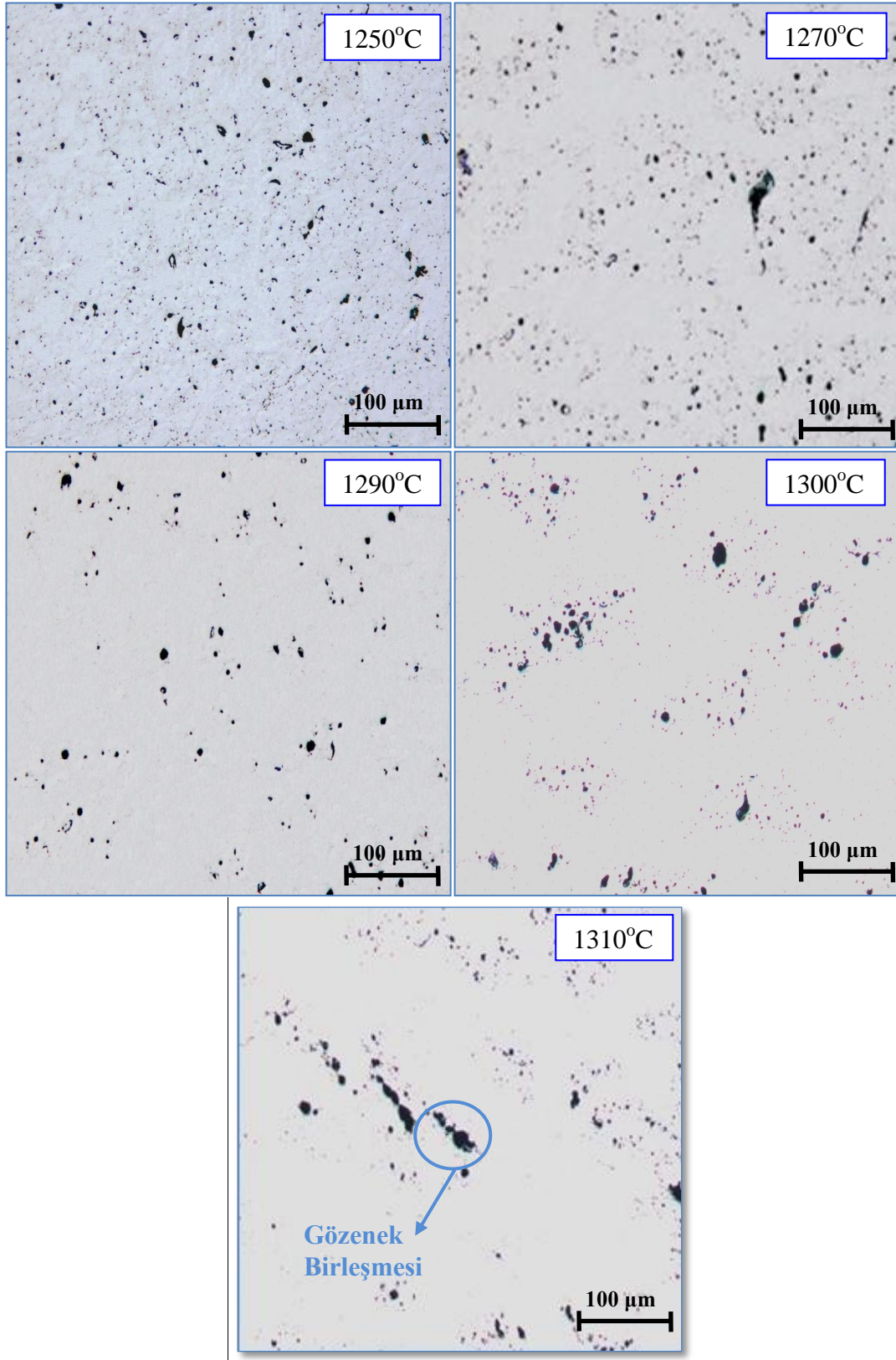
ise deęişen sinterleme sıcaklıklarına (1250-1310°C) göre kafes parametrelerinde meydana gelen deęişim 3,583-3,628 Å aralığında tespit edilmiştir ve bu deęerler dięer alıřmalar ile paralellik sergilemektedir. Kafes parametresinde meydana gelen deęişimlerin kafes düzenini etkiledięi düşünölmektedir. Isıl řartlara baęlı olarak oluşabilecek kafes düzensizliklerinin dolaylı olarak malzeme özelliklerine etki edeceęi bilinmektedir [Pyczak ve ark., 2004]. řekil 6.35'te verilen XRD pikleri incelendiğinde 1300 ve 1310°C de sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde yaklaşık 30° tarama bölgesinde dięer sinterleme sıcaklıklarına kıyasla farklı tepkime pikleri oluştuęu görölmektedir. Bu sıcaklık deęerlerinde görölen farklı tepkime pikleri kafes parametresi deęerlerinde bir artış olması ile de paralellik göstermektedir. XRD analizlerinden elde edilen farklı tepkime pikleri ve kafes parametresi deęişimleri 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri ile matris yapının kafes düzeninde bir deęişiklik olduęu düşünölmektedir. Shankar ve arkadaşları atomizasyonla üretilmiş INCONEL 625 alařım tozu içerisinde δ (Ni₃Nb) fazı olmamasına raęmen ısıl işleme maruz kalmış ve sinterlenmiş numunelerde δ (delta) fazı oluşabileceęini belirtmişlerdir ve delta fazının aşırı doymuş katı çözeltide 750°C üzerindeki sıcaklıklarda yapılan işlemlerde oluştuęunu belirtmişlerdir [Shankar ve ark., 2001]. Özgün ve arkadaşları yaptıkları alıřmada alařım INCONEL 625 numuneleri 1300°C sıcaklıkta 3 saat süreyle sinterlediklerini ve fırından ıkarılmadan 10°C/dak. hızla soęumaya bıraktıklarını belirtmişlerdir. Yaptıkları işlem ile yavaş soęuyan malzemede Shankar ve arkadaşlarının bahsettięi gibi δ fazının oluştuęunu ve bu fazın 750°C üzerindeki sinterleme işleminde yeterince süre tanınmış olması sebebiyle sinterleme işleminin akabinde uygulanan soęuma işlemi ile olduęunu belirtmişlerdir [Özgün ve ark., 2013]. Yapılan deneysel alıřmada ise Shankar ve Özgün' ün belirttięi gibi 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda sinterlenmiş numuneler fırın içerisinden ıkarılmadan 10°C/dak. hızla soęumaya bırakılmıştır. Soęuma işlemi sonucu yapı içerisinde çeřitli fazların ve karbürlerin oluşmuş olabileceęi düşünölmektedir. Elde edilen XRD pikleri ve kafes parametresi deęerleri bu düşünöneyi destekler niteliktedir. XRD analizlerinde elde edilen tepkime pikleri yukarda vurgu yapılan literatür bilgileri ile örtüşmektedir.

6.9. Mikroyapısal Değerlendirmeler

6.9.1. Optik mikroskop incelemeleri

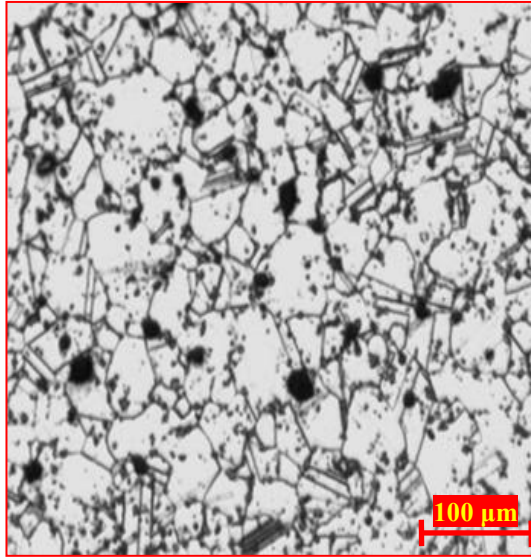
Şekil 6.36'da farklı sıcaklıklarda (1250, 1270, 1290, 1300 ve 1310°C) ve sabit sürede (1 saat) sinterlenmiş numunelere ait gözenek dağılımları görülmektedir. Şekil 6.36'da verilen resimler incelendiğinde sinterleme sıcaklığına bağlı olarak gözenek miktarında meydana gelen azalma açıkça görülebilir. 1250°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde %90 teorik yoğunluk, 1290 ve 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde ise %98 teorik yoğunluk elde edilmiştir. Elde edilen yoğunluk değerleri Şekil 6.36'da verilen gözenek dağılımları ve miktarları ile paralellik sergilemektedir.

Geleneksel toz metalurjisi yöntemi ile yapılan üretimlerde toz ve kalıp arasındaki sürtünmeden dolayı, kalıpta sıkıştırılmış tozda yoğunluk farklılıklarının oluşabileceği ve bu durumun, homojen ve daha düşük basınç uygulayan toz enjeksiyon kalıplamada görülmeyeceği belirtilmiştir. Ayrıca, TEK de ham kütlede çok az yoğunluk farklılıkları oluşacağı ve yapıda bir bozulma olmadan tam yoğunluğa kadar sinterlenebileceği bildirilmiştir [German, 2007]. Buna göre toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilen parçalar da geleneksel toz metalurjisi ile üretilen parçalardan daha yoğun yapılar elde edilebilir. Özgün ve arkadaşları INCONEL 625 üzerine yaptıkları çalışmada toz enjeksiyon kalıplama ile üretilmiş parçalarda yapı içinde kalan az miktardaki gözeneklerin küçük ve küresel şekilli olup birbirleriyle bağlantılı olmadığını belirtmişlerdir [Özgün ve ark., 2013]. Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilen parçalarda gözenek morfolojisinin küresel şekilde olmasının mukavemet açısından arzu edilen bir durum olduğu rapor edilmiştir [German, 2007]. Gözeneklerin bu şekilde birbiriyle bağlantılı olmayan küresel şekilli gözenekler şeklinde kalması TEK yönteminin sunduğu avantajlardan biri olarak zikredilmektedir [Vervoort ve ark., 1996, Özgün ve ark., 2013]. Şekil 6.36'da verilen farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelere ait görüntüler incelendiğinde yukarıdaki açıklamalara paralel olarak gözenek yapılarının genellikle küresel olduğu ve gözeneklerin birbirleriyle bağlantılı olmadıkları görülmektedir.



Şekil 6.36. Sinterleme işlemi sonrası parlatılmış INCONEL 625 numunelerin optik mikroskop görüntüleri

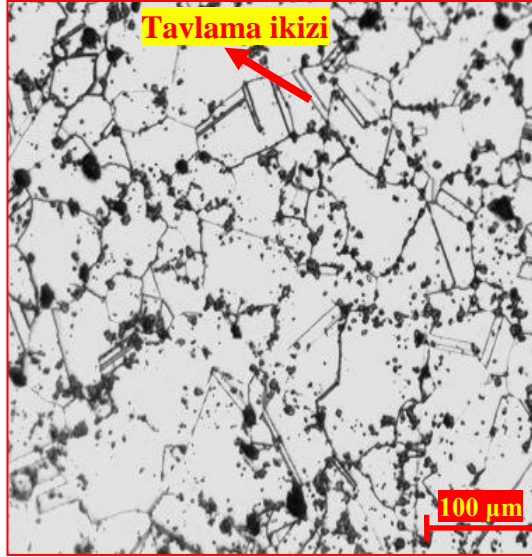
1290°C sıcaklığa kadar yapılan sinterleme işlemlerine göre malzeme yapısında bulunan gözeneklerin birbirlerinden bağımsız ve mevcut gözenek boyutlarının küçük olduğu söylenebilir. Fakat 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde oluşan gözenek boyutları diğer sinterleme sıcaklıklarına göre daha büyük ve gözeneklerde bölgesel olarak birleşmelere rastlanmaktadır. Gözenek boyutundaki artışın sebebinin malzemenin ergime sıcaklığına yaklaştıkça tane boyutundaki değişimden kaynaklandığı düşünülmektedir. Sıcaklık artışı ile birlikte tane büyümesi meydana gelmiş, küçük ve küresel şekilli gözenekler kaybolurken bir birine yakın ve temas halindeki bazı gözeneklerin birleştiği düşünülmektedir. Farklı sinterleme sıcaklıklarına ait tane yapısı görüntüleri Şekil 6.37-6.41’de verilmiştir. Numunelerin sahip oldukları gözenek miktarı elde edilen yoğunluk değerleri ile örtüşmektedir.



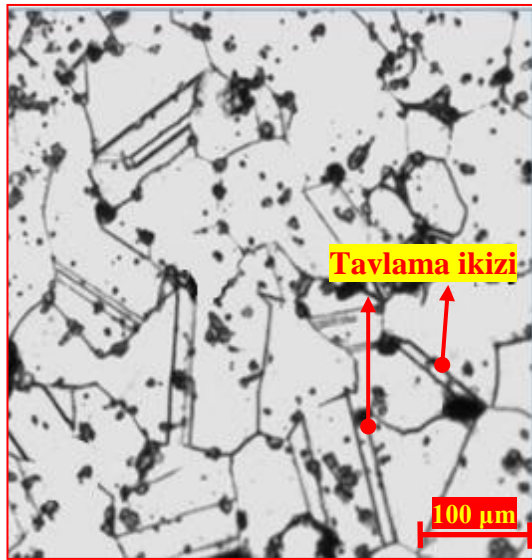
Şekil 6.37. 1250°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü

Şekil 6.37 ve 6.38’de verilen mikroyapı görüntülerine göre, 1250°C ve 1270°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde elde edilen tane yapısı şeklinin ve boyutunun kısmen birbirine yakın olduğu söylenebilir. 1250°C sıcaklıkta yapılan işlemlerde elde edilen gözeneklilik 1270°C sıcaklıkta yapılan işlemlere kıyasla daha fazladır. Bu durum elde edilen yoğunluk değerlerini de etkilemektedir. 1250°C sıcaklıkta ortalama %92 teorik yoğunluk elde edilirken 1270°C de %95 teorik yoğunluk elde

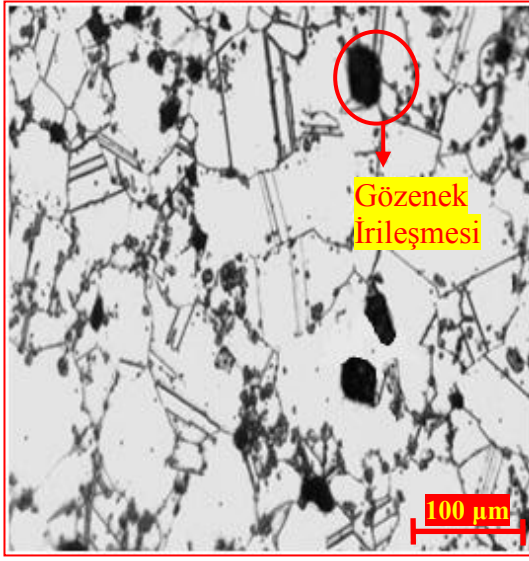
edilmiştir (1 ve 4 saat sinterleme sürelerinde). Her iki sinterleme sıcaklığı da hacimce %65 INCONEL 625 toz ve %35 K3 sistemi ile hazırlanan besleme stoğunun solidüs sıcaklığının altındadır (yaklaşık 1288°C).



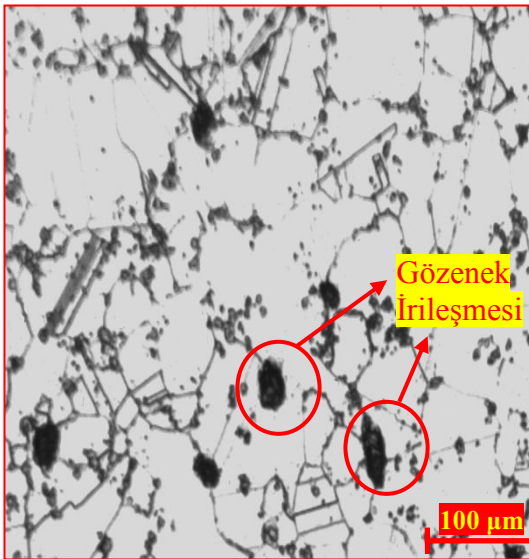
Şekil 6.38. 1270°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü



Şekil 6.39. 1290°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü



Şekil 6.40. 1300°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü



Şekil 6.41. 1310°C de sinterlenmiş numuneye ait mikroyapı görüntüsü

1250 ve 1270°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde gözenekliliğin fazla olması ve bu duruma paralel olarak yoğunluğun düşük olması, belirtilen sıcaklıkların %65 INCONEL 625 ve %35 K3 sistemine sahip besleme stokları kullanılarak kalıplanmış numunelerin sinterlenmesi için yeterli olmadığı söylenebilir. Özgün ve arkadaşları tarafından INCONEL 625 alaşımı üzerine yapılan çalışmalarda 1300°C sıcaklıkta 3 saat süreyle yapılan sinterleme işlemlerinde numunelerde hiç gözenek bulunmayan tam sinterlenmiş bölgelerin bulunduğu rapor edilmiştir. Aynı çalışmada

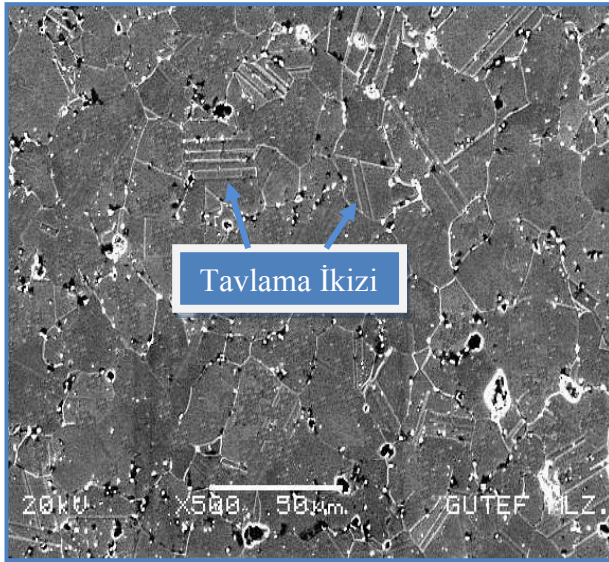
tam sinterlenmiş bölgelerin bulunmasının sebebinin 1300°C yapılan işlemlerde süpersolidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasının aktif olmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır [Özgün ve ark., 2013]. Deneysel çalışmalarda ise 1290, 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde tam sinterlenmiş bölgelere rastlanmaktadır. Bu bölgelerin oluşumunun süpersolidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasının aktif olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Süpersolidüs sıvı faz sinterleme işleminin klasik sıvı faz sinterleme işleminden farklı olarak elementel tozların karışımı ile başladığı ve bu işlem sırasında katı-sıvı sıcaklık aralığında 2 faz içinde ısıtma yapılarak yoğunlaşma elde edildiği belirtilmiştir [Liu ve ark., 1999, Lal ve ark., 2000]. Sinterleme işlemi sonrası yapılan incelemelerde sinterleme işlemi ile birlikte yapıda yüksek miktarda tavlama ikizi oluştuğu görülmüştür. Çeşitli işlemlere maruz kalmış nikel esaslı süper alaşımların tane sınırlarına yakın bölgelerde çok sayıda tavlama ikizi oluşabileceği bilinmektedir [Medeiros ve ark. 2000, Murr ve ark. 2011]. Şekil 6.37-6.41’de verilen resimler incelendiğinde artan sıcaklığa paralel olarak tane boyutunda bir artış olduğu görülmüştür. Toz metal malzemelerin sinterlenmesi işleminde tane boyutunun artan sinterleme sıcaklığı ile birlikte arttığı bilinmektedir [German, 2007]. Valencia ve arkadaşları toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş 1288-1298°C sıcaklık aralığında çeşitli sürelerde sinterlenmiş INCONEL 625 alaşımının tane boyutunu enine yönde ölçmüşlerdir ve 20-175 mikron aralığında tane büyüklüğü değerleri elde etmişlerdir [Valencia ve ark., 1994]. Toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş INCONEL 625 alaşımının 1290°C’de hidrojen atmosferinde sinterlenmesi neticesinde ortalama tane boyutu yaklaşık 90 mikron olarak rapor edilmiştir [Johnson ve ark., 2004]. Deneysel çalışmalarda ise 1250-1310°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile yapılan sinterleme işlemlerinde ortalama tane boyutunun 30-100 mikron aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Elde edilen bu değerler benzer çalışmalar ile paralellik göstermektedir.

6.9.2. SEM ve EDX incelemeleri

Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak mikroyapısal değişimler Şekil 6.37-6.41’de verilmiştir. Elde edilen yoğunluk değişimleri, gözeneklilik, XRD piklerinin ve mikro yapısal görüntülerin sonuçlarına paralel olarak en yüksek yoğunluk değerlerine 1290

ve 1300°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde ulaşılmıştır. %65 INCONEL 625 ve %35 K3 sistemine ait besleme stokunun solidüs sıcaklığının 1288°C olduğu göz önüne alındığında bu sıcaklık değerinin altında yapılan sinterleme işlemlerinin tam yoğunluğa ulaşmak için yeterli olmadığı düşünülmektedir. 1250 ve 1270°C sıcaklıkta elde edilen yoğunluk değerleri ve gözeneklilik miktarları birbirini destekler niteliktedir. Belirtilen sıcaklık değerlerinin sinterleme işlemi için yeterli olmadığı düşünülerek SEM ve EDX incelemelerine gerek duyulmamıştır. Oluşabilecek yeni fazları tespit etmek sıcaklık farkından kaynaklanabilecek değişimleri görebilmek için 1290, 1300 ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerin SEM görüntüleri incelenmiş ve EDX analizleri değerlendirilmiştir.

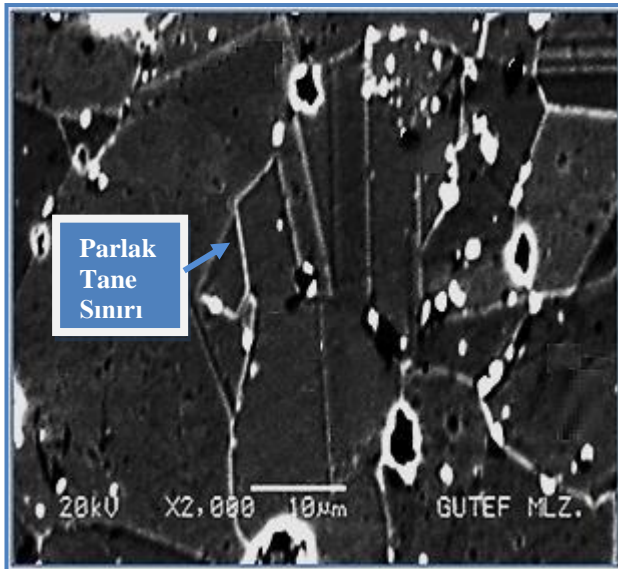
Şekil 6.42'de 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 6.42'de verilen SEM görüntüsü incelendiğinde genel olarak tanelerin zaman zaman keskin köşeli ancak genelde eş eksenli olduğu ve çok fazla sayıda bulunan tavlama ikizlerinin net bir şekilde görüldüğü söylenebilir.



Şekil 6.42. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü

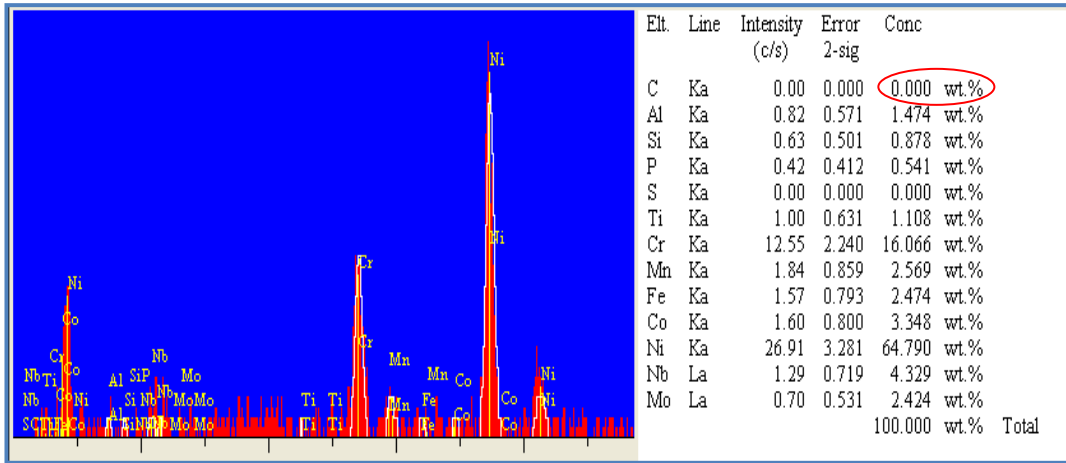
%65 INCONEL 625 ve %35 K3 sistemi kullanılarak hazırlanan besleme stoklarının DTA ve TGA analizleri sonucunda solidüs sıcaklığının yaklaşık 1288°C olduğu, likidüs sıcaklığının ise yaklaşık 1335°C olduğu tespit edilmiştir. Sinterleme işlemlerinin solidüs-liküdüs sıcaklık aralığında yapıldığında süpersolidüs sıvı faz

sinterleme sisteminin aktif olacağı çeşitli çalışmalarda daha önce belirtilmiştir [Lal ve ark. 2000, Özgün ve ark. 2013]. Süpersolidüs sıvı faz sinterleme işleminin klasik sıvı faz sinterleme işleminden farklı olarak elementel tozların karışımı ile başladığı ve bu işlem sırasında katı-sıvı sıcaklık aralığında 2 faz içinde ısıtma yapılarak yoğunlaşma elde edildiği bilinmektedir [Lal ve ark. 2000]. Özgün ve arkadaşları 1300°C sinterleme sıcaklığında INCONEL 625 alaşımı üzerine yaptıkları çalışmada tane sınırlarında parlak açık renkte görünen yapıların oluştuğunu ve bu yapıların süper solidüs sıvı faz sinterleme sisteminin aktif olması ile oluşacağını belirtmişlerdir. Şekil 6.43'te 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait yüksek büyütme (X 2000) oranında alınmış SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 6.43'te verilen görüntü incelendiğinde tane sınırlarında parlak renkte yapıların oluştuğu görülmektedir. Tane sınırlarında oluşan bu yapıların Lal ve Özgün'ün belirttiği gibi sinterlenme sırasında süpersolidüs sıvı faz sinterlenme mekanizmasının aktif olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Süpersolidüs sıvı faz sinterleme mekanizmasının aktif olmasının malzeme yoğunlaşmasına etkili olduğu bilinmektedir. Bu durum 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerden elde edilen yoğunluk (%98) değerlerini destekler mahiyettedir.



Şekil 6.43. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü (X 2000)

Nikel esaslı süperalaşım INCONEL 625'in malzeme içeriğinde bulunan ağırlıkça %20-23 Cr, %8-10 Mo ve %3,15-4,15 Nb elementleri ile katı çözeltili mukavetlendirilmiş bir alaşım olduğu çeşitli çalışmalarda belirtilmiştir [Shankar ve ark., 2001, Mittra ve ark., 2003, Guo ve ark., 2011]. Yapılan çalışmada sinterleme sonrası oluşabilecek çeşitli fazları ve yapı içerisinde varlığını sürdüren elementlerin durumlarını incelemek amacıyla farklı bölgelerden SEM görüntüleri alınmıştır ve bu SEM görüntüleri üzerinden EDX analizleri yapılmıştır. Şekil 6.43'te tane sınırlarının ve tavlama ikizlerinin belli olduğu bir bölgeden alınmış SEM görüntüsü verilmiştir. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait Şekil 6.43'te verilen SEM görüntüsü üzerinden genel EDX analizleri yapılmıştır. EDX analizleri sonucu elde edilen değerler Şekil 6.44'te verilmiştir. Şekil 6.44'te verilen EDX değerleri incelendiğinde alaşım INCONEL 625 içerisinde bulunan elementlerin varlığını sürdürdüğü söylenebilir.

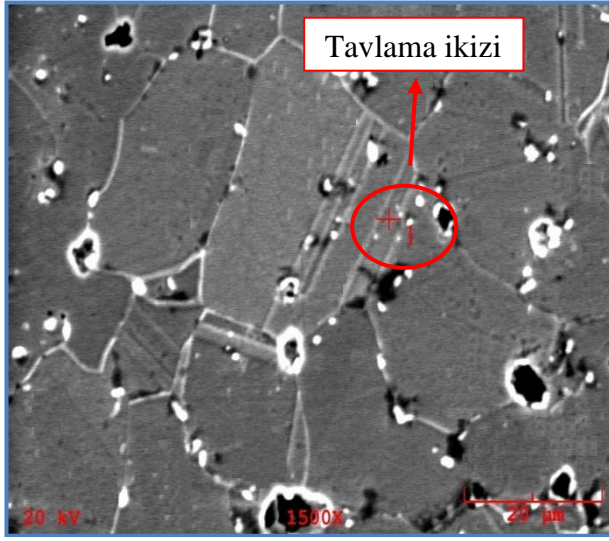


Şekil 6.44. 1290°C sinterlenmiş numuneye ait genel EDX analizi

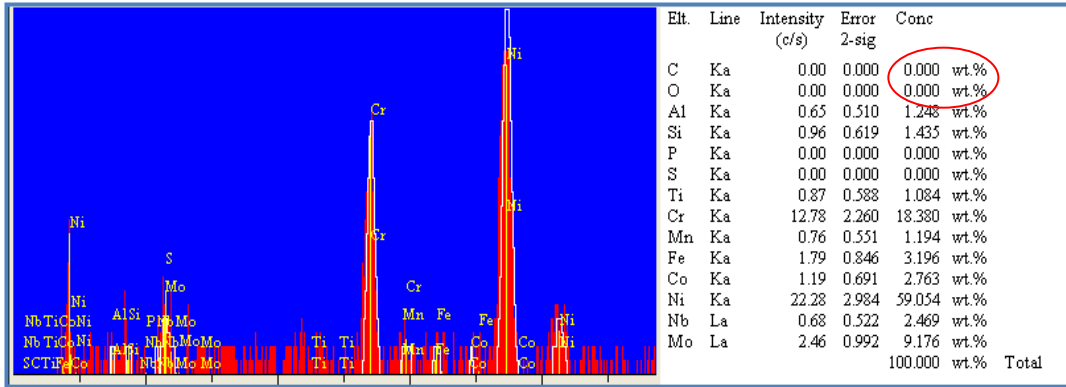
Başlangıç tozu (INCONEL 625) içerisinde maksimum %0,10 oranında C elementinin olduğu bilinmektedir (Bkz. Çizelge 5.1). Fakat yapılan EDX analizi içerisinde C elementine rastlanmamıştır. Yapı içerisinde C elementinin tespit edilememesinin iki sebebi olduğu düşünülmektedir. Birinci sebebi miktarının çok düşük oranlarda olması ve elementel olarak cihazın algılama kapasitesinin dışında kalması, ikincisi ise bu tip alaşımlar da çeşitli ısıl işlemler sonucu oluşabilecek karbürlerin oluşması için gerekli şartların sağlanamamış olması. Nikel esaslı

süperalaşım INCONEL 625' in, 550-980°C sıcaklık aralığında yaşlandırma ısıl işlemi sırasında karbürler ve intermetalik fazların çökmesi ile katı çözeltiler sertleşebilir bir malzeme olarak tasarlandığı bilinmektedir [Mathew ve ark., 2008, Guo ve ark., 2011]. Farklı bir çalışmada ise alaşım 625 in genellikle yaşlandırma ile sertleştirilebilir bir alaşım olarak kabul edilmediği çünkü yapısı içerisinde bulunan Al ve Ti elementlerinin çok düşük oranlarda olduğu rapor edilmiştir [Ferrer ve ark., 1991]. Türker ve arkadaşları INCONEL 625 alaşımını farklı sıcaklıklarda (1260, 1280 ve 1300°C) vakum atmosferinde sinterlemişler ve herhangi bir çökelti faza rastlamadıklarını belirtmişlerdir [Türker ve ark., 2005]. Yapılan farklı bir çalışmada INCONEL 625 alaşımını içerisinde 760-980°C sıcaklık aralığında $M_{23}C_6$, M_6C ve MC tipi çökeltilerin meydana gelebileceği rapor edilmiştir [Shankar ve ark., 2001]. Aynı çalışma içerisinde başlangıç MC karbürlerin çözeltiler tavlama sırasında çözünmeden kaldıkları ve yüksek sıcaklıklara uzun süreler maruz kalmaları halinde $M_{23}C_6$ ve M_6C karbürleri içerisinde çözüldükleri bildirilmiştir. 1290°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi sırasında oluşmuş olabilecek çeşitli karbürlerin varlığını tespit etmek amacıyla Şekil 6.44'te verilen EDX analizi değerler incelenmiştir fakat analiz değerleri içerisinde karbon elementinin varlığına rastlanmamıştır ve farklı bir bölgeden noktasal olarak element analizi yapılmıştır. Şekil 6.45'te, 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin farklı bir bölgesine ait SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 6.45'te verilen SEM görüntüsü üzerinden noktasal olarak EDX analizi yapılmıştır. Elde edilen EDX analiz değerleri Şekil 6.46'da verilmiştir.

Şekil 6.45 üzerinde verilen 1 numaralı nokta incelendiğinde EDX analizi ölçümünün tavlama ikizi üzerinden alındığı görülecektir. EDX analizi, tavlama ikizi oluşumu sırasında alaşım içerisinde bulunan elementlerin yapıda kalıp kalmadıklarını görmek düşüncesiyle belirtilen bölgeden alınmıştır. Şekil 6.44'te verilen genel ve Şekil 6.46'da verilen noktasal analiz değerlerinin her ikisinde incelendiğinde yapı içerisinde karbon elementinin varlığına rastlanmamıştır. Karbon elementinin doğası gereği yapı içerisinde tespitinin zor olduğu bilinmektedir. Buna bağlı olarak kısmen var olduğu düşünülen karbon elementinin tespiti amacı ile bölgesel element haritası çıkarılmıştır (Şekil 6.47).

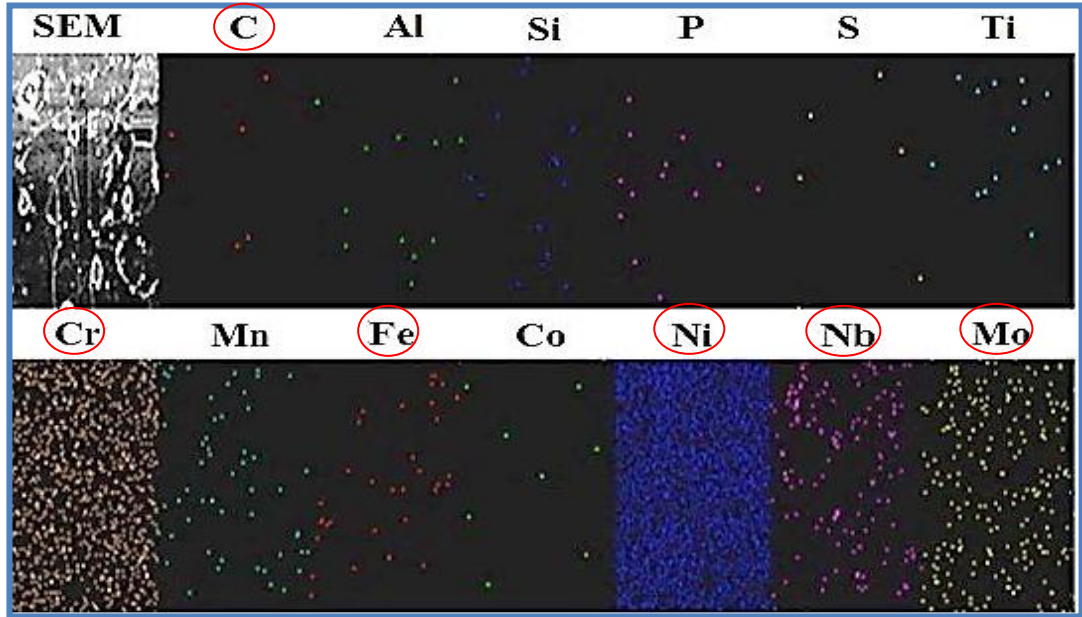


Şekil 6.45. Noktasal EDX analizi için alınmış SEM görüntüsü



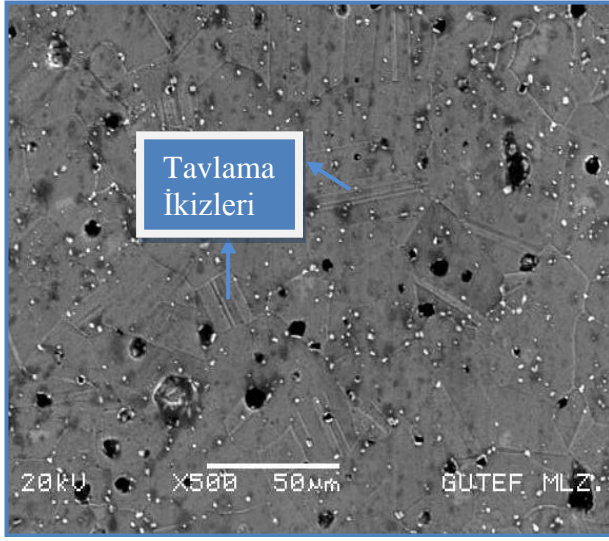
Şekil 6.46. 1290°C sinterlenmiş numuneye ait noktasal EDX analizi

Şekil 6.46’da verilen noktasal analiz değerlerine göre yapı içerisinde oksijen elementine rastlanmamıştır. Cihazın algılama kapasitesi dikkate alındığında oksijen elementinin olmadığını söylemek zordur. Bu duruma paralel olarak oksitlenmenin olmadığı veya çok düşük oranlarda olduğu düşünülmektedir. Sinterleme işlemi sonrası oksijenin tespit edilememesi sinterleme işlemi sırasında kullanılan yüksek saflığa sahip argon atmosferinin INCONEL 625 alaşımının sinterlenmesi için uygun ortam olarak düşünülmektedir. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş INCONEL 625 numuneye ait sinterleme sonrası yapı içerisinde bulunan elementlerin dağılımını incelemek amacıyla haritalama yöntemiyle elementel analiz haritası çıkarılmıştır. Elde edilen elementel analiz haritası sonuçları Şekil 6.47’de verilmiştir.



Şekil 6.47. 1290°C de sinterlenmiş numunenin elementel analiz haritası

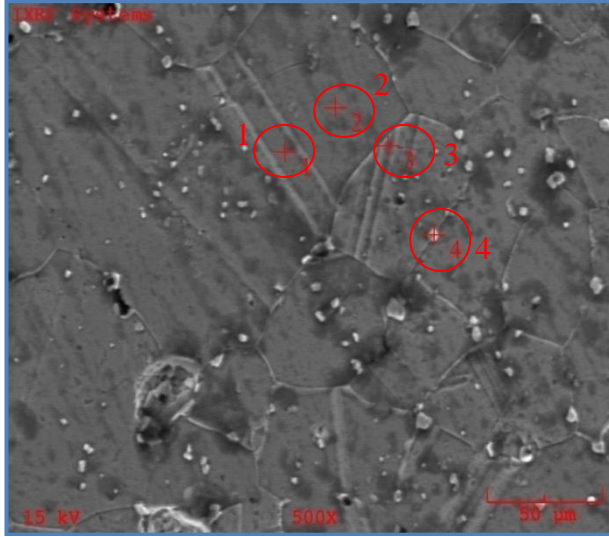
Şekil 6.47’de verilen elementel analiz haritası incelendiğinde matris yapı içerisinde bulunan ana alaşım elementleri diyebileceğimiz Cr, Mo, Nb ve Fe gibi elementlerin homojen olarak dağıldığı söylenebilir. INCONEL 625 alaşımının yapısı içerisinde çok düşük oranlarda bulunan P (ağırlıkça %0,015) ve S (ağırlıkça %0,015) elementlerinin bölgesel olarak birkaç noktada varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca yapı içerisinde bulunan C elementinin varlığı bölgesel olarak birkaç noktada kısmen görülebilmektedir. Bu durum 1290°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi sonrasında karbür oluşumunun başlangıcına bir işaret olarak düşünülebilir. Şekil 6.44’te verilen EDX analiz değerleri ve Şekil 6.47’de verilen elementel analiz haritası incelendiğinde 1290°C sıcaklıkta yapılan sinterleme ve fırında soğutma işlemi sonrası karbür oluşumu meydana gelmediği düşünülmektedir. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüleri ve EDX analizi sonuçları Şekil 6.48-6.53’te verilmiştir. Şekil 6.48’de verilen SEM görüntüsü incelendiğinde malzeme üzerinde tavlama ikizlerinin bulunduğu ve malzeme geneline dağılmış parlak renkte yapıların olduğu görülmektedir.



Şekil 6.48. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü

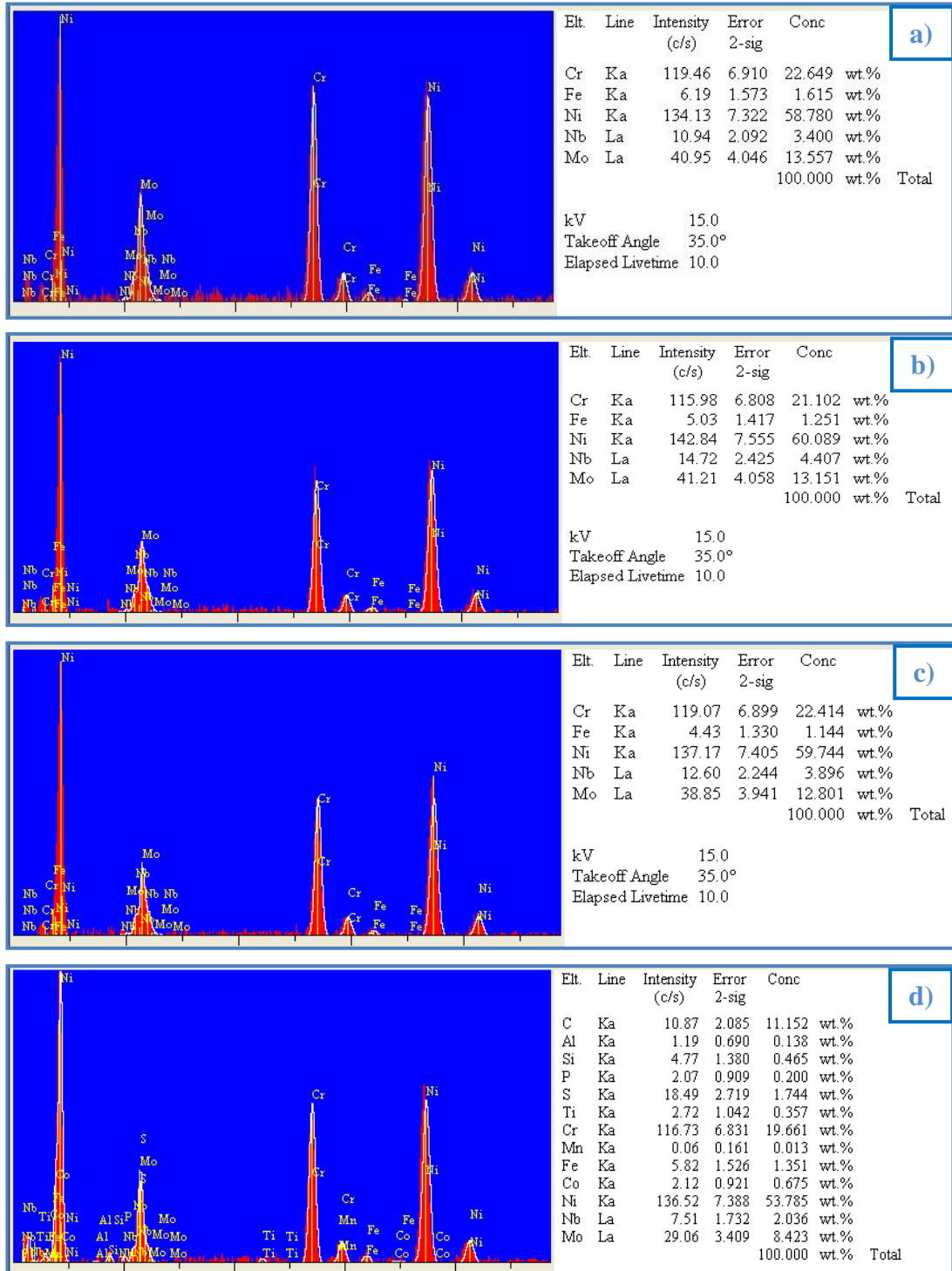
1290°C sıcaklıkta sinterlenen numuneye kıyasla malzeme genelinde bulunan gözenek boyutlarının 1300°C sıcaklıkta sinterlenen numunede daha büyük olduğu görülmektedir. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin yoğunluğundaki kısmi azalmanın sebebinin gözenek büyümesinin olduğu düşünülmektedir, elde edilen SEM görüntüsü bu durumu destekler niteliktedir. Şekil 6.48’de verilen SEM görüntüsü incelendiğinde tane yapısı kısmen değişiklik göstermeye başlamıştır ve tane sınırlarında parlak renkte görüntüler mevcuttur. Toz metal parçalarının sinterlenmesi sırasında sinterleme sıcaklığındaki artışa bağlı olarak tane irileşmesi meydana gelebileceği çeşitli çalışmalarda rapor edilmiştir [German, 2007, Setasuwon ve ark. 2008]. Yapılan çalışmada sinterleme sıcaklığındaki artışa bağlı olarak tane boyutunda bir artış olduğu söylenebilir. 1300°C sıcaklıkta da 1290°C sıcaklıkta olduğu gibi tane sınırlarında parlak renkli bölgelerin olduğu görülmektedir ve solidüs-likidüs sıcaklık aralığında yapılan sinterlemelerde süpersolid sıvı faz sinterleme sisteminin aktif olduğu bilinmektedir ve bu mekanizmanın 1300°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminde de aktif olduğu düşünülmektedir. 1300°C de sinterlenmiş malzeme üzerinde oluşmuş olabilecek yapıların tespiti amacıyla EDX analizleri yapılmıştır. Şekil 6.49’daki SEM görüntüsü üzerinde verilen 4 farklı nokta üzerine EDX analizi uygulanmıştır. SEM resmi üzerinde verilen noktalar dikkatle incelendiğinde analizlerin farklı bölgelerden alınmaya çalışıldığı anlaşılacaktır. SEM resmi üzerinde verilen 1 numaralı analiz noktası tavlama ikizi üzerinden, 2 numaralı

analiz noktası tane yapısı içerisinde, 3 numaralı analiz noktası tane sınırına yakın bölgeden ve 4 numaralı analiz noktası ise tane sınırı üzerinde bulunan parçacık üzerinden alınmıştır. Şekil 6.50'de SEM görüntüsü üzerinde verilen 4 farklı noktaya ait EDX analiz değerleri verilmiştir.



Şekil 6.49. Noktasal EDX analizi için alınmış SEM görüntüsü

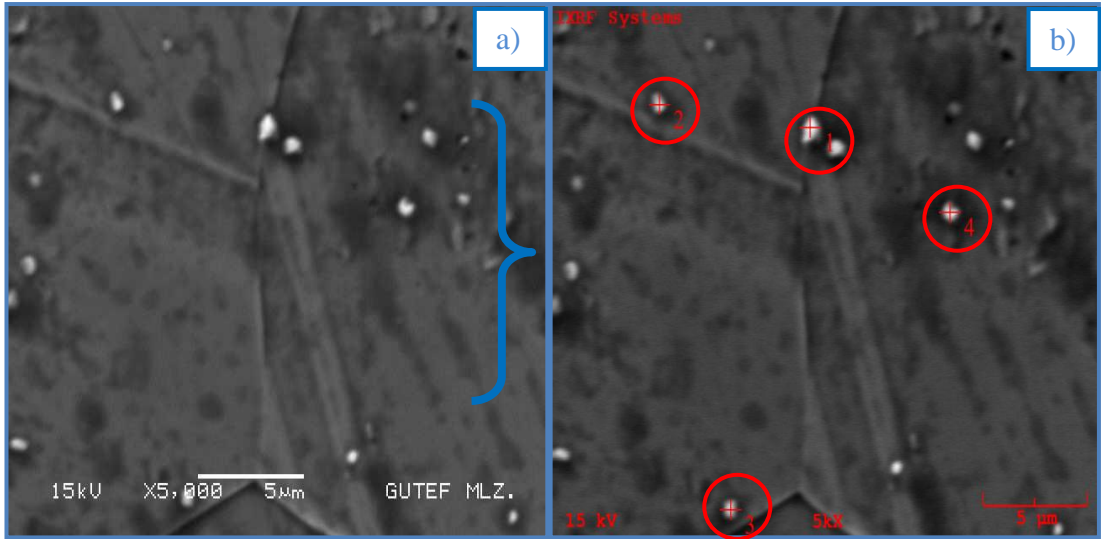
Şekil 6.50'de verilen analiz değerleri incelendiğinde başlangıç malzemesi içerisinde bulunan elementlerin yapı içerisinde kendilerini muhafaza ettikleri görülmektedir. INCONEL 625 ve INCONEL 718 gibi süperalaşım lar içerisinde tungsten, tantalyum, molibden ve niyobyumun ana refrakter malzemeler olarak kullanıldığı belirtilmiştir [Patel ve Smith, 2005]. Şekil 6.50 a,b ve c'de verilen noktasal analiz değerleri incelendiğinde ağırlıkça Nb oranı başlangıç tozu içerisinde verilen değer aralığının (% ağırlıkça 3,15-4,15) içerisindeydir. Şekil 6.50 d'de tane sınırı üzerinden alınan 4 numaralı noktasal analiz değeri incelendiğinde Nb elementinin ağırlıkça değeri diğer 3 noktadan daha düşük çıkmıştır ve başlangıç aralığının dışındadır. Şekil 6.50 d'de verilen 4 numaralı noktanın analizi ile ilgili farklı bir dikkat çekici nokta yapıda başlangıç oranlarına kıyasla yüksek oranda karbon elementinin varlığının tespit edilmesidir. Nb elementinde meydana gelen azalma ve yapıda oluşan karbon elementine bağlı olarak bu bölgede MC tipi NbC karbürlerinin oluştuğu düşünülmektedir. Benzer bir sonuç Özgün ve arkadaşları tarafından elde edilmiştir [Özgün ve ark., 2013].



Şekil 6.50. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait 4 farklı noktadan alınmış EDX analizleri;

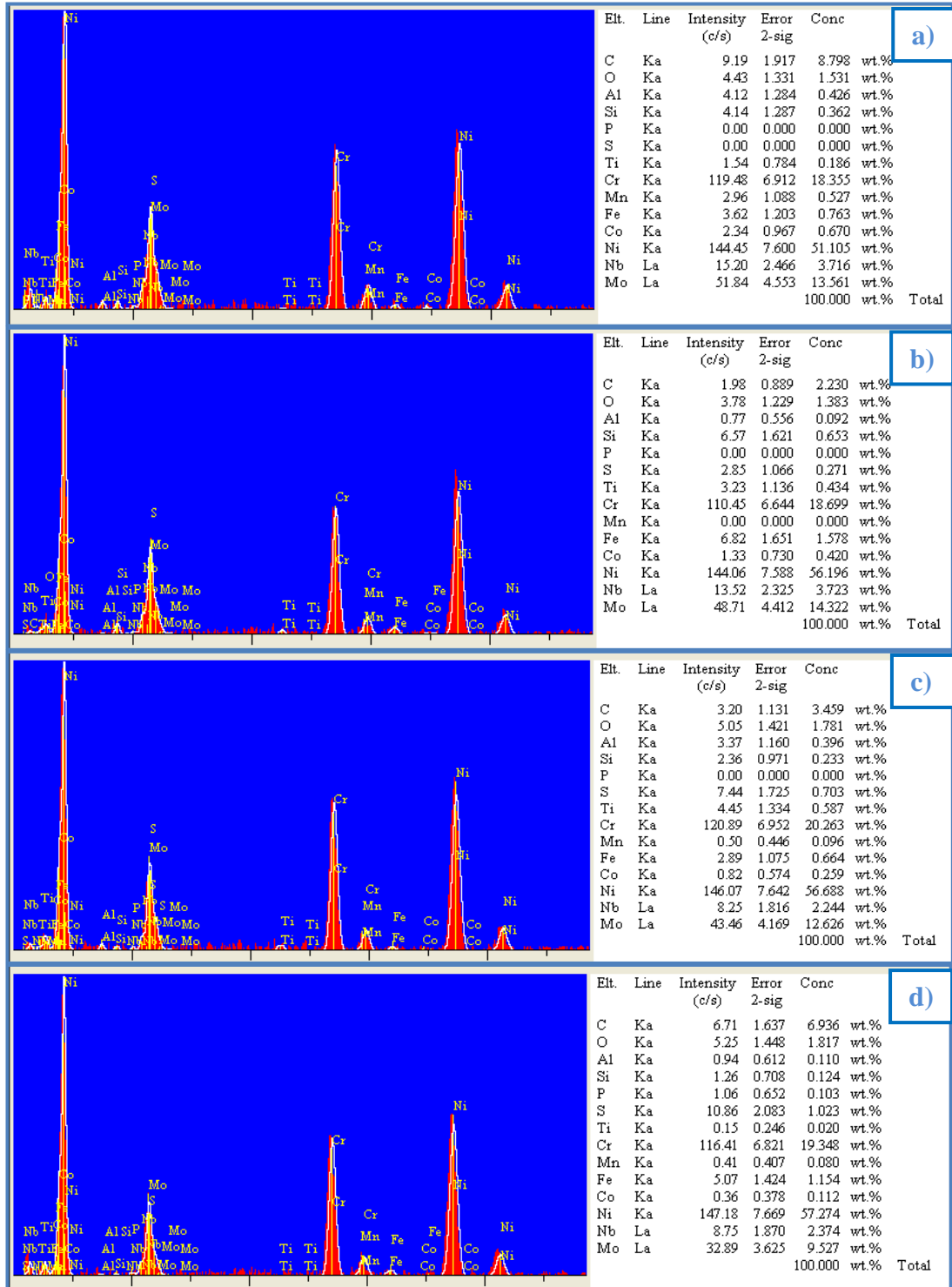
- a) 1 numaralı nokta
- b) 2 numaralı nokta
- c) 3 numaralı nokta
- d) 4 numaralı nokta

Şekil 6.49’da verilen SEM görüntüsü üzerinde 4 numaralı noktadan alınan EDX analiz değerleri sonuçlarına paralel olarak 1300°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi ile farklı tip karbürlerin oluşabileceği düşüncesine varılmıştır. Şekil 6.50’de verilen 4 numaralı nokta üzerinden alınan analiz değerlerinin daha iyi anlaşılması ve farklı tip karbür oluşumunun olup olmadığını daha iyi anlamak için aynı malzemeye ait daha yüksek büyütme oranlarında SEM görüntüsü alınmıştır ve EDX analizleri yapılmıştır. Yüksek büyütme oranlarında alınan SEM görüntüleri ve EDX analiz değerleri Şekil 6.51 ve 6.52’de verilmiştir.



Şekil 6.51. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüleri
a) X5000 büyütme
b) X5000 büyütme bölgesinde analiz noktaları

Şekil 6.51 a’da yüksek büyütme oranında alınmış 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM resmi görülmektedir ve Şekil 6.51 b’de ise aynı büyütme de elde edilen SEM resmi üzerinden noktasal analiz değerlerinin alındığı bölgeler görülmektedir. SEM resmi üzerinde görünen ve karbür oluşumu olarak düşünülen 4 farklı noktadan analiz değerleri alınmıştır. Elde edilen analiz değerleri Şekil 6.52 a,b,c ve d’de verilmiştir. Şekil 6.52’de verilen 4 farklı noktaya ait analiz değerleri incelendiğinde bütün noktalarda ağırlıkça % 2,230-8,798 aralığında C elementinin varlığı tespit edilmiştir.

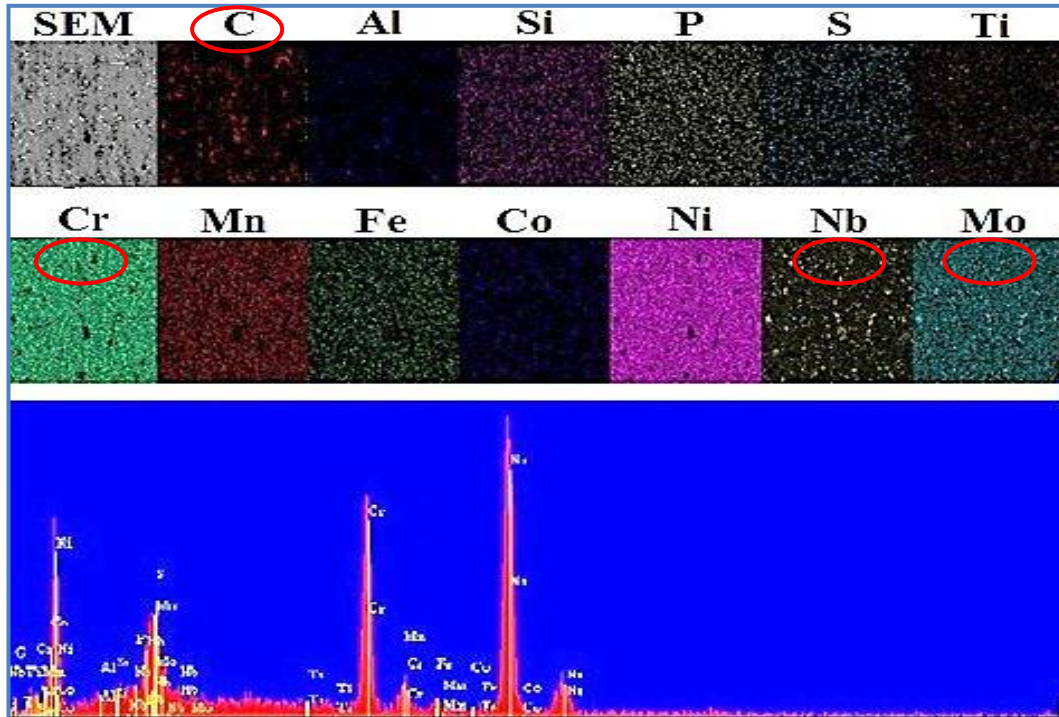


Şekil 6.52. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş Şekil 6.51 b' de verilen SEM görüntüsüne ait 4 farklı noktadan alınmış EDX analizleri;

- a) 1 numaralı nokta
- b) 2 numaralı nokta
- c) 3 numaralı nokta
- d) 4 numaralı nokta

Tane içerisinde ve tane sınırına yakın bölgelerden alınan genel EDX analiz değerlerinde C elementine rastlanmamıştır. Bu duruma paralel olarak Şekil 6.51’de verilen SEM resmi üzerinde açıkça görülen parlak renkli parçacıklar üzerinden alınan noktasal EDX analiz (Şekil 6.52) değerlerinde başlangıç oranlarına kıyasla yüksek oranda C elde edilmesi bu bölgelerde karbür oluşumunun bir göstergesi olarak düşünülmektedir. INCONEL 625 alaşımının mikroyapısı içerisinde, Ni_3Nb (delta) çökeltisi, laves fazlar ve karmaşık MC, M_6C , $M_{23}C_6$ gibi çeşitli fazların bulunduğu bildirilmektedir [Medeiros ve ark., 2000, Patel ve ark. 2000, Lal ve ark. 2000, Xu ve ark. 2013]. Ayrıca Julien ve arkadaşları alaşım 625’in mikro yapısal karakteri içerisinde bulunabilecek yapıları iki kategoriye ayırmışlardır bunlardan ilkinin; sıvı ve γ faz arasında Nb’ca zengin Laves (A_2B tipi) başlangıç, MC, M_6C ve $M_{23}C_6$ gibi fazların olduğunu, ikinci olarak ise izotermal dönüşüm sonucu tane sınırlarında oluşan NbC gibi karbürlerin olduğunu belirtmişlerdir [Julien ve ark., 2006]. Çalışmalarda kullanılan INCONEL 625 alaşımının matris yapısı içerisinde ağırlıkça % 8-10 aralığında Molibden elementi bulunmaktadır. Bu tip nikel esaslı süperalaşımların yapısı içerisinde Mo elementinin karbür çökeltisi veya katı çözültü şeklinde varlığını sürdürebileceği çeşitli çalışmalar ile bildirilmiştir [Pai ve ark., 2010, Özgün ve ark. 2013]. Nikel esaslı süperalaşımlar içerisinde, YMK yapının bozunması ile, 400-700°C sıcaklık aralığında uzun süreli bekletilmeleri sonucu $Ni_2(Cr,Mo)$ çökeltilerinin oluşabileceği belirtilmiştir. Farklı bir çalışmada ise ağırlıkça %6-8 den fazla Mo içeren süperalaşımlarda 800-980°C sıcaklık aralığında M_6C tipi karbürlerin oluşabileceğinden bahsedilmiştir. 1300°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi sonrası numunelerin fırın içerisinde 10°C/ dak. soğutma hızı ile soğutulduğu düşünüldüğünde yukarıda belirtilen aralıkta karbür oluşumu için yeterli süre beklenildiği düşünülmektedir. Özgün ve arkadaşları benzer sıcaklıkta yaptıkları bir çalışmada paralel bir durumdan söz etmişlerdir [Özgün ve ark. 2013]. Mo elementi ile oluşan M_6C tipi karbürlerin yaklaşık 980-1100°C sıcaklık aralığında çözüldüğü literatürde çeşitli çalışmalarda belirtilmiştir [Patel ve ark. 2005]. M_6C tipi karbür yapısından ayrılan Mo elementinin katı çözültü olarak varlığını sürdürdüğü düşünülmektedir. Pai ve arkadaşları nikel matrisli yapılar içerisinde bulunan Mo elementinin çökmesi sırasında matris yapının kafes yapısını bozduğunu belirtmişlerdir [Pai ve ark. 2010]. 1300°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi ile yapı

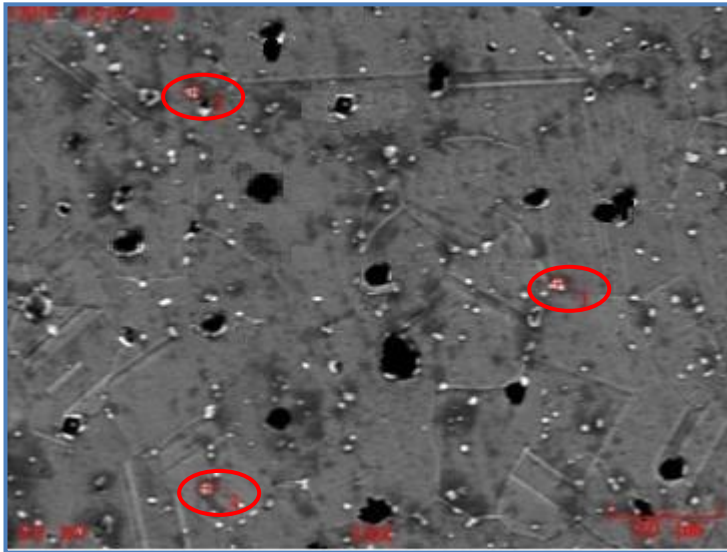
içerisinde önce M_6C tipi karbür oluştuğu ve sıcaklık etkisine bağlı olarak bu karbürün içerisindeki Mo elementinin çözelti durumuna geçtiği düşünülmektedir. $1300^\circ C$ sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait XRD analizlerinde elde edilen pikler ve kafes parametresi değerleri incelendiğinde diğer sinterleme sıcaklıklarına göre bu sıcaklıkta bir düzensiz durum oluştuğu görülmektedir ve bunun sebebinin yapı içerisinde çözünen karbür yapısına bağlı olarak Mo elementinin olduğu düşünülmektedir. Şekil 6.52’de verilen EDX analiz değerleri incelendiğinde yapı içerisinde bulunan Mo elementi başlangıç malzemesine (ağırlıkça % 8-10) kıyasla çok farklı değerlerde çıkmıştır. Mo elementinin farklı değerler vermesinin sebebinin yapıda oluşan M_6C karbür tipinden ve daha sonra bu karbürün çözünmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu sinterleme sıcaklığında elde edilen XRD pikleri ve kafes parametresi sonuçları bu yaklaşımı destekler niteliktedir. Şekil 6.53’te verilen elementel analiz haritası incelendiğinde Mo elementinin bölgesel olarak bir kısımda yığılma sergilemediği ve homojen olarak dağıldığı görülmektedir ve durum yukarıda bahsedildiği gibi oluşan M_6C tipi karbür yapısının çözüldüğünün ve Mo elementinin serbest kaldığını destekler niteliktedir.



Şekil 6.53. $1300^\circ C$ de sinterlenmiş numunenin elementel analiz haritası

Şekil 6.53'te verilen 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait elementel analiz haritası 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin elementel analiz haritası ile mukayese edildiğinde yapı içerisinde bulunan C elementinin varlığı ve dağılım şekli arasında fark olduğu görülecektir. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin elementel analiz haritasına göre C elementi birçok noktada görülmektedir ve bu durum bu sıcaklıkta karbür oluşumuna bir işaret olarak düşünülmektedir. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numune içerisinde çeşitli karbürler oluştuğu düşüncesi EDX analiz değerleri ve elementel analiz haritası ile örtüşmektedir. Bu sıcaklığa ait XRD analizlerinde elde edilen pikler ve kafes parametreleri değerleri ise EDX ve analiz haritasını destekler niteliktedir.

Şekil 6.54'te 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüsü verilmiştir. Aynı resim üzerinden 3 farklı noktadan (parlak yapılar üzerinden) EDX analiz değerleri alınmıştır.



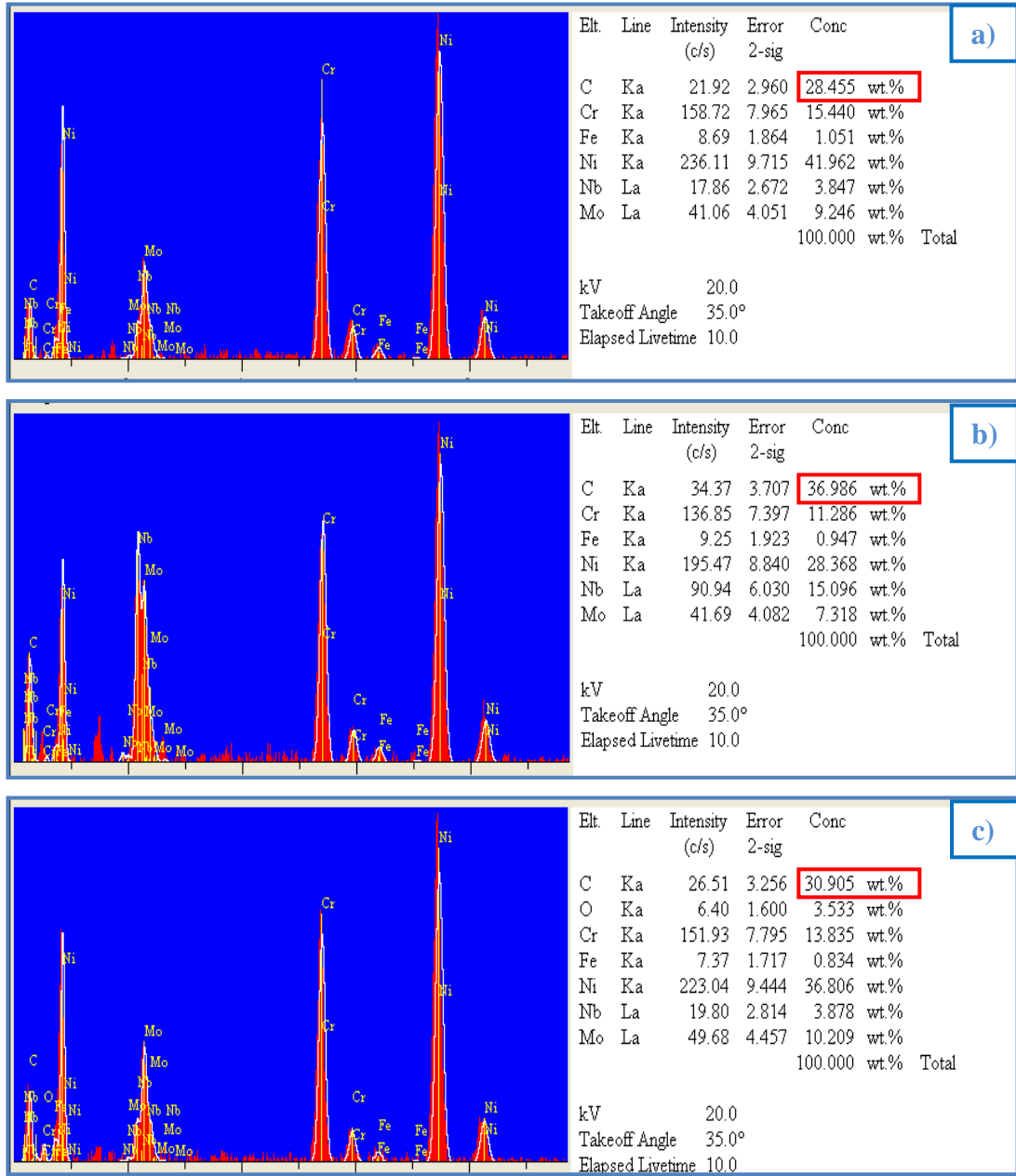
Şekil 6.54. 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneye ait SEM görüntüleri

Şekil 6.54'te verilen SEM görüntüsü incelendiğinde yapı içerisinde bulunan gözeneklerde irileşme meydana geldiği görülecektir. Elde edilen SEM görüntüsü yoğunluk değerlerini destekler niteliktedir. INCONEL 625 ve K3 sistemi kullanılarak hazırlanan besleme stoklarının likidüs sıcaklığı DTA eğrilerinden yaklaşık 1335°C olarak tespit edilmiştir (Bkz. Şekil 5.2). Numunelerin likidüs

sıcaklığına yaklaştıkça mikroyapısal değişimlerinin daha fazla olduğu buna paralel olarak birbirine yakın gözeneklerde birleşme olduğu düşünülmektedir. Bu sinterleme sıcaklığında yoğunlukta meydana gelen kısmi azalmanın sebebinin belirtilen duruma bağlı olduğu düşünülmektedir. 1310°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerde de 1300°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerde olduğu gibi malzeme içerisinde farklı yapıların olduğu düşünülmektedir. Yapı içerisinde oluşabilecek farklı fazların tespiti için Şekil 6.54'te verilen SEM resmi üzerinde 3 farklı noktaya EDX analizi yapılmıştır analiz değerleri Şekil 6.55'te verilmiştir.

Şekil 6.55'te verilen EDX analiz değerleri incelendiğinde her üç noktadan alınan analiz sonuçlarına göre yüksek oranda karbon elementinin varlığa rastlanmıştır. Matris yüzeyinde karşılaşılan bu yüksek orandaki karbon miktarı yapı içerisinde karbür oluşumu meydana geldiği düşüncesini destekler niteliktedir.

Julien ve arkadaşları enjeksiyon kalıplanmış INCONEL 625 alaşımının üzerine yaptıkları bir çalışmada 1144-1310°C sıcaklık aralığında farklı çökelme şartlarında Nb'un durumuna bağlı olarak ince tanı sınırı filmleri şeklinde NbC karbürlerinin oluşabileceğini belirtmişlerdir. Aynı çalışma içerisinde Ni, Cr ve Mo nin durumuna bağlı olarak 1144-1310°C sıcaklık aralığında Si un M_6C tipi karbürlerin çekirdeklenmesine destek olabileceğini ve tane sınırında ayrık ve sütunsal düzensiz şekilli olarak M_6C tipi karbürlerin oluştuğunu bildirmişlerdir [Julien ve ark., 2006]. Şekil 6.55'te verilen EDX analizlerinden elde edilen sonuçlar 1310°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi ile M_6C tipi karbürlerin oluştuğu düşünülmektedir. Belirtilen sinterleme sıcaklığı Julien ve arkadaşlarının çalışmalarında belirttiği karbür oluşum sıcaklığı arasındadır. 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelere ait XRD pikleri ve kafes parametresi değerleri yapı içerisinde karbür oluşumu düşüncesini destekler niteliktedir.



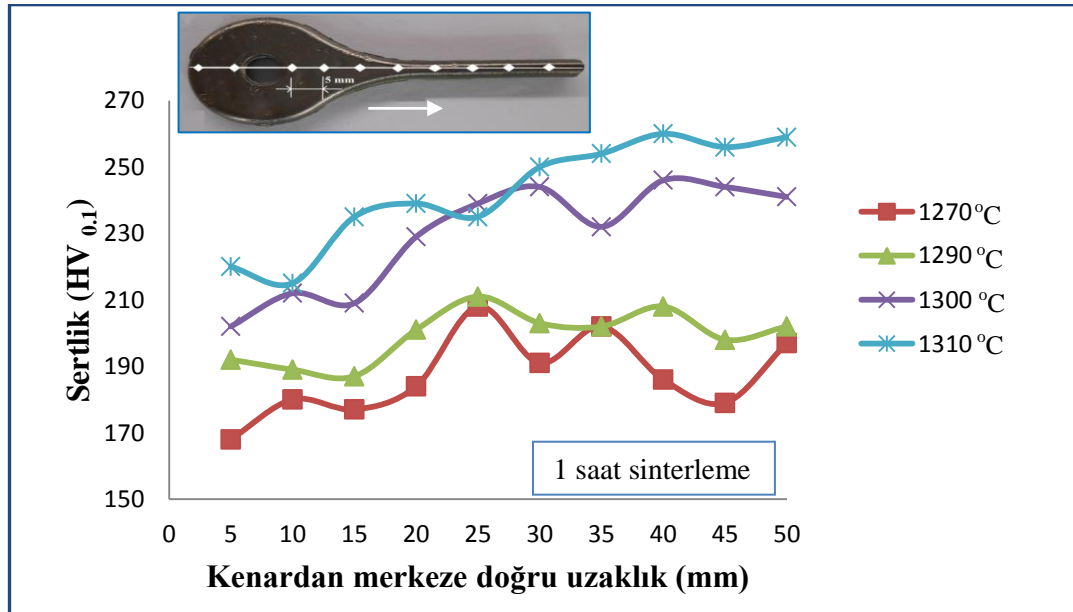
Şekil 6.55. 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş Şekil 6.54’de verilen SEM görüntüsüne ait 3 farklı noktadan alınmış EDX analizleri;

- a) 1 numaralı nokta
- b) 2 numaralı nokta
- c) 3 numaralı nokta

6.10. Kalıplanmış Numunelerin Mikro Sertlik Değişimleri

Hacimce %65 INCONEL 625 ve %35 K3 içeren enjeksiyon kalıplanmış çekme deneyi numunelerinin, sinterleme işlemi sonrası mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Sertlik değerleri numune yüzeyinden düzgün bir hat boyunca birden fazla noktadan alınmıştır ve elde edilen ölçümlerin ortalaması alınarak yorumlanmıştır (Bkz. Resim 5.6).

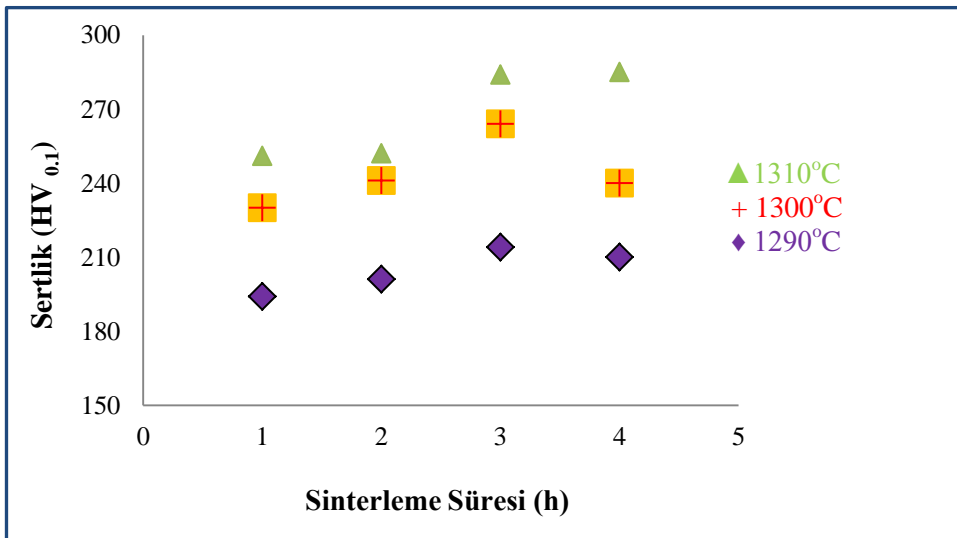
Şekil 6.56 ve 6.57’de sinterleme sıcaklığına ve sinterleme süresine bağlı olarak numunelerde meydana gelen sertlik değişimleri görülmektedir. Sabit sürede (1 saat) sinterleme sıcaklığına bağlı olarak sertlik değerleri minimum 181 HV_{0.1} maksimum 251 HV_{0.1} aralığında değişmektedir. Şekil 6.56’da verilen grafik incelendiğinde artan sinterleme sıcaklığına paralel olarak sertlikte bir artış olduğu söylenebilir. Grafikte verilen değerler incelendiğinde en düşük sertlik değerleri 1270°C sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde elde edilmiştir. Toz metal parçaların sinterleme işlemi sonrası yoğunluklarında artış meydana geldiği ve bu artışa bağlı olarak sertlik değerlerinde artış olduğu fakat sinterleme işlemine bağlı olarak tane boyutunda meydana gelen irileşmenin sertliği düşürdüğü bildirilmiştir [German, 2007, German, 2005 Setasuwon ve ark. 2008, Mahani ve ark. 2013].



Şekil 6.56. Sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimi

1270 ve 1290°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemi sonrası ölçülen sertlik değerlerinin kısmen birbirine yakın olduğu söylenebilir. Belirtilen sıcaklıklarda sıcaklık artışına bağlı olarak yoğunlukta belirgin artış elde edilmiştir fakat sertlik değerleri birbirine yakın çıkmıştır bu durumun artan sıcaklığa bağlı olarak tane irileşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. 1270°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminin solidüs sıcaklığının altında kaldığı ve malzemede yeterli miktarda sinterleme olmamasına bağlı olarak düşük yoğunluk elde edildiği ve yoğunluk değerlerine paralel olarak sertliğin düşük çıktığı söylenebilir. 1290°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminde ise elde edilen sertlik değeri literatürde yapılan benzer çalışmalar ile paralellik sergilemektedir. Johnson ve arkadaşları yaptıkları çalışmada ortalama boyutu (D_{50}) 9,7 mikron olan küresel şekilli INCONEL 625 tozunu enjeksiyon kalıplayarak hidrojen atmosferinden 1290°C sıcaklıkta yarım saat süreyle sinterlenmişlerdir ve 197 HV(yaklaşık 91 HRB) sertlik değerine ulaştıklarını bildirmişlerdir [Johnson ve ark., 2004]. Yapılan çalışmada ise 1290°C sıcaklıkta elde edilen sertlik değeri ortalama 194 $HV_{0.1}$ dir. Ölçülen sertlik değerlerinin Johnson ve arkadaşlarının çalışmasından kısmen düşük olmasının nedeninin kullanılan tozun ortalama boyut dağılımdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 6.56 incelendiğinde en yüksek sertlik değerleri 1300 ve 1310°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemlerinde elde edilmiştir. Maksimum sertlik değerine 251 $HV_{0.1}$ sertlik değeri ile 1310°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminde ulaşılmıştır. Sinterleme işlemi ile elde edilen yoğunluk değerleri mukayese edildiğinde en yüksek yoğunluk değerlerine 1290 ve 1300°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemleri ile ulaşılmıştır fakat en yüksek sertlik değerlerine 1300 ve 1310°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemleri ile ulaşılmıştır. Inconel 625 alaşımının nikel matris içerisinde Mo ve Nb elementleri ile katı çözelti sertleşmesi sağlayacak şekilde kombine edildiği rapor edilmiştir [Shankar ve ark. 2001, Mitra ve ark. 2003, Julien ve ark. 2006]. 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri ile yapı içerisinde yüksek miktarda bulunan Mo elementi ile M_6C tipi karbürlerin oluştuğu ve bu karbürlerin yaklaşık 1100°C sıcaklıkta bozunması ile Mo elementinin çözünerek katı çözelti durumuna geçtiği düşünülmektedir. Mo elementinin Ni-Cr matrisli yapılarda çözelti durumuna geçmesi sırasında yüzey merkezli kübik yapıyı bozduğu ve kafes yapısında çarpılmalara neden olduğu bilinmektedir [Pai ve ark. 2010]. Kafes yapısında

meydana gelen bu çarpılmadan dolayı 1300 ve 1310°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemleri sonrası elde edilen sertlik değerlerinin diğer işlemlerden daha yüksek çıktığı düşünülmektedir. 1300°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi ile MC tipi NbC karbürlerinin de oluştuğu ve karbürlerin sertlik artışında etkili olduğu düşünülmektedir. Elde edilen bu sonuçlar XRD pikleri ve EDX analizlerinden alınan sonuçlar ile desteklenir mahiyettedir. 1300 ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelere ait XRD pikleri ve kafes parametresi sonuçları incelendiğinde yapı içerisinde bir düzensizlik meydana geldiği görülecektir. Kafes yapısı içerisinde meydana gelen düzensizliklerin çarpımalara neden olabileceği ve bu duruma paralel olarak sertlikte değişimler olabileceği düşünülmektedir. 1300 ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numuneler üzerine yapılan EDX analizi sonuçları düşünülen durumları destekler niteliktedir. Şekil 6.57’de üç farklı sıcaklıkta (1290, 1300 ve 1310°C) artan sinterleme süresine bağlı olarak sertlikte meydana gelen değişimler verilmiştir. Genel olarak sinterleme süresine bağlı alınan sertlik ölçümleri lineer bir artış sergilemiştir. Fakat grafiklerde verilen değerler incelendiğinde sinterleme süresindeki artışa paralel olarak sertlik değerlerinde kısmi bir azalma gözlenmiştir. Bunun sebebinin ise artan sinterleme süresine bağlı olarak kısmen tane yapısında meydana gelen irileşme ve gözeneklerin birleşmesi ile yoğunluk azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Tane boyutundaki artışa bağlı olarak sertlik ve mukavemet değerlerinde azalma olduğu daha önce belirtilmiştir.



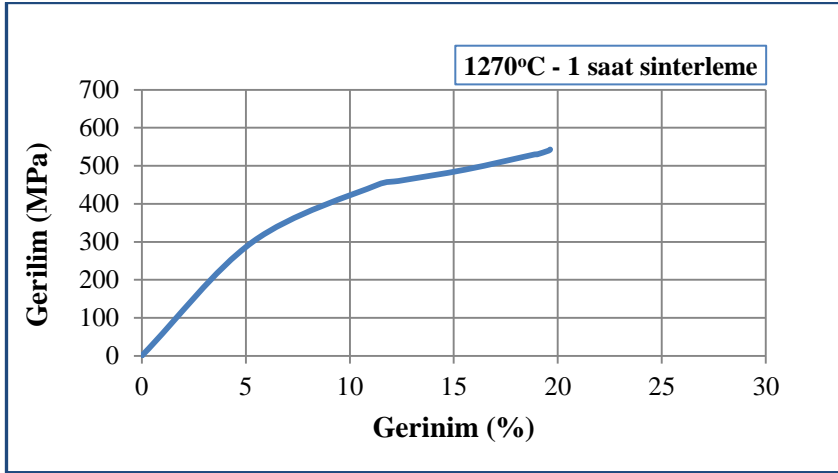
Şekil 6.57. Farklı sinterleme sıcaklıklarında sinterleme süresine bağlı sertlik değişimi

1300 ve 1310°C sıcaklıklarda süreye bağlı yapılan sinterleme işlemlerinde elde edilen ortalama sertlik değerlerinin kısmen birbirine yakın olduğu söylenebilir. 1290 ve 1300°C sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerden yaklaşık %98 civarında teorik yoğunluk elde edilirken 1310°C sıcaklıkta bu değer %97'nin altındadır. Fakat 1310°C sıcaklıkta bütün sinterleme sürelerinde 240 HV_{0,1} sertliğinin üzerinde değerler elde edilmiştir ve bu sonuçlar bütün sinterleme sıcaklıkları için en yüksek sertlik değerleridir. Elde edilen sertlik değerleri 1310°C yapılan sinterleme işlemi ile kafes yapısında bir düzensizlik meydana geldiği ve çarpılma olduğu düşüncesini destekler niteliktedir. Kristal kafes yapısında meydana gelen değişimlerin çarpılmalara neden olduğu ve bu duruma paralel olarak malzemenin sertlik ve mukavemetinde artış olduğu bilinmektedir [Özgün ve ark., 2013]. Toz enjeksiyon kalıplama ile parça üretiminde süreye bağlı olarak değişen sertlik değeri bir parametre olarak değerlendirilecekse numunenin boyutsal büzülmesi göz önüne alınarak bir sonuca varılabilir. Malzemede meydana gelen boyutsal büzülme ve yoğunlukta meydana gelen düşüş INCONEL 625 alaşımını sinterlemek için 1310°C sıcaklığın üst sınır olduğu ve bu noktaya çıkılmaması gerektiği düşünülmektedir.

6.11. Kalıplanmış Numunelerin Çekme Deneyi Sonuçları

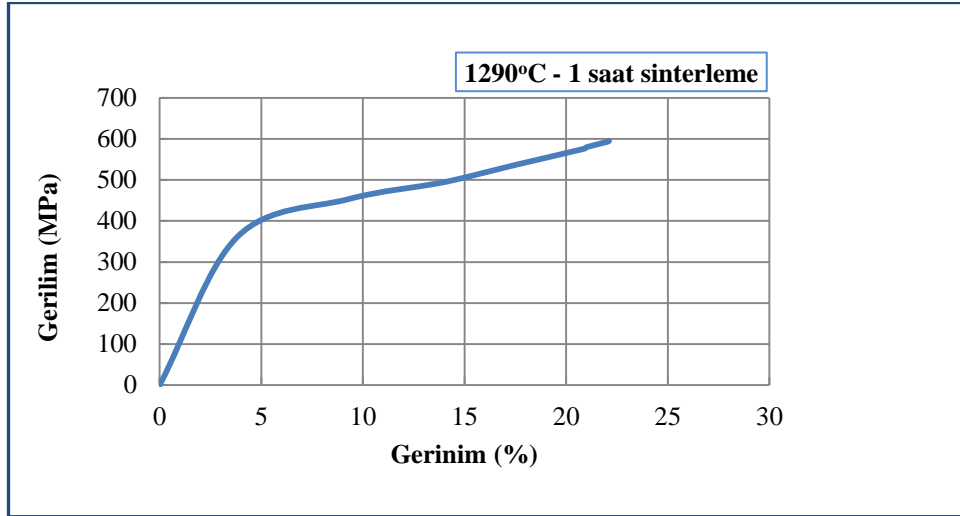
Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş INCONEL 625 çekme numunelerine ait gerilme-gerinim eğrileri Şekil 6.58-6.62'de verilmiştir. Kalıplanmış numuneler 5 farklı sıcaklıkta sinterlenmiştir. 1250°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi ile elde edilen yoğunluk değerinin çok düşük olması ve mikro yapı içerisinde bulunan gözeneklilik miktarının fazla olması sebebiyle belirtilen sıcaklık değerinde sinterlenmiş numunelerde çekme deneyi yapılmasına gerek görülmemiştir.

Sinterleme sıcaklığındaki değişime paralel olarak yoğunlukta artış olduğu bilinmektedir. Mikro yapı içerisinde bulunan gözeneklerin miktarının ve boyutunun numunenin yoğunluğunu etkilediği ve buna bağlı olarak çekme mukavemetinin değiştiği düşünülmektedir.



Şekil 6.58. 1270°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi

Şekil 6.58-6.62’de verilen çekme eğrileri incelendiğinde sinterleme sıcaklığındaki artışa paralel olarak çekme mukavemetinde bir artış olduğu gözlenmiştir. En düşük akma (270 MPa) ve çekme (543 MPa) mukavemeti değerleri 1270°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde görülmüştür. Belirtilen sıcaklık değerinde düşük çekme mukavemeti elde edilmesi beklenen bir durumdur. 1270°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde elde edilen gözeneklilik miktarı, yoğunluk ve sertlik değerleri çekme deney sonuçlarını destekler niteliktedir. 1270°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminin kullanılan besleme stokunun (%65 INCONEL 625 + %35 K3) solidüs sıcaklığının (1288°C) altında kaldığı dikkate alınırsa belirtilen sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminin yeterli olmadığı söylenebilir. Valencia ve arkadaşları wax/polimer bağlayıcı sistemi kullanarak %66 toz yükleme oranında INCONEL 625 alaşımını çekme numunesi olarak kalıplamışlardır. Enjeksiyon kalıplanmış numuneleri farklı sürelerde (24, 30, 60 dak.) ve sıcaklıklarda (1288, 1289, 1298°C) hidrojen atmosferinde sinterleyerek çekme dayanımını incelemişlerdir. Bütün sinterleme sıcaklıklarında ve sürelerinde %99 un üzerinde teorik yoğunluğa ulaştıklarını ve sinterleme sıcaklığının solidüs sıcaklığının biraz üzerinde olmasının yeterli olacağını, çok uzun sinterleme sürelerine gerek olmadığını rapor etmişlerdir. Aynı çalışma içerisinde mikro yapısal tane boyutu değişimine bağlı olarak akma dayanımının 376,2-400,6 MPa aralığında, çekme dayanımının 665,5-848 MPa aralığında ve % uzama miktarının % 36,9-95,3 aralığında değiştiği bildirilmiştir [Valencia ve ark., 1994].



Şekil 6.59. 1290°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi

Johnson ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada %65 toz yükleme oranına sahip INCONEL 625 içeren besleme stokları enjeksiyon kalıplanmış ve 1290°C sıcaklıkta yarım saat süreyle hidrojen atmosferinde sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi sonrası numuneler 1150°C'de 2 saat çözeltiye alınıp yağda soğutulmuştur. Elde edilen çekme deneyi sonuçları dövme ve döküm INCONEL 625 malzemenin mekanik özellikleri ile karşılaştırılarak Çizelge 6.5'de verilmiştir [Johnson ve ark. 2004].

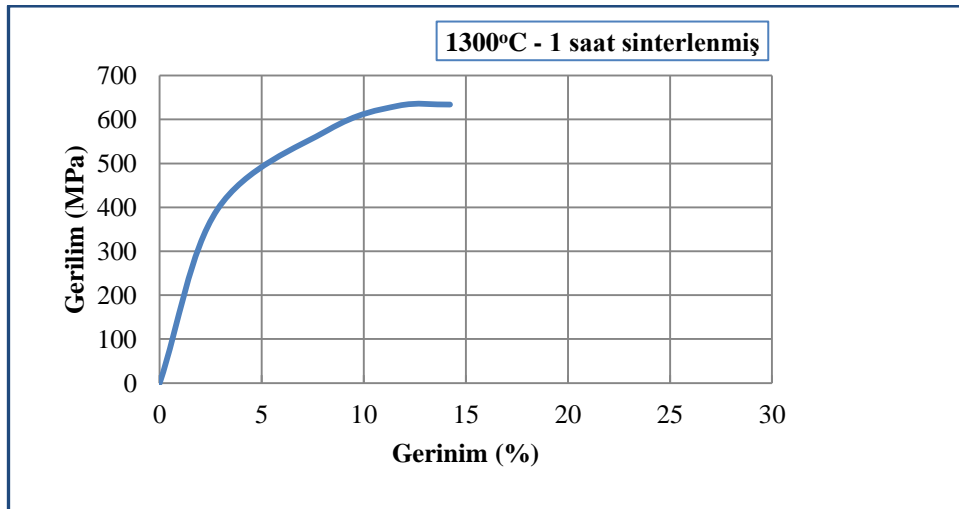
Çizelge 6.5. Döküm, dövme ve ısı işlem görmüş TEK 625 malzemenin özelliklerinin karşılaştırılması [Johnson ve ark., 2004]

	TEK 1290°C, 0.5 Saat	Dövme	Döküm
Yoğunluk (g/cm ³)	8,40 (%99,5)	8,44	-
Akma dayanımı (MPa)	230	490	350
Max. Çekme dayanımı (MPa)	600	965	710
Uzama	%21	%50	%58
Sertlik	91 HRB	91.5 HB	-

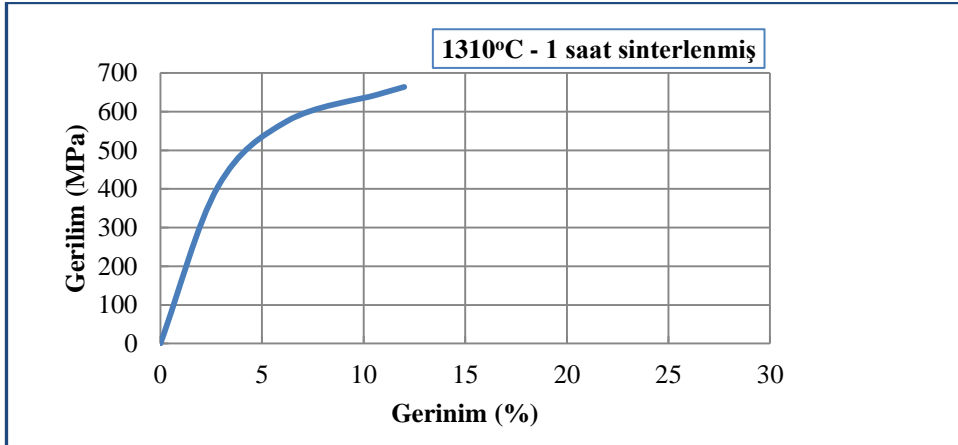
1290°C sıcaklıkta 1 saat sinterleme süresinde ortalama %98 teorik yoğunluğa ulaşılmıştır. Şekil 6.59'da verilen gerilme-gerinim grafiği incelendiğinde akma mukavemeti ve çekme mukavemeti değerleri sırasıyla yaklaşık 350 ve 600 MPa

civarındadır. Yüzde uzama miktarı ise yaklaşık $\% 23 \pm 3$ olarak hesaplanmıştır. Özgün ve arkadaşları TEK INCONEL 625 üzerine yaptıkları bir çalışmada 1300°C sıcaklıkta ve 3 saat süreyle yapılan sinterleme işlemi ile ortalama akma mukavemetini 351 MPa, çekme mukavemetini 650 MPa, yüzde uzama miktarını $\% 44$ bulduklarını rapor etmişlerdir [Özgün ve ark., 2013]. 1290°C sıcaklıkta 1 saat süreyle sinterlenmiş numunelerin çekme deneyi sonrası elde edilen mekanik özelliklerinin Valencia, Johnson ve Özgün ün çalışmaları ile mukayese edilebilir olduğu görülmektedir. Kısmi farkların sinterleme şartlarına ve kullanılan toz boyutuna bağlı olarak oluştuğu düşünülmektedir.

Şekil 6.60, 6.61’de verilen 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda 1 saat süreyle sinterlenmiş numunelere ait çekme eğrileri incelendiğinde en yüksek çekme mukavemeti değerlerine bu sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemi ile ulaşıldığı açıkça görülecektir. Alaşım INCONEL 625’in Ni - Cr matrisi içerisinde katı çözültü sertleşmesi şeklinde (özellikle Mo ve Nb elementlerinin oluşturacağı katı çözültü sertleşmesi) mukavemet kazanması için tasarlandığı çeşitli çalışmalarda rapor edilmiştir [Shankar ve ark., 2001, Mitra ve ark., 2003, Rai ve ark., 2004]. Bu alaşım içerisinde ısıl işlem şartlarına bağlı olarak farklı fazların oluşabileceği, 600°C üzerinde alaşımın maruz kaldığı sıcaklık ve süreye paralel olarak MC, M_6C , $M_{23}C_6$, γ' , γ'' , δ ve laves fazlarının çökelebileceği bildirilmiştir [Rai ve ark., 2004].



Şekil 6.60. 1300°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi

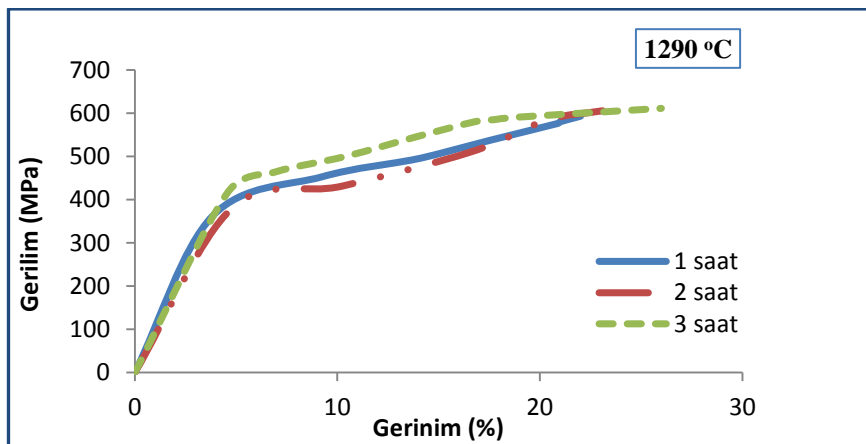


Şekil 6.61. 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunenin çekme eğrisi

Mo elementinin süperalaşımın mikroyapısında ya katı çözelti olarak veya karbür çökeltisi olarak bulunabileceği bildirilmektedir [Garimella ve ark., 1997, Sundararaman, 2002]. Süperalaşımın mikroyapısı içerisinde Mo elementinin oluşturabileceği karbür tipinin M_6C olduğu ve karbürün %6-8'den fazla W veya Mo içeren alaşımlarda 800-980°C sıcaklık aralığında oluşabileceği rapor edilmiştir [Sundararaman, 2002, Özgün ve ark., 2013]. INCONEL 625 üzerine yapılan benzer bir çalışmada 1300°C'de 3 saat sinterleme işleminden sonra numuneleri 10°C/dak. hız ile soğuttuklarını ve M_6C tipi karbürlerin oluşumu için 800-980°C sıcaklık aralığında yeterli sürenin mevcut olduğu rapor edilmiştir. Aynı çalışma içerisinde oluşan M_6C tipi karbürlerin 1000-1100°C sıcaklık aralığında çözündüğü ve çözünen M_6C tipi karbürler tarafından serbest bırakılan Mo elementinin matriste katı çözelti durumuna geçtiği bildirilmiştir [Özgün ve ark., 2013].

Yapılan deneysel çalışmalarda kullanılan INCONEL 625 alaşımı içerisinde bulunan Mo elementinin miktarı % 8-10 aralığında değişmektedir. 1300 ve 1310°C sinterleme sıcaklıklarının kullanılan besleme stokunun solidüs sıcaklığının (1288°C) yeterince üzerinde olduğu ve fırın içerisinde yapılan soğutma işleminin süresinin karbür oluşumuna yeterli olduğu dikkate alınırca M_6C tipi karbürlerin oluştuğu ve belirtilen sıcaklıklarda bu karbürlerin bozunduğu düşünülmektedir. Karbür bozunmasına bağlı olarak ayrılan Mo elementinin yer alan katı çözeltisi olarak varlığını devam ettirdiği söylenebilir. Ni elementinin atom yarıçapı ile Mo elementinin atom yarıçapı arasında %12'lik bir fark olduğu ve yer alan katı çözeltisi oluşturan Mo elementinin meydana

getirdiği kafes çarpılmalarının sertlikte artışa neden olduğu bilinmektedir [Özgün ve ark., 2013]. Yapılan çalışmalarda 1300 ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde elde edilen sertlik değerleri yukarıda belirtilen durumları destekler niteliktedir. Şekil 6.60 ve 6.61’de verilen çekme eğrileri incelendiğinde belirtilen sinterleme sıcaklıklarında ortalama akma mukavemeti 395-405 MPa aralığında, çekme mukavemeti ise 634-664 MPa aralığında ve yüzde uzama miktarı %12-14 aralığında değişmektedir. Elde edilen çekme mukavemeti değerleri ve uzama miktarı incelendiğinde numunelerin sünek bir kopma sergilemedikleri söylenebilir. XRD pikleri, kafes parametresi değişimleri, sertlik ve yoğunluk değerleri 1300 ve 1310°C sıcaklıkta elde edilen mekanik özellikleri destekler niteliktedir. 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri ile en yüksek çekme mukavemeti değerleri elde edilmiş olsa da numunelerin tipik bir sünek kopma sergilemedikleri dikkate alınmalıdır. Enjeksiyon kalıplanmış ve 1310°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde gözenek yapısına bağlı olarak meydana gelen boyutsal büzülme miktarları da çalışma parametresi olarak değerlendirilmelidir. Elde edilen yoğunluk, sertlik ve boyutsal büzülme değerleri mukayese edildiğinde 1290°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemlerinde daha kararlı numuneler elde edildiği söylenebilir. Şekil 6.62’de 1290°C sıcaklıkta farklı sürelerde sinterlenmiş numunelerin gerilme – gerinim eğrileri verilmiştir. Sinterleme süresine bağlı olarak çekme mukavemetinde kısmi bir artış olduğu söylenebilir. Zaman ve enerji tasarrufu bakımından 1 saat sinterleme işleminin INCONEL 625 alaşımı için yeterli olacağı düşünülmektedir.



Şekil 6.62. Sabit sıcaklıkta farklı sürelerde sinterlenmiş numunelerin çekme eğrileri

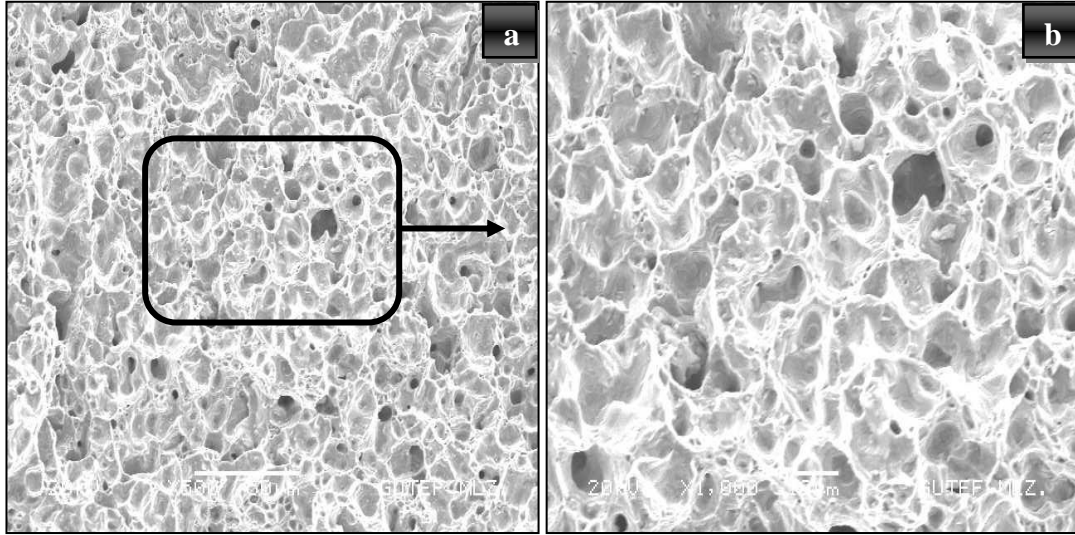
6.12. Çekme Deneyi Yapılmış Numunelerin Kırık Yüzey İncelemeleri

%65 INCONEL 625 ve %35 K3 içeren besleme stokları ile kalıplanmış, sabit sinterleme süresinde (1 saat) farklı sıcaklıklarda (1270, 1290, 1300 ve 1310°C) sinterlenmiş ve çekme deneyi yapılmış numunelere ait kırık yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 6.63 - 6.66'da verilmiştir. Numunelerin tamamında, bütün sinterleme sıcaklıklarında elde edilen kırık yüzeyler de tipik sünek kırılma göstergesi olan çukurcuklu (dimples) kırılma yüzeyi tespit edilmiştir.

Nikel matrisli alaşımların genellikle sünek davranış sergilediği bilinmektedir [Matsui ve ark., 2011]. Xu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada INCONEL 625 alaşımı ile ürettikleri numunelere çekme testi uygulamışlardır. Çekme testi sonrası kırık yüzey incelemesi sonucunda sünek çukurcuklu kırılma yüzeyi elde ettiklerini rapor etmişlerdir. Aynı çalışmada çukurcuklar içerisinde birkaç ince Laves partiküllerinin ve MC karbürlerinin oluştuğundan ve bunların partikül/matris ara yüzeyinde mikro boşluklara neden olduğundan bahsedilmiştir [Xu ve ark., 2013]. Yapılan çekme deneyleri sonucu ulaşılan kırık yüzey görüntüleri Xu ve arkadaşlarının elde ettiği görüntüler ile paralellik sergilemektedir.

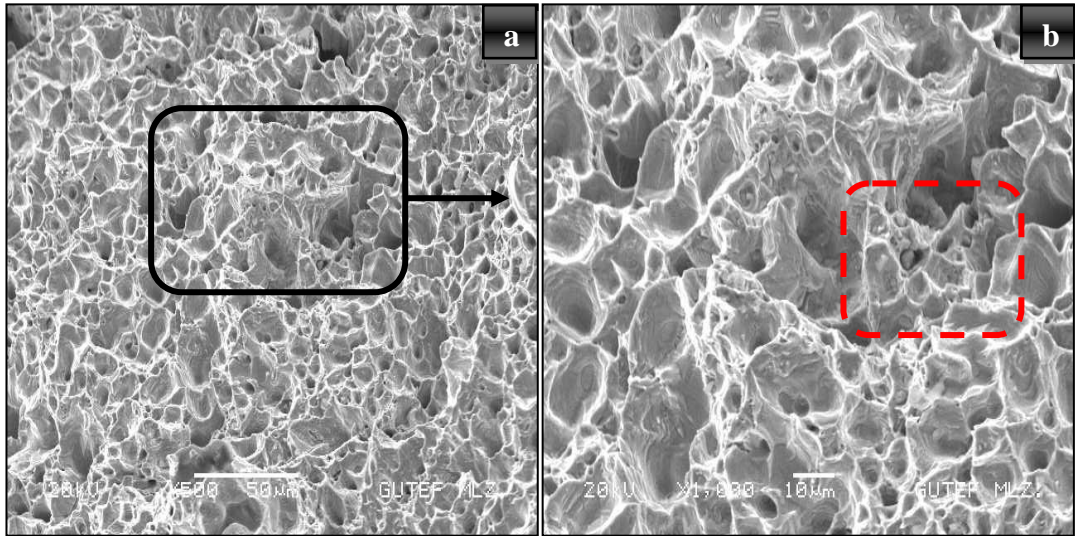
Cui ve arkadaşları [Cui ve ark., 2010] yüksek Cr oranına sahip paslanmaz çelik alaşımını toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile şekillendirerek çekme numuneleri elde etmiştir. Farklı ısı işlemler uyguladığı numunelere çekme testi uygulamış ve kırık yüzey incelemesi yapmıştır. Elde ettiği kırık yüzeylerde tipik sünek çukurcuklu bölgelerin oluştuğunu rapor etmiştir. Cui yaptığı çalışmada çözeltiye alma işlemi uygulanmış ve sinterlenmiş numunelere ayrı ayrı çekme testi uygulamıştır. Çözeltiye alınmış numunelerin kırık yüzeylerinin çukurcuklu olduğunu fakat çukurcukların çok büyük ve derin olduğunu bildirmiştir. Sadece sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinin ise çukurcuklu görüntü oluşturduklarını fakat çok karmaşık bir görüntü oluştuğunu söylemişlerdir. Cui ve arkadaşları kırık yüzeylerde oluşan görüntü farklarının matris yapı içerisinde yüksek miktarda bulunan Cr elementinin yeni yapılar oluşturmasına bağlamaktadır [Cui ve ark., 2010]. Şekil 6.63-6.66'da verilen kırık yüzey görüntülerinin Cui ve arkadaşlarının elde ettiği görüntüler ile benzerlik sergilediği söylenebilir. INCONEL 625 alaşımı içerisinde bulunan yüksek miktarda

ki Cr elementinin sinterleme sıcaklığına bağlı olarak yapı içerisinde farklı oluşumlara neden olabileceği düşünülmektedir.



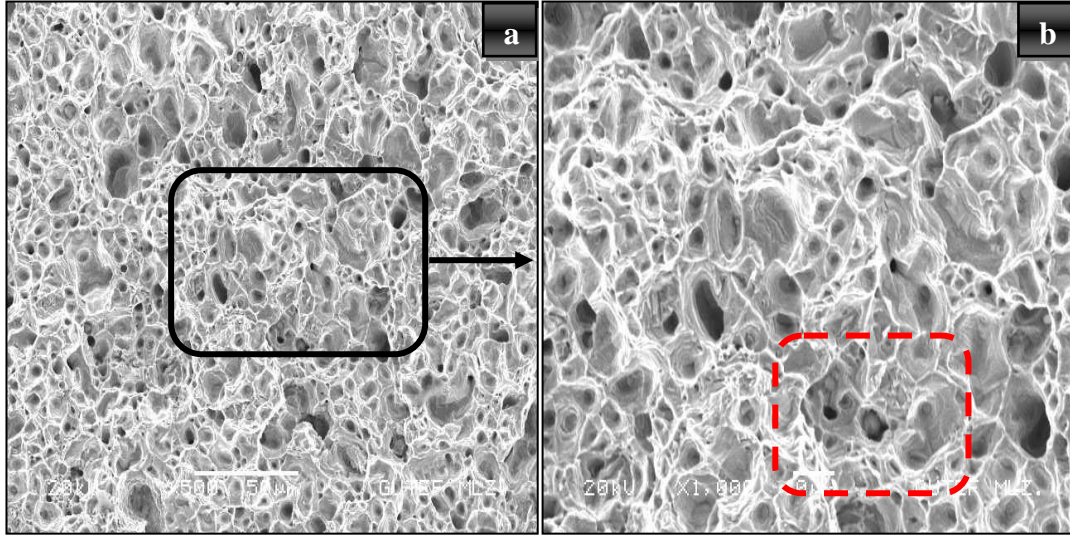
Şekil 6.63. 1270°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey

- a) X500 büyütme
- b) X1000 büyütme

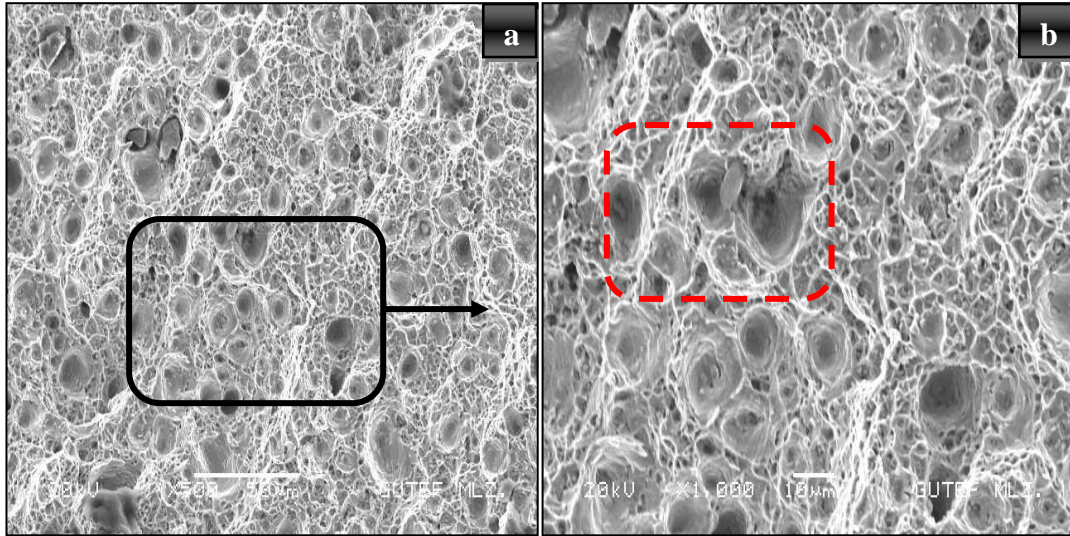


Şekil 6.64. 1290°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey

- a) X500 büyütme
- b) X1000 büyütme



Şekil 6.65. 1300°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey
 a) X500 büyütme
 b) X1000 büyütme

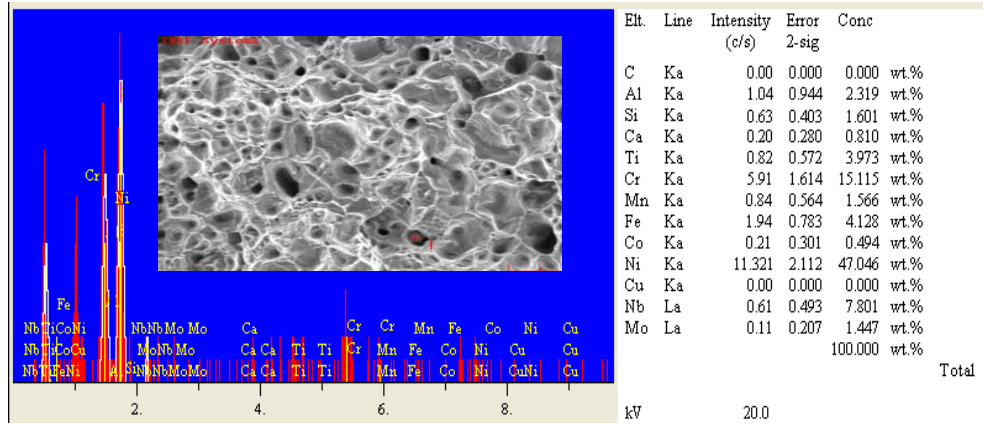


Şekil 6.66. 1310°C sinterlenmiş numuneye ait çekme deneyi sonrası kırık yüzey
 a) X500 büyütme
 b) X1000 büyütme

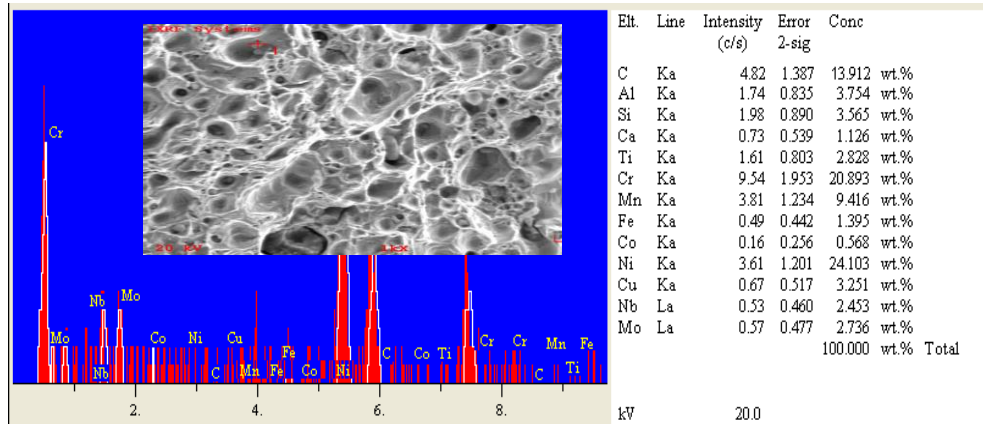
Ni esaslı süperalaşımlarda minimum sünekliğin tane sınırı gevrekleşmesi, deformasyon mekanizmaları ve γ' irileşmesi gibi bazı önemli faktörlere bağlı olduğu rapor edilmiştir. Araştırmacılar uygulanan ısıl işlemin süresine ve sıcaklığına bağlı olarak yapısal değişimlerin oluşabileceği bu değişimlerin elde edilen kırık yüzey şekline etki edeceği bildirilmiştir [Sajjadi ve Zebarjad, 2006].

Ni-Mo alaşımlı demirin kırılma davranışı üzerine sıcaklığın etkisinin incelendiği bir çalışmadan çekme-darbe deneyleri yapılmış ve kırık yüzeyleri incelenmiştir. Çekme testi yapılmış yüzeylerde çukurcuklu bölgelerle karşılaşıldığı ve bu çukurcukların sığ olduğu belirtilmiştir. Esas malzemenin düşük süneklik ve yüksek mukavemet sergilediği bölgelerde sığ çukurcuklar görüleceği rapor edilmiştir [Chawla ve ark., 2008]. Şekil 6.65 ve 6.66'da verilen kırık yüzey görüntüleri Chawla ve arkadaşlarının elde ettiği görüntüler ile paralellik sergilemektedir. Şekil 6.65 ve 6.66'da verilen kırık yüzeylerde sığ çukurcuklar olduğu görülmüştür. Bu sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde elde edilen çekme deney sonuçlarını kırık yüzey görüntüleri destekler niteliktedir. Şekil 6.65 ve 6.66'da verilen kırık yüzey resimlerinde bu sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde çekme deneyi sonucu sığ çukurcuklu bölgeler oluşmuştur. Bunun sebebi olarak sinterleme sıcaklığına bağlı matris yapının içerisinde oluşabilecek çeşitli fazların mukavemeti artırdığı ve sünekliliği azalttığı düşünülmektedir.

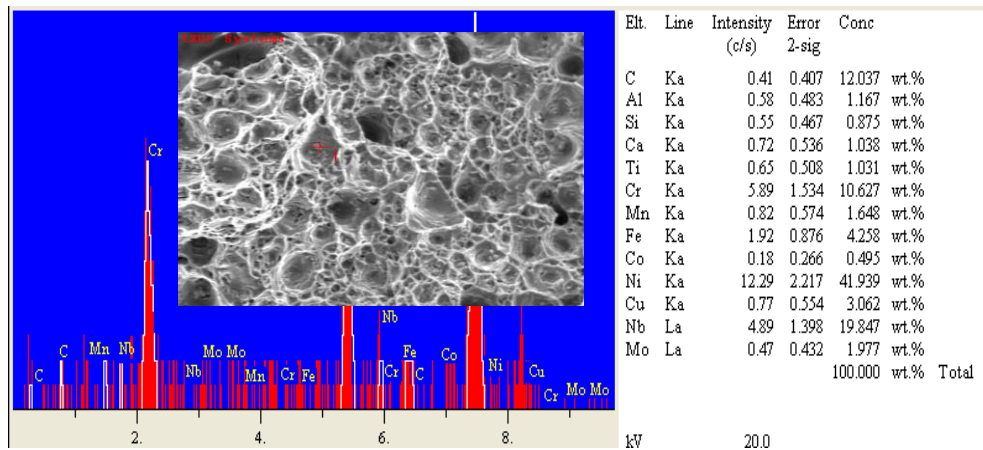
1290, 1300 ve 1310°C'de sinterlenmiş numunelere ait kırık yüzey analizleri içerisinde çeşitli partiküllere rastlanmıştır. Bu partiküllerin muhtevasını tespit etmek amacı ile Şekil 6.64-6.66'da verilen kırık yüzey SEM görüntüleri üzerinden bazı bölgelerde varlığı tespit edilen partiküller üzerinden EDX analizleri yapılmıştır ve Şekil 6.67-6.69'da verilmiştir. Şekil 6.68 ve 6.69'da verilen analiz değerlerini belirtilen sinterleme sıcaklıklarında karbür oluşumu düşüncesini destekler niteliktedir.



Şekil 6.67. 1290°C’de sinterlenmiş numuneye ait partikül analizi



Şekil 6.68. 1300°C’de sinterlenmiş numuneye ait partikül analizi



Şekil 6.69. 1310°C’de sinterlenmiş numuneye ait partikül analizi

7. SONUÇLAR

Küresel şekilli nikel esaslı süperalaşım INCONEL 625 tozu K1 ve K2 bağlayıcı sistemleri ile karıştırılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Besleme stoklarının reolojik özellikleri incelenmiştir. Reoloji sonuçlarına göre özgün bir bağlayıcı sistemi olarak K3 geliştirilmiştir. Geliştirilen K3 sistemi INCONEL 625 tozu ile karıştırılarak TEK işlemi gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalardan aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

- K1 bağlayıcı sistemi kullanılarak oluşturulan besleme stoklarında numunenin cihazdan akış şekli (spiral) ve numune yüzeyinin durumuna göre reolojik özellikler açısından en iyi sonuçlar %61 toz içeren besleme stoklarında 180°C sıcaklıkta ve 2,069 MPa basınçta elde edilmiştir.
- K2 sistemi kullanılarak yapılan çalışmalarda toz taşıma kapasitesi %59'dan %71'e çıkarılmıştır. Enjeksiyon parametreleri açısından en uygun viskozite ve kayma hızı değerleri %65 ve 67 toz yükleme oranlarında elde edilmiştir. %65 toz: viskozite; 121,114 Pa.s, kayma hızı; 161,023 s⁻¹ (160°C-0,298 MPa) %67 toz: viskozite; 113,742 Pa.s, kayma hızı; 171,460 s⁻¹ (160°C-0,298 MPa). INCONEL 625 tozu ve K2 için yukarıda verilen değerlere bağlı olarak kritik toz yükleme oranı hacimce %69 olarak tespit edilmiştir.
- INCONEL 625 tozu ve K3 kullanılarak hazırlanan besleme stoklarında hacimce %63 ve %65 toz yükleme oranlarında reolojik açıdan uygun değerler elde edilmiştir. K3 kürü ile hazırlanan besleme stokları için kritik toz yükleme oranı %67 olarak tespit edilmiştir.
- Bağlayıcı sistemleri içerisinde bulunan ve iskelet bağlayıcı olarak kullanılan PP'nin miktarının akışkanlığı zorlaştıran bir durum sergilediği belirtilse de ham parçanın yoğunluğunu artırması ve sinterleme aşamasına kadar parça şeklini muhafaza etmesi bakımından önemlidir. Bu duruma paralel olarak geliştirilen K3 sistemi içerisinde bulunan PP miktarı K1 ve K2 sistemlerine oranla daha fazladır ve reolojik özellikler açısından herhangi bir problem oluşturmamıştır.

- Özgün bir bağlayıcı formülü olarak geliştirilen K3 sistemi ile hazırlanan besleme stoklarında K1 ve K2 sistemlerine kıyasla daha yüksek ham mukavemet elde edilmiş olup ayrıca yapılan incelemelerde pürüzsüz (gözeneksiz) numune yüzeyleri tespit edilmiştir.
- Bütün besleme stokları pseudoplastik akış tipine uygun akış sergilemişlerdir bu durum kullanılan bağlayıcı sistemlerinin (K1, K2, K3) enjeksiyon kalıplama işlemleri için uygun olduğunun göstergesidir.
- Hacimce %65 oranında INCONEL 625 tozu ve %35 K3 içeren besleme stokları hazırlanmış ve çekme numunesi olarak kalıplanmıştır. Kalıplama işlemi sırasında elde edilen reoloji sonuçları ve parametreleri dikkate alınmıştır. 180 ve 185°C sıcaklıklar da yapılan denemelerde tam dolum elde edilmiştir ve herhangi bir çapaklanma durumu ile karşılaşılmamıştır.
- %65 oranında INCONEL 625 tozu ve %35 K3 içeren besleme stokları iki farklı bağlayıcı giderme (çözgen-ısı) işlemine tabi tutulmuştur. Heptan içerisinde yapılan çözündürme işlemlerinde wax tipi bağlayıcı bileşenlerinin 65°C sıcaklıkta tamamına yakınının çözündüğü tespit edilmiştir.
- Sinterleme işlemi sonrası yapılan yoğunluk ölçümlerinde en düşük yoğunluk değerine 1250°C sıcaklıkta (teorik % 90,9) en yüksek yoğunluğa 1290 ve 1300°C sıcaklıklarda (teorik % 98) ulaşılmıştır. Genel olarak artan sinterleme sıcaklığına bağlı yoğunlukta artış olduğu tespit edilmiştir. 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda ise yoğunlukta kısmi bir azalma gözlenmiştir, bu durumun artan sıcaklığa bağlı olarak mikro yapı içerisinde bulunan gözeneklerdeki birleşmeden kaynaklandığı düşünülmektedir.
- 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda sinterlenmiş numunelerde elde edilen XRD piklerinde farklı tepkime bölgeleri gözlenmiştir. Bu sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri ile kafes düzleminde bir düzensizlik oluşabileceği düşünülmektedir. Sinterlenme işlemi sonrası elde edilen XRD pikleri kullanılarak numunelerin kafes parametreleri hesaplanmıştır. 1300 ve 1310°C de sinterlenmiş

numunelerin kafes parametrelerinde artış tespit edilmiştir. Bu durumun kafes düzeninde bir değişikliğe neden olduğu düşünülmektedir.

- Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak sertlik değerleri minimum 181 HV_{0.1} maksimum 251 HV_{0.1} aralığında değişmektedir. Maksimum sertlik değerine 251 HV_{0.1} sertlik ile 1310°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işleminde ulaşılmıştır. Bu sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi ile yapı içerisinde oluşan karbürlerin kafes çarpılmasına neden olduğu ve bu durumun sertlik artışına neden olduğu düşünülmektedir.
- En düşük akma (270 MPa) ve çekme (543MPa) mukavemeti değerleri 1270°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde tespit edilmiştir. 1290°C sıcaklıkta 1 saat sinterleme süresinde elde edilen akma mukavemeti ve çekme mukavemeti değerleri sırasıyla yaklaşık 350 ve 600 MPa civarındadır. Yüzde uzama miktarı ise yaklaşık % 23 ± 3 olarak hesaplanmıştır. 1300 ve 1310°C sıcaklıklar da sinterlenmiş numunelerde elde edilen ortalama akma mukavemeti 395-405 MPa aralığında, çekme mukavemeti ise 634-664 MPa aralığında ve yüzde uzama miktarı %12-14 aralığında değişmektedir. 1300 ve 1310°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemleri ile en yüksek çekme mukavemeti değerleri elde edilmiş olsa da numunelerin tipik bir sünek kopma sergilemedikleri dikkate alınmalıdır. Elde edilen yoğunluk, sertlik, çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri bir arada dikkate alındığında INCONEL 625 alaşımının 1290°C'de sinterlemesinin daha uygun olacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- Abolhasani, H., Muhamad, N., “A new starch-based binder for metal injection molding”, *Journal of Materials Processing Technology* 210: 961-968 (2010).
- Adames, J.M., “Characterization of Polymeric Binders For Metal Injection Molding (Mim) Process”, Doctor of Philosophy”, *The Graduate Faculty of The University of Akron*, 1-46 (2007).
- Ahn, S., Jin P.S., Lee, S.V., Atre, S., German, R. M., “Effect of powders and binders on material properties and molding parameters in iron and stainless steel powder injection molding process”, *Powder Technology* 193, 162–169 (2009).
- Altın, A., “Nikel esaslı Inconel 718 süper alaşımının işlenebilirliğinin incelenmesi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 3-33 (2005).
- Amin, S.Y.M., Jamaludin, K.R., Muhamad, M., "Rheological Properties of SS316L MIM Feedstock Prepared with Different Particle Sizes and Powder Loadings", *Journal - The Institution of Engineers, Malaysia*, 71(2): 59-63 (2009).
- Amin, S.Y.M., Muhamad, M, Jamaludin, K.R., Abdullah, S., Rahman, M.N., " Rheological investigation of MIM MIM Feedstock Prepared with Different Particle Sizes", *World Engineering Congress 2007*, Penang, Malaysia, 211-218 (2007).
- Anwar, M.Y., Messer, P.F., Ellis, B., Davies, H.A., “Injection Moulding of 316L Stainless Steel Powder Using Novel Binder System“, *Powder Metallurgy*, 38: 113-119 (1995).
- Ashby, M.F., “A first report on sintering diagrams”, *Acta Metallurgica*, 22(3): 275-289 (1974).
- Askeland, D.R., “Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri”, Mehmet Erdoğan, *Nobel Yayın Dağıtım*, 34-74 (1998).
- Ates, H., “Ferritik Süperalaşımın Sürtünme Kaynağı ile Kaynaklanabilirliğinin Araştırılması”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 10-41 (2003).
- Bahadır, B., “Süperalaşımın açık ve kontrollü atmosferde dökümü”, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 5-11 (2010).
- Bakan, H.I., Jumadi, Y., Messer, P.F., H.A., Davies, Ellis, B., “Study of processing parameters for MIM feedstock based on composite PEG-PMMA binder”, *Powder Metallurgy*, 41: 289-291 (1998).

Bakan, H., Erođlu, Ő., Baykara, T., Davies, H., “Suda özünen Bađlayıcı Sistemi Kullanılarak 316L Tozunun Enjeksiyonla Kalıplanması”, **II. Ulusal Toz Metalurjisi Kongresi**, Ankara, 703-715 (1999).

Bakan, H. I., Heaney, D., German, R. M., “Effect of nickel boride and boron additions on sintering characteristics of injection moulded 316L powder using water soluble binder system”, **Powder Metallurgy** 44, 3, 235-242 (2001).

Barbosa, A. P. C., " Development of the 2-Component - Injection Moulding for Metal Powders", **Forschungszentrum Jülich GmbH Institute of Energy and Climate Research Materials Synthesis and Processing**", 127: 13-75 (2011).

Berber, M., “Toz Enjeksiyon Kalıplama ile Steatitten Üretilmiş Parçaların Sinterleme Davranışlarının Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 80-82 (2005).

Bose, A., Otsuka, I., Yoshida, T., Toyoshima, H., “Metal Injection Molding of Ultra-Fine 316L Stainless Steel Powders”, **Reprinted by permission from Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials**, 1-12 (2007).

Carreau, P.J., Kee, D.C.R.D., Chhabra, R.P., “Rheology of polymeric systems”, **Hanser/Gardner Publications**, Cincinnati, 1-132 (1997).

Chawla, V., Batra, U., Puri, D., Chawla, A., “To Study the Effect of Austempering Temperature on Fracture Behaviour of Ni-Mo Austempered Ductile Iron (ADI)”, **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**, 7(4): 307-316 (2008).

Cheng, L.H., Hwang, K.S., Fan, Y.L., “Molding Properties and Causes of Deterioration of Recycled Powder Injection Molding Feedstock” **Metallurgical and Materials TransactionsA**: 3210 – 3216 (2009).

Choudhury, I.A., El-Baradie, M.A., “Machinability of nickel-base super alloys: a general review”, **Journal of Materials Processing Technology** 77 . 278–284 (1998).

Chung, K. H., Lee, J., Rodriguez, R., Lavernia, E.J., “Grain Growth Behavior of Cryomilled Inconel 625 Powder During Isothermal Heat Treatment”, **Metallurgical and Materials TransactionsA**, 33A: 125–134 (2002).

Cieslak M. J., “The solidification behavior of an alloy 625/718 variant”, **Proceedings of the International Symposium on the Metallurgy and Applications of Superalloys 718, 625 and Various Derivatives**, Pittsburgh, Pennsylvania, 71–80 (1991).

Contreras, J.M., Jiménez-Morales, A., Torralba, J.M. “Influence Of Particle Size Distribution And Chemical Composition Of The Powder On Final Properties Of Inconel 718 Fabricated By Metal Injection Moulding (Mim)”, **PIM International**, 4(1): 67-70 (2010).

Cui, D. W., Qu, X. H., Guo, P. Li, K. “Sintering optimisation and solution annealing of high nitrogen nickel free austenitic stainless steels prepared by PIM”, *Powder Metallurgy*, 53(1): 91-95 (2010).

Çay, V.V., Ozan, S., “ Süperalaşım ve Uygulama Alanları”, *Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları*, 178-188 (2005).

Çelebi, N., “Modern Farmasötik Teknoloji”, *Türk Eczacılar Birliği Eczacılık Akademisi Yayınları*, 392-405 (2009).

Çelik, A., “Nikel esaslı süperalaşımın talaşlı işlenmesi için SiAlON esaslı kompozit malzemelerin geliştirilmesi”, *Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 3-15 (2006).

Das, S.K., Lasalle, J.C., Goldenberg, J.M., Lu, J., “ Development of Advanced Materials By Aqueous Metal Injection Molding”, *Nano and Microstructural Design of Advanced Materials*, 69-78 (2003).

Davies, P.A., Dunstan, G.R., D.F., Heaney, Mueller, T.J., “Comparison of masteralloy and prealloyed 316L stainless steel powders for metal injection moulding (MIM)”, *Proc. Int. Conf. Powder, Met. And Particulate Material*, Chicago, (2004).

Dinda, G.P., Dasgupta, A.K., Mazumder, J., “Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability”, *Materials Science and Engineering A* 509, 98-104 (2009).

Donachie M.J., Donachie, S.J., “Superalloys: A Technical Guide”, *ASM International*, 2. Baskı, 1-150 (2002).

Dul, I., “Application and processing of nickel alloys in the aviation industry”, *Welding International* 27(1): 48–56 (2013)

Erdem, M., “Mekanik Alaşım Yöntemi İle Ni Esaslı Bir Süperalaşımın Üretilmesi ve Mikro Yapısal, Mekanik ve Oksitlenme Özelliklerinin Araştırılması”, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Doktora tezi, 53-57 (2007).

Erdem, O., “Toz Enjeksiyon Yöntemiyle Kalıplanmış Mgo Takviyeli Alüminanın Mekanik Özelliklerinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 29-40 (2010).

Ergül, E., “Ti-6Al-4V Parçaların Toz Enjeksiyon Kalıplama Metodu İle Üretilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 4-59 (2007).

Eiselstein, H.L., Tillack, D.J., “ The Investion and Definition of Alloy 625”, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, The Minerals, Metals and Materials Society*, 1-14 (1991).

Enneti, R.K., Shivashankar, T.S., Park, S.J., German, R.M., Atre, S.V., “Master debinding curves for solvent extraction of binders in powder injection molding”, *Powder Technology* **228**, 14–17 (2012).

Eroğlu, S., Bakan, H.I., “Solvent Debinding Kinetics and Sintered Properties of Injection Moulded 316L Stainless Steel Powder“, *Powder Metallurgy*, 48: 329-332 (2005).

Ezugwu, E. O., Bonney, J., Yamane, Y., “An overview of the machinability of aeroengine alloys”, *Journal of Materials Processing Technology*, 134, 233-253 (2003).

Ferrer, L., Pieraggi, B., Uginet, F., “Microstructural Evolution During Thermomechanical Processing Of Alloy 625” *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives Edited by Edward A., The Minerals, Metals & Materials Society*, 217-228 (1991).

Garimella, L., Liaw, P.K., Klarstrom, D.L., “Fatigue Behavior in Nickel Based Superalloys: A Literature Review”, *JOM*, 67-71 (1997).

German, R.M., “Powder Injection Molding”, *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, NJ, 219-276 (1990).

German, R.M., “Sintering Theory and Practice”, *Wiley-Interscience*, New York, 5-95 (1996).

German, R.M., Bose, A., “Injection Molding of Metals and Ceramics”, *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, NJ, (1997).

German, R.M., “A Rationalization of the Powder Injection Molding Process for Stainless Steels Based on Component Features,” *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, NJ, 71-83 (1998).

German, R. M. ‘Powder metallurgy and particulate materials processing’, *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, NJ, 11-186 (2005).

German, R.M., “ Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri”, Süleyman Sarıtaş, Mehmet Türker, Nuri Durlu, *Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları*, Ankara, 131-231 (2007).

German, R. M. Suri, P., Park, S. J., “Review: liquid phase sintering”, *J. Mater. Sci.* 44: 1-39 (2009).

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, 39-42, 53-60 (2003).

Gülsoy, H.Ö., “Toz Enjeksiyon Kalıplama Metodu ile Üretilmiş 17-4 PhPaslanmaz Çelik Parçalara Yapılan İki Tip Bor İlavesinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi”, Doktora Tezi, *Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2003).

Gülsoy, H.O., German, R.M., “ Production of micro-porous austenitic stainless steel by powder injection molding”, *Scripta Material* 58: 295-298 (2008).

Gülsoy, H.O., Karataş Ç., “ Development of poly(2-ethyl-2-oxaline) based water-soluble binder for injection molding of stainless steel powder”, *Materials and Design* 28: 2488-2491 (2007).

Gülsoy, H.O., Ozbek, S., Gunay, V., Baykara, T.,” Mechanical Properties of Powder Injection Molded Ni-Based Superalloys” *Advanced Materials Research* 278, 289-294 (2011.)

Guo, Q., Li, D., Guo, S., Peng, H., Hu, J.” The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy” *Journal of Nuclear Materials* 414, 440–450 (2011).

Günebakmaz, S., “Toz Metalurjisi Yöntemi İle Inconel 718 Süperalaşımının Üretimi ve Özelliklerinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 9-54 (2007).

Hausnerova, B., Kitano, T., Kuritka, I., Prindis, J., Marcanikova, L., “The Role of Powder Particle Size Distribution in the Processability of Powder Injection Molding Compounds”, *International Journal of Polymer Analysis and Characterization* 16: 141-151 (2011).

Heaney, D.F., Spina, R., “Shrinkage prediction of MIM parts by finite element simulation”, *International Journal of Computational Materials Science and Surface Engineering*, 1, 57-72 (2007).

Hernandez, J., Murr, L. E., Amato, K. N., Martinez, E., Shindo, P. W., Terrazas, C. A., Rodriguez, E., Medina, F., Wicker, R. B., Li, S. J., Cheng, X. Y., Yang, F. “Microstructures and Properties for a Superalloy Powder Mixture Processed by Electron Beam Melting”, *Journal of Materials Science Research*; 1(3): 124-143 (2012).

Hidalgo, J., Contreras, J.M., Baile, B., Jiménez-Morales, A., Torralba, J. M. “Rheological And Thermal Behavior Of Powder Injection Moulding (PIM) Feedstocks Fabricated With Binder Systems Based On Waxes” *PM2010 World Congress – Powder Injection Moulding*, Floransa, İtalya, (2010).

Hidalgo, J., Contreras, J.M., González, S., Jiménez-Morales, A., J.M. Torralba, “ Rheological Behaviour of Powder Injection Moulding (Pim) Feedstocks Fabricated with a Thermoplastic Binder System Based on Polysaccharides”, *PM2010 World Congress*, Floransa, İtalya, (2010).

Hidalgo, J., Jiménez-Morales, A., Torralba, J.M., " Torque rheology of zircon feedstocks for powder injection moulding", *Journal of the European Ceramic Society, in press*, (2012).

Hsu, K.C., Tsai, P.C., “The spiral flow analysis on the injection molding of Alumina powder-an experimental desing”, *Ceramics International* 21, 439-443 (1995).

Huang, B., Liang, S., Qu, X., “ The rheology of metal injection molding”, *Journal of Materials Processing Technology* 137, 132-137, (2003).

Huang, M.S., Hsu, H.C., “Effect of backbone polymer on properties of 316L stainless steel MIM compact”, *Journal of Materials Processing Technology* 209: 5527–5535 (2009).

Hwang, K.S., “Fundamentals of debinding processes in powder injection moulding”, *Reviews in particulate materials* 4, 71-103 (1996).

Ibrahim, M.H.I., Muhamad, N., Sulong, A.B., “Rheological Investigation Of Water Atomised Stainless Steel Powder For Micro Metal Injection Molding”, *International Journal of Mechanical and Materials Engineering (IJMME)*, 4(1): 1-8 (2009).

Ibrahim, R., Azmiruddin, M., Jabir, M., Johari, N., Muhamad, M., Talib, A.R.A., " Injection Molding of Inconel 718 Parts for Aerospace Application Using Novel Binder System Based on Palm Oil Derivatives", *World Academy of Science, Engineering and Technology* 70, 526-530 (2012).

İhvan, S., “Metal Enjeksiyon Kalıplama ile Gozenekli Metal Üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 12-44 (2008).

Johnson, J.L., Tan, L.K., Suri, P., German, R.M., “Mechanical Properties and Corrosion Resistance of MIM Ni-based Superalloys”, *Presented at PM2Tec2004*, MPIF, Chicago, 89–101 (2004).

Johnson, J.L., Tan, L.K., Suri, P., German, R.M., “Mechanical Properties and Corrosion Resistance of MIM Ni-Based Superalloys, PIM Compilation III: *Secondary Processing and material properties, metal powder Industries federation* , Denver, CO. (2007)

Julien, B., Despres, M.,” Metal Injection Moulding: A Near Net Shape Fabrication Method for the Manufacture of Turbine Engine Component” *In Cost Effective Manufacture via Net-Shape Processing Meeting Proceedings RTO-MP-AVT-139*, 8(1): 8-16 (2006).

Kahraman, F., “ Süperalaşımın Nitrürlenerek Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 30-41 (2008).

Karataş, Ç., “Toz Enjeksiyon Kalıplamada Karışımın Reolojisi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü*, Ankara, 30-85 (1997).

Karataş, Ç., Sarıtaş, S., “ Toz Enjeksiyon Kalıplama : Bir İleri Teknoloji İmalat Metodu”, *Gazi Üni. Müh. Mim. Fak. Der.* 13, (2): 193-228 (1998).

Karataş, Ç., Sarıtaş, S., “316L Paslanmaz Çelik Tozları ve Polipropilen Esaslı Bağlayıcı Karışımlarının Reolojik Özellikleri”, *Tübitak*, 353-363 (1998).

Karataş, C.,Kocer, A., Ünal, H.I., Sarıtaş, S., “Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic binders”, *Journal of Materials Processing Technology.* 152: 77-83 (2004).

Karatas, Ç., Gokten, M., Unal, H.I., Sarıtaş, S., Uslan I., “Investigation of Reological Properties of the Feedstocks Composed of Steatite and 316L Stainless Steel Powder and PEG Based Resins” , *Euro PM*, 367-373 (2005).

Kawthar-Ali, M.H., “Mechanical and Electrochemical Properties of Inconel Alloy 617 After Refurbishment Through Heat Treatment, Doctora Thesis, *School of Mechanical and Manufacturing Engineering, Dublin City University*, 20-55 (2002).

Klöden,B., Jehring,U., Weißgärber,T., Kieback,B.,” High-Temperature Properties of MIM-Processed Superalloys”, *PM2010 World Congress*, Floransa, İtalya, (2010).

Kim, D., " Gas-Assisted Powder Injection Molding: A Comparison Of Residual Wall Thickness Between Metal Cavity Vs. Sla Cavity And Effect Of Mold Temperature On Residual Wall Thickness", *Master Of Science, University of Texas-Pan American*, 4-14 (2010).

Kim, D., Ahn, S.,Lee,K. H., Nambiar,R., Chung,S.W., Park,S. J., GermanR.M. “Gas-assisted powder injection molding: A study about residual wall thickness, *Powder Technology*, 239, 389–402 (2013).

Kulkarni, K. M., “Dimensional Precision of MIM Parts under Production conditions,” *The International Journal of Powder Metallurgy*, 33(4): 29-41 (1997).

Lal, A. , Iacocca, R. G., German, R. M., “Microstructural evolution during the supersolidus liquid phase sintering of nickel-based prealloyed powder mixtures” *Journal Of Materials Science*35, 4507 – 4518 (2000).

Lee, S.H., Jeung, W.Y., “Anistropic Injection Molding of Strontium Ferrite Powder Using a PP/PEG Binder System”, *Journal Magnetism And Magnetic Materials*, 226 (30): 1400-1402 (2001).

Li, Y., Li, L., Khalil, K.A., “Effect of powder loading on metal injection molding stainless steels”, *Journal of Materials Processing Technology* **183**: 432–439 (2007).

Li, D., Hou, H., Tan, Z., Lee, K., “Metal injection molding of pure molybdenum” *Advanced Powder Technology* **20**, 480–487 (2009).

Li, S., Huang, B., Li, D., Li, Y., Liang, S., Zhou, H., “Influences sintering atmospheres on densification process of injection moulded gas atomised 316L stainless steel”, *Powder Metallurgy*, **46**(3): 241-245 (2003).

Liu, J., Lal, A. and German, R. M., “Densification and Shape Retention in Supersolidus Liquid Phase Sintering”, *Acta. Mater*, **47**(18): 4615 (1999).

Liu, Z.Y., Loh, N.H. Tor, S.B., Khor, K.A., “Characterization of powder injection molding feedstock”, *Materials Characterization* **49**, 313– 320 (2003).

Loebbecke, B., Knitter, R., Haußelt, J., “Rheological properties of alumina feedstocks for the low-pressure injection moulding process”, *Journal of the European Ceramic Society* **29**, 1595–1602 (2009).

Mahani, Y., Zuhailawati, H.” Effect of Compaction Pressure on Microstructure and Properties of Copper-based Composite Prepared by Mechanical Alloying and Powder Metallurgy” *The 2nd International Conference on Sustainable Materials Engineering*, (ICoSM2013), 345- 348 (2013).

Maheshwari, A., “The Effects of Process Parameters on the Shrink age and Tensile Properties of Stainless Steel and The Conductivity of Graphite in Powder Injection Molding”, Master of Science, *University of Massachusetts Lowell*, (2001).

Martens, T., “Micro Feature Enhanced Sinter Bonding of Metal Injection Molded (MIM) Parts to a Solid Substrate”, PhD thesis, *Automotive Engineering, Clemson University*, 3-20 (2011).

Mathew, M.D., “ Parameswaran, P., Bhanu Sankara Rao, K. Microstructural changes in alloy 625 during high temperature creep”, *Materials Characterization* **59**, 508-513 (2008).

Matsui, I., Takigawa, Y., Uesugi, T., Higashi, K., “Influence of Bath Composition on Tensile Ductility in Electrodeposited Bulk Nanocrystalline Nickel”, *Materials Transactions*, **52**(2): 142 – 146 (2011).

Matula, G., “Carbide alloyed composite manufactured with the Powder Injection Moulding method and sinterhardened”, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, **42**, 164-171 (2010).

Medeiros, S.C., Frazier, W.G., Prasad, Y.V.R.K., “Hot Deformation Mechanisms in a Powder Metallurgy Nickel-Base Superalloy INCONEL 625” *Metallurgical And Materials Transactions*, 2317-2325 (2000).

Merlin, P.W., “Design and Development of the Blackbird: Challenges and Lessons Learned”, *47th AIAA Aerospace Sciences Meeting Including The New Horizons Forum and Aerospace Exposition*, 5 - 8 January, Orlando, Florida, (2009).

Mitra, J., Dubey, J.S., Banerjee, S. “Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625” *Scripta Materialia Volume 49*, 1209-1214 (2003).

Miura, H., Ikeda, H., Iwahashi, T., Osada, T., “High Temperature and Fatigue Properties of Injection Moulded Superalloy Compacts”, *PM2010 World Congress*, (2010).

Mohsin, I.U., Gierl, C., Danninger, H., Momeni, M., “Thermal de-binding kinetics of injection molded W-8%Ni-2%Cu”, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 29, 729–732 (2011).

Momeni, H., Razavi, H., Shabestari, S.G., “Effect Of Supersolidus Liquid Phase Sintering on the Microstructure and Densification of the Al-Cu-Mg Prealloyed Powder”, *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, 8(2): 10-17 (2011).

Motorcu, A.R., “Nikel esaslı süperalaşımların ve titanyum alaşımlarının işlenebilirliği, II. Bölüm: Seramik Kesici takımların performanslarının değerlendirilmesi”, *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 7(2): 1-17 (2010).

Murr, L. E., Martinez, E., Gaytan, S. M., Ramirez, D. A., Machado, B. I., Shindo, P. W., Wicker, R. B. “Microstructural architecture, microstructures, and mechanical properties for a nickel-base superalloy fabricated by electron beam melting.”, *Metall. Mater. Trans. A.*, 42A, 3491-3508 (2011).

Nyberg, E., Miller, M., Simmons, K., Scott Weil, K., “Microstructure and mechanical properties of titanium components fabricated by a new powder injection molding technique”, *Materials Science and Engineering: C*, 336-342 (2005).

Olevsky, E.A., German, R.M., “Effect of gravity on dimensional change during sintering--I. Shrinkage anisotropy”, *Acta Materialia*, 48, 1153-1166 (2000).

Omar, M.A., Ibrahim R., Sidik M.I., Mustapha M., Mohamad M., “Rapid Debinding of 316L Stainless Steel Injection Moulded Component”, *J. Materials Processing Technology*, 140: 397-400 (2003).

Özer, M. ve Orhan, M., “Lazer Kırınım Yöntemiyle Zeminlerin Tane Büyüklüğü Dağılımının Belirlenmesi Genel İlkeler ve Örnek Hazırlama Yöntemi”, *G.Ü M.M. F. Dergisi*, 22(2): 217-226 (2007).

Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Fındık, F., Yılmaz, R., “NI 625 süperalaşımının toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmesi, **6. International Powder Metallurgy Conference and Exhibition**, 200-207, Ankara, Turkey (2011).

Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Fındık, F., Yılmaz, R., “Yaşlandırma Isıl İşleminin Toz Enjeksiyon Kalıplama Metodu ile Üretilmiş Süperalaşımın Aşınma Davranışına Etkisi”, **6. International Powder Metallurgy Conference and Exhibition**, 574-579 Ankara, Turkey, (2011).

Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Fındık, F., Yılmaz, R., “ Microstructure and mechanical properties of injection moulded Nimonic – 90 superalloy parts”, *PowderMetallurgy*, 1-10 (2012).

Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R., Fındık, F., “Injection molding of nickel based 625 superalloy: Sintering, heat treatment, microstructure and mechanical properties”, *Journal of Alloys and Compounds* 546, 192-207 (2013).

Özgün, Ö., Gülsoy, H.Ö., Yılmaz, R., Fındık, F., “Microstructural and mechanical characterization of injection molded 718 superalloy powders”, *Journal of Alloys and Compounds* 576, 140-153 (2013).

Pai, H.C., Sundararamana, M., Maji, B.C., Biswas, A., Krishnan, M., “Influence of Mo addition on the solvus temperature of Ni₂(Cr,Mo) phase in Ni₂(Cr,Mo) alloys” *Journal of Alloys and Compounds* 49, 159-164 (2010).

Park, M.S., Kim, J.K., Ahn, S., Sung, H.J., "Water-soluble binder of cellulose acetatebutyrate/poly(ethylene glycol) blend for powder injection molding", *Journal of Materials Science*36, 5531-5536 (2001).

Patel, S.J., Smith, G.D., “The Role of Niobium in Wrought Superalloys”, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 135–154 (2005).

Paulonis, D.F., Schirra, J.J., “Alloy 718 At Pratt & WhitneyhistoricalPerspective And Future Challenges”, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals and Materials Society*, 13-23 (2001).

Pawade, R.S.,Joshi, S. S., Brahmkankar, P.K., Rahman, M., , “An investigation of cutting forces and surface damage in high-speed turning of Inconel 718”, *Journal of Materials Processing Technology*, 192(193): 139–146 (2007).

Piotter, V., Mueller, T., Plewa, K., Prokop, J.,“Manufacturing of complexshaped ceramic components by micropowder injection molding”, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 46, 131-134 (2010).

Pollock, T. M., "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties", *Journal of Propulsion and Power*, 22(2): 361-374 (2006).

Porter, M.A., "Effects of Binder Systems for Metal Injection Moulding", Master's Thesis, *MSc Programmes in Engineering, Lulea University of Technology*, 6-55 (2003).

Pyczak, F., Devrient, B., Mughrabi, H., "The Effects of Different Alloying Elements On The Thermal Expansion Coefficients, Lattice Constants and Misfit of Nickel-Based Superalloys Investigated By X-Ray Diffraction" *TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*, 827-836 (2004).

Rai, S. K., Kumar, A., Shankar, V., Jayakumar, T., BhanuSankaraRao, K., BaldevRaj, "Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements", *ScriptaMaterialia* 51, 59-63 (2004).

Rak, Z.S., "New trend in powder injection moulding", *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 38, 126-132 (1999).

Raza, M.R., Ahmad, F., Omar, M.A., German, R.M., "Binder Removal from Powder Injection Molded 316L Stainless Steel", *Journal of Applied Science* 11, 2042-2047 (2011).

Raza, M. R., Ahmad, F., Omar, M.A., German, R.M., "Effects of cooling rate on mechanical properties and corrosion resistance of vacuum sintered powder injection molded 316L stainless steel", *Journal of Materials Processing Technology* 212, 164-170 (2012).

Rhee, B.O., "Processing Behavior of Powder/Binder Mixtures in Powder Injection Molding-Binder Separation and Quick Freezing", Ph.D Thesis, *Rensselaer Polytechnic Institute Troy, New York*, 90-109 (1992).

Ristic, M.M., Milosevic, S.Dj., "Frenkel's Theory of Sintering", *Science of Sintering*, 38, 7-11 (2006).

Roberjot, S., Auzene, D., Iordache, L., Ropot, J.M. "Water solvent debinding for pum parts", *PM2010 World Congress*, Floransa, Italia (2010).

Ruprecht, R., Gietzelt, T., Muller, K., Piotter, V., Haubelt, J., "Injectionmolding of microstructured components from plastics, metals and ceramics", *Microsystem Technologies*, 8, 351-358 (2002).

Sabancı, Ş., "Fiber Takviyeli Polimer Matriksli Kompozitlerin Enjeksiyon Yöntemi ile Üretimi", Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, (2005).

Sago, J.A., "Development and evaluation of p/m processing techniques to improve and control the mechanical properties of metal injection molded parts", Doctora Thesis, *University of Missouri-Rolla*, 17-119 (2004).

Sajjadi, S.A., Zebarjad, S.M., "Study of fracture mechanisms of a Ni-Basesuper alloy at different temperatures", *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 18, 227-230 (2006).

Semiatin, S. L., McClary, K. E., Rollett, A. D., Roberts, C. G., Payton, E. J., Zhang, F., Gabb, T. P., "Microstructure Evolution during Supersolvus Heat Treatment of a Powder Metallurgy Nickel-Base Superalloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1649-1661 (2012).

Setasuwon, P., Bunchavimonchet, A., Danchaiwijit, S., "The effects of binder components in wax/oil systems for metal injection molding", *Journal of Materials Processing Technology* 196: 94-100 (2008).

Seyssiecq, I., Ferrasse, J., Roche, N., "State-of-the-art: Rheological Characterisation of Wastewater Treatment Sludge", *Biochemical Engineering Journal*, 16: 41-56 (2003).

Shankar, V., Rao, K. B. S., Mannan, S. L., "Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 625 Superalloy", *Journal of Nuclear Materials*, 288: 222-232 (2001).

Shengen, Z., Jianjun, T., Xuanhui, Q., Siwu, T., "Antioxidation Study of Sm(Co, Cu, Fe, Zr) - Sintered Permanent Magnets by Metal Injection Molding", *Journal of Rare Earths* 24, 569-573 (2006).

Shibo G., Xuanhui Q., Xinbo H., Ting Z., "Bohuave D., Powder injection molding of Ti-6Al-4V alloy", *Journal of Materials Processing Technology*, 173, 310-314 (2006).

Showaiter, N., Youseffi, M., "Compaction, Sintering and Mechanical Properties of Elemental 6061 Al Powder With and Without Sintering Aids", *Materials and Design*, 29, 752 (2008).

Simchi, A., "Densification and Microstructural Evolution during Co-sintering of Ni-Base Superalloy Powders", *Metallurgical And Materials Transactions A*, 37A, 2549-2557 (2006).

Smith, G. D., Tillack, D. J., Patel, S. J. "Alloy 625 - Impressive Past/Significant Presence/ A Wesome Future" *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals and Materials Society*, 35-46 (2001).

Song-lin, L., Yi-min, L., Xuan-hui, Q., Baryun, H., “Rheological properties of metal injection molding feedstock”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 12(1): 1-5 (2002).

Song, M., Park, M.,S., Kim, J.K., “Water-soluble binder with high flexural modulus for powder injection molding”, *Journal of Materials Science* 40, 1105-1109 (2005).

Song, K. H., Nakata, K., “Effect of precipitation on post-heat-treated Inconel 625 alloy after friction stir welding”, *Materials and Design*, 31: 2942-2947 (2010).

Sotomayor, M.E., Várez, A., Levenfeld, B., “Influence of powder particle size distribution on rheological properties of 316L powder injection moulding feedstocks”, *Powder Technology* 200, 30-36 (2010).

Sotomayor, M.E., Levenfeld, B., Várez, A., “Powder Injection Moulding of Premixed Ferritic and Austenitic Stainless Steel Powders”, *Materials Science & Engineering A*, (2010).

Sotomayor, M.E., Levenfeld, B., Várez, A., “Powder Injection Moulding Of Premixed Ferritic And Austenitic Stainless Steel Powders”, *Materials Science & Engineering A*, 528, 3480-3488 (2011).

Sundararaman, M., “The Role of Refractory Metal Additions in Precipitation Processes in Superalloys”, *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 22(4): 681-700 (2002).

Sung, H., Ha, T.K., Ahn, S., Chang, Y.W., “Powder Injection molding of a 17-4 PH stainless steel and effect of sintering temperature on its microstructure and mechanical properties”, *Journal of Materials Processing Technology*, 130-131: 321-327 (2002).

Supati, R., Loh, N.H., Khor, K.A., Tor, S.B., “Mixing and characterization of feedstock for powder injection molding”, *Materials Letters* 46, 109-114 (2000).

Suri, P., Atre, S.V., German, R.M., deSouza, J.P., “Effect of mixing on the rheology and particle characteristics of tungsten-based powder injection molding feedstock”, *Materials Science and Engineering: A*, 356, 1–2, 337-344 (2003).

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*, 390: 341-348 (2005).

Şelte, A., “Metal Enjeksiyon Kalıplama”, *Türk Mühendis ve Mimar Odası Birliği, Metalurji Mühendisleri Odası, Metalurji Dergisi*, 159 , 1-20 (2011).

Tay, B.Y., Loh, N.H., Tor, S.B., Ng, F.L., Fu, G., Lu, X.H., “Characterisation of micro gears produced by micro powder injection moulding”, *Powder Technology* 188: 179-182 (2009).

Tellkamp, V.L., Lau, M.L., Fabel, A., Lavernia, E.J., “Thermal spraying of nanocrystalline inconel 718”, *Nano structured Materials*, 9, 489-492 (1997).

TS EN 623-2, “İleri Teknoloji Seramikleri-Monolitik Seramikler-Yoğunluk ve Gözeneklilik Tayini”, *Türk Standartları Enstitüsü*, 1-7 (1999).

TS 2305, “Sinterlenmiş Geçirgen Metal Malzeme-Yoğunluk ve Açık Gözenekliliğin Tayini”, *Türk Standartları Enstitüsü*, 1-3 (1976).

Türker, M., “Effect of production parameters on the structure and morphology of Ag nanopowders produced by inert gas condensation”, *Materials Science and Engineering A* 367, 74–81 (2004).

Türker, M., Karataş, Ç., “Investigation of rheological properties of mechanically alloyed and turbula processed composite powder PIM feedstock by capillar rheometer”, *Powder Metallurgy* 47(1): 49-54 (2004).

Türker, M., Godlinski, D., Pohl, H., Petzold, F., “Rapid Prototyping of Inconel Alloys By Direct Metal Laser Sintering and Three Dimensional Printing”, *Proc. Euro PM2005*, European Powder Metallurgy Association The Czech Republic, (2005).

Türker, M., Godlinski, Petzold, F., “Effect of Production Parameters on the Properties of INCONEL 718 Superalloy By Three Dimensional Printing”, *Material Characterization*, 59(12): 1728-1735 (2008).

Uluer, O., “Enjeksiyon Kalıplamada Üç Boyutlu Polimer Ergiyik Akışların Sayısal Analizi Ve Deneysel İncelenmesi”, Doktora tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 44-45 (2009).

Uprak, Ş., “Toz enjeksiyon kalıplamada su bazlı bağlayıcı kullanarak oluşturulan süperalaşım tozlu besleme stoklarından parça üretiminin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 33-40 (2008).

Urtekin, L., “Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Steatit Seramiklerin Özelliklerine Kalıplama Ve Sinterleme Parametrelerinin Etkisinin İncelenmesi ”Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 45-96 (2008).

Urtekin, L., Uslan, İ., Tuç, B., “ Steatitin enjeksiyon kalıplama birliğine besleme stok reolojilerinin etkisinin araştırılması”, *Journal of faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 27(2): 333-341 (2012).

Ünal, N., “Development And Characterization Investigations of Ceramic Composites and Hard Magnets Fabricated By Powder Injection Molding”, Ph.D. Thesis, *Graduate School Of Science Engineering And Technology*, Istanbul Technical University, 5-49 (2012).

Valencia, J.J., McCabe, T., Hens, K., Hansen, J.O, and Bose, A., “Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 625 and 718 Alloys Processed by Powder Injection Molding,” *Conference on Superalloys 718, 625, 706, and Various Derivatives, compiled* by E.A. Loria , 935-45, TMS, Pittsburgh, PA, (1994).

Vander Voort, G.F., “Metallography of Superalloys”, *Materials Characterization*, 40-43 (2003).

Vervoort, P. J., Vetter, R., Duszczuk, J., “Overview of Powder Injection Molding”, *Advanced Performance Materials*, 3: 121–151 (1996).

Yang W.W., Yang K.Y., Hon H.H., “Effect of PEG molecular weight on rheological behaviour of alumina injection molding feedstock”, *Materials Chemistry and Physics*, 78, 416-424 (2002).

Yang, W.W., Yang, K.Y., Wang, M.C., Hon, M.H., “Solvent debinding mechanism for alumina injection molded compacts with water-soluble binders” *Ceramics International*, 29, 745-756 (2003).

Ye, H., Liu, X.Y., Hong, H., “Sintering of 17 – 4PH stainless steel feedstock for metal injection molding”, *Materials Letters* 62, 3334-3336 (2008).

Yiğit, İ., Ercan, Y., “Toz Enjeksiyon Kalıplama Makinasının Enjeksiyon Hızının Kontrolü”, *I. Ulusal Hidrolik Pnömatik Kongresi Ve Sergisi*, İzmir, 395-404 (1999).

Youhua, H., Yimin, L., Hao, H., Jia, L., Xiao, T., “Preparation and Mechanical Properties of Inconel 718 Alloy by Metal Injection Molding”, *Rare Metal Materials and Engineering*, 39(5): 0775-0780 (2010).

Youseffi, M., Menzies, I.A., “Injection Moulding of WC–6Co Powder Using Two New Binder Systems Based on Montanester Waxes and Water Soluble Gelling Polymers”, *Powder Metallurgy*, 62-65 (1997).

Yüksel, S., Göloğlu, C., “ Metal Enjeksiyon Kalıplamada Yolluk Tasarım Sistematiği”, *5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09)*, 13-15 Mayıs, Karabük, Türkiye (2009).

Zaky, M.T., Soliman, F.S., Farag, A.S., “Influence of paraffin wax characteristics on the formulation of wax-based binders and their debinding from green molded parts using two comparative techniques”, *Journal of Materials Processing Technology* 209: 5981–5989 (2009).

Zauner, R., Binet, C., Heaney, D. F., Piemme, J., “Variability of feedstock viscosity and its correlation with dimensional variability of green powder injection moulded components”, *Powder Metallurgy* 47(1): 1-6 (2004).

Zhang, H., He, X., Qu, X., Zhao, L., “Microstructure and Mechanical Properties of High Nb Containing TiAl Alloy Parts Fabricated by Metal Injection Molding”, *Materials Science and Engineering A*, 526, 31-37 (2009).

Zhong, Z., Ramesh, K., Yeo, S. H., “Grinding of nickel-based super-alloys and advanced ceramics”, *Mater. Manuf. Process* 16 (2): 195–207 (2001).

Zlatkov, B.S., Griesmayer, E., Loibl, H., Aleksic, O.S., Danninger, H., Gierl, C., Lukic, L.S., “Recent Advances in PIM Technology”, *Science of Sintering* 40, 79-88 (2008).

Zorzi, J.E., Perottoni, C.A., Jornada, J.A.H., “A new partially isostatic method for fast debinding of low-pressure injection molded ceramic parts”, *Materials Letters* 57, 3784 – 3788 (2003).

Xu, F., Lv, Y., Liu, Y., Shu, F., He, P., Xu, B., “Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process”, *J. Mater. Sci. Technol.*, 1-9 (2013).

Williams, N., “MIM2011 Conference: Industryre mains confident as markets and regions continue to evolve”, *Powder Injection Moulding International*, 5(2), 42-47 (2011).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : GÖKMEN, Uğur
 Uyuğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 18.12.1983 Ankara/Kızılcahamam
 Medeni hali : Evli
 Telefon : 0 530 664 55 99
 e-mail : ugurgokmen@gazi.edu.tr

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	M. tarihi
Y.Lisans	Gazi Üniversitesi/ Fen Bilimleri Enstitüsü	2009
Lisans	Gazi Üniversitesi/ TEF Metal Eğitimi Bölümü	2006
Lise	Keçiören E.M.L./ Elektronik Bölümü	2000

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2010-	Gazi Üniversitesi (ANKARA)	Öğretim Görevlisi

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

- Uğur Gökmen, Mehmet Türker, “Investigation of Rheological Properties of Feedstock Using The Backbone Binder Polypropylene for Injection Molding of In718 Superalloy Powder”, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, (In press) (2014).
- Arif Uzun, Uğur Gökmen, Hanifi Çinici, Hasan Koruk, Mehmet Türker “Investigation of Modal Properties of AlSi7 Foam Produced by Powder Metallurgy Technique”, Materials Testing, 55, 598-601 (2013).
- Uğur Gökmen, Mehmet Türker, “Effect of Al₂O₃ Addition on the Foamability Behaviour of Aluminum and Alumix 231 Based Metallic Foam”, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 27, 651-658 (2012).
- M.Türker, Y. Özçatalbaş, H. Çinici, U. Gökmen, A. Uzun, “ Effect of Foaming Agent on The Structure and Morphology of Al and Alumix 231 Foams Produced by Powder Metallurgy”, Materials Science Forum, 297 -302 (2011).

5. U. Gökmen, H. Karakoç, H. Ates, M. Türker, “ Investigation of the Weldability of Al₂O₃ Reinforced Alumix 231 Based Composite Materials Produced by Powder Metallurgy Route”, EURO PM2012, Basel, Switzerland, 465-470 (2012).
6. U. Gökmen, H. Ates, H. Karakoç, H. Çinici, " Investigation of the Joinability of B₄C Reinforced Alumix 231 Based Composite by Using TIG Welding Techniques”, EURO PM2012, Basel, Switzerland, 471-477 (2012).
7. Hanifi Cinici, Ruziye Camkerken, Hakan Ates, Uğur Gökmen, “ Microstructural Characterization of B₄C Reinforced Al Composites”, EURO PM2012, Basel, Switzerland, 483-488 (2012).
8. Uğur Gökmen, Halil Karakoç, Arif Uzun, Mehmet Türker, “B₄C takviyeli alüminyum köpüklerin köpürme özelliklerinin araştırılması”, 6. Uluslararası Toz Metalurjisi konferansı ve Sergisi, Ankara, Türkiye, 69 – 72 (2011).
9. Uğur Gökmen, Halil Karakoç, Hanifi Çinici, Mehmet Türker, “SiC ilavesinin Alumix 231 esaslı metalik köpüğün köpürme özelliklerine etkisi”, 6. Uluslararası Toz Metalurjisi konferansı ve Sergisi, Ankara, Türkiye, 787- 792 (2011).
10. M. Türker, Y. Özçatalbaş, U. Gökmen, A. Uzun, “ Effect of foaming agent on the structure and morphology of Al and Alumix 231 foams produced by powder metallurgy” 4th International Conference on Powder Metallurgy RoPM 2009, 8 - 11 July, Craiova, Romania (2009).
11. A. Uzun, U. Gökmen, M. Türker, “ Toz metalurjisi yöntemi ile üretilen Al esaslı metalik köpükte Si ilavesinin köpürmeye etkisi”, 5. Uluslar arası İleri Teknolojiler Sempozyumu (İATS'09), 13–15 Mayıs, Karabük/ Türkiye (2009).
12. M. Türker, H. Cinici, U. Gökmen, A. Uzun ve S. Sarıtaş, “Effects of Foaming Agent and Boron Carbide Additions on the Foamability Behavior of Al Based Metallic Foam Produced by Powder Metallurgy”, Powder Metallurgy World Congress, 8 – 12 June, Washington D.C., 271 – 277 (2008).
13. U. Gökmen, H. Çinici, Y. Özçatalbaş ve M. Türker, “Investigation of the effect of Al₂O₃ adition on the foambility behaviour of aluminium based metallic foam produced by PM techniques ”, 5. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı, 8-12 Ekim, Ankara / Türkiye (2008).
14. U. Gökmen, H. Çinici, Y. Özçatalbaş ve M. Türker, “Al₂O₃ Takviyeli metalik köpüğe köpürme sıcaklığı ve köpürtücü madde miktarının etkisinin araştırılması”, 5. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı, 8-12 Ekim, Ankara / Türkiye (2008).

Hobiler

Avlanmak, At'a binmek, Yüzmek.