



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**MİKRO GÖZENEKLİ TİTANYUM
PARÇALARIN TOZ ENJEKSİYON
KALIPLAMA YÖNTEMİYLE
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

Gülşah ENGİN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI
METAL EĞİTİMİ PROGRAMI

DANIŞMAN
Doç.Dr. H.Özkan GÜLSOY

İSTANBUL, 2013



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**MİKRO GÖZENEKLİ TİTANYUM
PARÇALARIN TOZ ENJEKSİYON
KALIPLAMA YÖNTEMİYLE
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

Gülşah ENGİN

522608004

YÜKSEK LİSANS TEZİ
METAL EĞİTİMİ ANABİLİM DALI
METAL EĞİTİMİ PROGRAMI

DANIŞMAN

Doç.Dr. H.Özkan GÜLSOY

İSTANBUL, 2013

MARMARA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Gülşah ENGİN' in "Mikro Gözenekli Titanyum Parçaların Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu" başlıklı tez çalışması, 8 Temmuz 2013 tarihinde savunulmuş ve jüri üyeleri tarafından başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri

Doç.Dr. H.Özkan GÜLSOY (Danışman)
M.Ü, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Böl.



Doç.Dr. Münir Taşdemir (Üye)
M.Ü, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Böl.



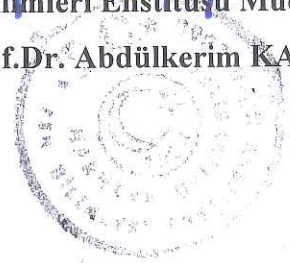
Yrd.Doç.Dr. Gürcan ATAÖK (Üye)
M.Ü, Teknik Eğitim Fakültesi, Makine Eğitimi Böl.



ONAY

Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 15.04.2013 tarih ve 2013/16.02 sayılı kararı ile Gülşah ENGİN'in Metal Eğitimi Anabilim Dalında Yüksek Lisans derecesi alması onanmıştır.


Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü
Prof.Dr. Abdülkerim KAR



ÖNSÖZ

Bu tez çalışmaları sırasında bilgi ve deneyimleri ile beni yönlendiren, saygıdeğer hocam Doç. Dr. H. Özkan GÜLSOY 'a,

Bizlerin yetişmesinde büyük emek ve katkıları bulunan saygıdeğer hocalarım Prof. Dr. Serdar SALMAN ve Prof. Dr. A. İrfan YÜKLER 'e,

Deneysel çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan ve tecrübelerini esirgemeyen TÜBİTAK-MAM MKTAE çalışanlarına,

Beni yetiştirip, bu günlere gelmemde gösterdikleri her türlü özveri ve desteklerinden dolayı annem Güler ENGİN, babam Nevzat ENGİN 'e ve tez çalışmam sırasında beni yüreklendiren kardeşim Murat ENGİN 'e,

Her zaman yanımda olan ve beni destekleyen eşim Hüseyin BİTEKER 'e

SONSUZ TEŞEKKÜRLERİMİ SUNARIM...

Bu tez çalışması Marmara Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (FEN-C-YLP-280110-0004) tarafınca desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

	SAYFA
ÖNSÖZ	i
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
SEMBOLLER	vii
KISALTMALAR	viii
ŞEKİL LİSTESİ	ix
TABLO LİSTESİ	xi
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
1.1 Giriş	1
1.2 Amaç	2
2. TİTANYUM VE ÖZELLİKLERİ	3
2.1 Titanyum üretimi	3
2.2 Saf Titanyum	4
2.3 Titanyumun Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	5
2.3.1 Korozyon Dayanımı	5
2.3.2 Isı İletimi ve Dayanımı	5
2.3.3 Elektrik İletkenliği	5
2.3.4 Mekanik Etkilenme	5
2.4 Titanyumun Genel Özellikleri ve Alaşım Davranışı	5
2.5 Titanyum ve Alaşımlarının Uygulama Alanları	6

2.6	Titanyum Ve Toz Metalurjisi	6
2.6.1	Titanyum Tozlarının Üretimi	6
2.7	Toz Enjeksiyon Kalıplama	11
2.7.1	Toz ve Bağlayıcının Seçilmesi	14
2.7.2	Toz ve Bağlayıcının Karıştırılması(Karıştırma)	23
2.7.3	Toz ve Bağlayıcı Karışımlarının Granül Hale Getirilmesi	25
2.7.4	Karışımın Kalıplanarak Şekillendirilmesi (Kalıplama)	25
2.7.5	Kalıplanmış Parçaların Bağlayıcılarının Giderilmesi (Bağlayıcı Giderme)	27
2.7.6	Sinterleme	33
2.8	Toz Enjeksiyon Kalıplama(TEK) Uygulama Alanları	46
2.8.1	TEK Teknolojisiyle Üretilmiş Titanyum Parçaların Uygulama Alanları	51
3.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	52
3.1	Özet	52
3.2	Giriş	53
3.3	Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Alet Ve Cihazlar	54
3.3.1	Tane Boyutu Ölçümü	54
3.3.2	Toz Karıştırıcı	54
3.3.3	Toz-Bağlayıcı Karıştırıcı	55
3.3.4	Enjeksiyon Kalıplama Cihazı	57
3.3.5	Bağlayıcı Giderme ve Sinterleme Fırını	59
3.3.6	Metalografik Numune İnceleme	60
3.3.7	Elektron Mikroskobu Çalışmaları	60
3.3.8	Yoğunluk Ölçümleri	61
3.3.9	Sertlik Ölçümleri	61
3.3.10	Basma Deneyleri	61
3.3.11	Termo Gravimetrik Analiz	62
3.4	Deney Malzemeleri	63
3.5	Numunelerin Hazırlanması	67
3.5.1	Karıştırma işlemi	67
3.5.2	Kalıplama İşlemi	68

3.5.3 Bağlayıcılar İle Gözenek Yapıcı PMMA Partiküllerin Giderilmesi ve Sinterleme İşlemleri	69
4. SONUÇLAR	72
4.1 Termo Gravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları	72
4.2 Sinterleme Sonrası Yoğunluk Sonuçları	73
4.3 SEM İnceleme Sonuçları	74
4.4 Metalografik İnceleme Sonuçları	78
4.5 Basma Deneyi Sonuçları	80
4.5.1 Kimyasal Analiz Sonuçları	81
5. TARTIŞMA VE DEĞERLENDİRME	83
6. ÖNERİLER	86
KAYNAKLAR	87
ÖZGEÇMİŞ	

ÖZET

MİKRO GÖZENEKLİ TİTANYUM PARÇALARIN TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Gözenekli malzeme üretiminde Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi (TEK), endüstriyel açıdan oldukça avantajlı bir üretim yöntemidir. Mikro gözenekli parçaların TEK yöntemi ile düzgün şekilli olarak üretilebilmesi mümkündür.

Bu çalışmada, mikro gözenekli Ti6Al4V alaşımlı parçalar TEK yöntemiyle üretilmiştir. Gözenek yapıcı malzeme olarak polimetil metakrilat (PMMA) kullanılmıştır. Kalıplama işleminden sonra bağlayıcı giderme işlemi için termal ayrıştırma yöntemleri kullanılmıştır. Bağlayıcı giderme işlemi uygulanan numunelere 1250 °C'de 60 dak. 10^{-4} torr vakum altında sinterleme işlemi uygulanmıştır.

Yoğunluk ve buna bağlı olarak mikroyapıdaki değişiklikleri belirlemek amacıyla metalografik çalışma yapılmıştır. Elektron mikroskopunda (SEM) sinterlenmiş numunelerin yüzeyleri incelenmiştir.

Mikro gözenekli Ti64 numunelerin basınç, gerilme ve elastisite modülü gibi parametreleri belirlenmiştir. Sinterlenmiş mikro gözenekli Ti64 alaşımlı numunelerin özelliklerine PMMA partiküllerinin etkileri araştırılmıştır. Tüm bu incelemeler sonunda PMMA partiküllerinin etkilerinin kontrol edilebilir olduğu görülmüştür.

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF INJECTION MOLDED MIKRO POROUS TITANIUM PARTS VIA SPACE HOLDER TECHNIQUES

Powder space holder (PSH) and powder injection molding (PIM) methods have an industrial competitive advantage that is capable of net-shape production of the micro-sized porous parts.

In this study, micro-porous Ti6Al4V alloy (Ti64) parts were produced by PSH-PIM process. Ti64 alloy powder and spherical polymethylmethacrylate (PMMA) particles were used as a space holder material. After molding, binder debinding was performed by thermal method under inert gas. Debinded samples were sintered at 1250°C for 60 min. in vacuum (10^{-4} Pa).

Metallographic studies were conducted to determine to densification and the corresponding microstructural changes. Surface of sintered samples were examined by SEM.

Compressive stress and elastic modulus of the micro-porous Ti64 samples were determined. The effects of fraction of PMMA on properties of sintered micro-porous Ti64 alloy samples were investigated. It was shown that the fraction of PMMA properties could be controlled.

June, 2013

Gülşah ENGİN

SEMBOLLER

D₁₀ : Toz kütlesinin % 10'unun ortalama partikül boyutu

D₅₀ : Toz kütlesinin % 50'sinin ortalama partikül boyutu

D₉₀ : Toz kütlesinin % 90'ının ortalama partikül boyutu

d₀ : Basma numunesi çapı

h₀ : Basma numunesi yüksekliği

S_w : Partikül boyut dağılımı

KISALTMALAR

CW : Carnauba Mum

HMK : Hacim Merkezli Kübik

HSP : Hegzagonal Sıkı Paket

PP : Polipropilen

PMMA : Polimetil Metakrilat

PW : Parafin Mum

SA : Stearik Asit

SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

TEK : Toz Enjeksiyon Kalıplama

TGA : Termo Gravimetrik Analiz

ŞEKİL LİSTESİ

	SAYFA
Şekil 2.1 Saf titanyumun allotropik yapısı	4
Şekil 2.2 Ticari saf sünger titanyum SEM görüntüsü (-100 mesh)	7
Şekil 2.3 Gaz atomizasyon işlemiyle üretilmiş Ti64 tozunun SEM görüntüsü	9
Şekil2.4 Ön alaşımlı küresel titanyum toz üretimi için plazma döner elektrot yönteminin şematik görünümü	10
Şekil 2.5 Toz Enjeksiyon Kalıplama Şeması	13
Şekil 2.6 Karıştırma İşleminde Kullanılan Farklı Geometrideki Karıştırıcılar	24
Şekil 2.7 Basit Bir Kalıplama Çevrimi	26
Şekil 2.8 Enjeksiyon Kalıplama Makinesinin Kesit Görünüşü	27
Şekil 2.9 Kılcal Çekim Metodu ile Bağlayıcı Giderme	31
Şekil 2.10 Küresel Üç Partikül Çevresinde Oluşan Yapılar	31
Şekil 2.11 Çift-küre Sinterleme Modeli	34
Şekil 2.12 Boyun Bölgesinde Muhtemel Sinter Mekanizmaları	38
Şekil 2.13 Katı Hal Sinterlenmesi Sırasında Gözeneklerin Kapanması	39
Şekil 2.14 Geleneksel Sıvı Faz Sinterlenmesi ve Bağıntılı Mikroyapısal Değişmeler	42
Şekil 2.15 Sıvı Faz Sinterlenmesinde Aşamaların Şematik Olarak Gelişimi	43
Şekil 2.16 Ateşli Silah Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler	48
Şekil 2.17 . Otomotiv Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler	48
Şekil 2.18 Medikal Uygulamalarda Kullanılan TEK Parçalara Örnekler	48
Şekil 2.19 El Aletleri Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler	48
Şekil 2.20 Elektronik Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler	49
Şekil 2.21 TEK ile Üretilmiş 316L Paslanmaz Çelikten Kilit Silindir Yuvası	49
Şekil 2.22 TEK ile Üretilmiş Bilgisayar Harddisk Parçaları	49
Şekil 2.23 Hassas ve Karmaşık Şekilli Mini Boyutlu TEK Parçalar	50
Şekil 2.24 Nikel Alaşımından TEK Yöntemiyle İmal Edilmiş Bir Türbin Çarkı	50
Şekil 2.25 TEK Yöntemi İle Üretilen Roket Kanatçığı	50
Şekil 3.1 Deneysel çalışma işlem basamakları	53
Şekil 3.2 Turbula Karıştırıcı	55
Şekil 3.3 Karıştırıcının Şematik Görünüşü	56

Şekil 3.4 Karıştırıcı Genel Görünüşü	57
Şekil 3.5 Enjeksiyon Presi Şematik Görünüşü	58
Şekil 3.6 . Enjeksiyon Presi Genel Görünüşü	59
Şekil 3.7 Sinterleme Fırınının Genel Görünüşü	60
Şekil 3.8 Terazinin Genel Görünüşü	61
Şekil 3.9 Ti64 Tozlarına Ait SEM Fotoğrafı	64
Şekil 3.10 (a) 10µm PMMA partikülleri (b) 41µm PMMA partiküllerinin SEM fotoğrafları	65
Şekil 3.11 Tozları ve PMMA Partiküllerinin Tane Boyutu Dağılım Eğrileri	67
Şekil 3.12 Sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafı	70
Şekil 3.13 Sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafı	70
Şekil 3.14 Sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafı	71
Şekil 4.1 Bağlayıcılar ve diğer bileşenlerin termo gravimetrik analiz eğrileri	72
Şekil 4.2 PMMA Partikül Boyutunun Sinterleme Yoğunluğuna Etkileri	73
Şekil 4.4 Optik mikroskopta 1250 °C’de 60 dak. sinterlenen numunelerin fotoğrafları	79
Şekil 4.5 Basınç-gerilme uzama eğrileri	81

TABLO LİSTESİ

	SAYFA
Tablo 2.1 TEK için Kullanılan Tozların Avantajları ve Dezavantajları	16
Tablo 2.2 Partikül Boyut Dağılımı ile D10 ve D90 Değerlerinin Değişimi	18
Tablo 2.3 İdeal Bağlayıcı Özellikleri	21
Tablo 2.4 Polimerlerin Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri	23
Tablo 2.5 Granülasyon ve Peletleme İşlemlerinin Karşılaştırılması	25
Tablo 2.6 Tek Uygulama Alanları	47
Tablo 3.1 Karıştırıcı Teknik Özellikleri	55
Tablo 3.2 Enjeksiyon Kalıplama Cihazı Teknik Özellikleri	58
Tablo 3.3 Ti-6Al-4V Tozlarına Ait Kimyasal Analiz Değerleri	63
Tablo 3.4 Malzemelerin Fiziksel Özellikleri	64
Tablo 3.5 Bağlayıcı Yüzey Aktifleyici ve Gözenek Yapıcılar (PMMA) Ait Teknik Özellikler	66
Tablo 3.6 Toz Karışımının özellikleri	68
Tablo 4.1 Mikro gözenekli Ti64 numunelerin özellikleri	82

1. GİRİŞ VE AMAÇ

1.1 Giriş

Son yıllarda teknolojinin gelişmesiyle birlikte malzeme gereksinimlerinde ve üretim yöntemlerinde beklentiler artmıştır. Özellikle hafif ve mukavemetli malzemelere ihtiyaç duyulmuştur. Titanyum ve alaşımları yüksek dayanım, düşük yoğunluk, farklı ortamlardaki korozyon dayanımı ve biyo uyumlulukları gibi özelliklerinden dolayı bu ihtiyaçları karşılamaktadır [1].

Titanyum ve Titanyum alaşımları, 4,5 g/cm³ özgül ağırlığı, 1235 MPa'ya varan yüksek akma dayanımı, 253°C'den yaklaşık 500°C'ye kadar bir ısı aralığında yüklenebilme kabiliyeti, bakır ve Krom-Nikelli çeliklerden daha fazla korozyon direnci titanyumu diğer metallerden ayıran en belirgin özelliklerdir. Bu nitelikleri sayesinde titanyum alaşımları kimya endüstrisinde, çeşitli hafif tasarımlarda, uçak-uzay endüstrisinde, jet motorlarında, ısı esanjörlerinde, diş hekimliğinde, tıpta protez ve implant malzeme yapımında, bunun yanı sıra gözlük çerçevesi, kol saati, golf sopası, kupa, nişan yüzüğü, bisiklet gibi birçok aracın yapımında yüksek miktarlarda kullanılmaktadır [2].

Titanyum ve Titanyum alaşımlarının üretiminde Toz Metalurjisi (TM) yöntemi sıklıkla kullanılan imal yöntemlerinden birisidir. Özellikle yüksek sayıdaki karmaşık şekilli parçaların ekonomik olarak üretilmesinde gelişmiş TM tekniklerinden birisi olan Toz Enjeksiyon Kalıplama (TEK) tekniği son yıllarda tercih edilmektedir [2].

TEK; küçük boyutlara sahip ve karmaşık şekilli olan metal ve seramik esaslı parçaların istenilen ölçülere yakın değerlerde ve istenilen sayılarda üretilebildiği, birim maliyetlerin düşük olduğu yüksek kaliteli bir imalat prosesidir. Son on beş senedir uygulamada olan bu teknoloji ileri teknoloji prosesleri içinde yerini almıştır. Diğer imalat proseslerine bakıldığında üretilen parçaların birim maliyetlerinin yüksek, ürün kalitelerinin düşük olması ve talaş kaldırma gibi işlemlerin kaçınılmaz oluşu TEK teknolojisinin uygulamaya geçmesine neden olmuştur [3].

TEK prosesi dört adımdan oluşmaktadır. Bunlar metal ve /veya seramiklerin farklı bağlayıcılarla karıştırılması, geleneksel plastik enjeksiyon kalıplama makineleri

kullanılarak şekillendirilmesi, şekillendirilmiş yapı içerisinde bulunan bağlayıcıların uzaklaştırılması ve sinterleme işlemleridir.

TEK yöntemi ile genellikle metal ve /veya seramik esaslı parçalar üretilir, bazı durumlarda da kompozit malzeme üretimi yapılabilir. Genel olarak metal esaslı parçaların üretimi daha ağırlıktadır. Servis şartlarında Ti-6Al-4V parçaların, karmaşık şekilli Ti-6Al-4Vtozların farklı bağlayıcılar ile rahatlıkla kullanılabilmesi Ti-6Al-4V parçalarının TEK ile üretilmesini yaygınlaştırmıştır.

Gözenekli metal malzemeler yaygın olarak çalışılan ve kullanılan malzemeler olmasına karşın yeni bir malzeme türüdür. Düşük yoğunluk ve darbe sönümlene özelliklerinden dolayı ve çeşitli uygulamalardaki iyi özelliklerinden dolayı tercih edilmektedir [3-10]. Hücresel gözenekli yapılar ısıtıcı ve soğutucu gibi termal uygulamalarda, medikal implant uygulamalarında, filtreleme işlemlerinde ve biyolojik-kimyasal reaksiyonlarda elektrot olarak kullanılır [7-10].

Mikro gözenekli titanyum alaşımları hem toz metalurjisi yöntemiyle kolayca üretililebilmeleri hem de yoğunluklarının düşük olması, yüksek dayanım ve darbeleri absorbe edebilme özelliklerinden dolayı büyük önem taşımaktadır. Tüm bu sebeplerden dolayı Titanyum ve Titanyum alaşımlarının TEK ile üretilmesi, optimum üretim şartları ile ürünlerin mühendislik özelliklerinin karşılaştırılması gerek teknolojik gerekse de bilimsel açıdan önem arz etmektedir [4,5,7,10].

1.2 Amaç

Hazırlanan bu tez çalışmasında; mikro gözenekli titanyum ve titanyum alaşımı parçaların toz enjeksiyon kalıplama metodu ile üretilmesi hedeflenmiştir. TEK ile üretilen mikro gözenekli titanyum alaşımlar farklı analiz metotları kullanılarak incelenecek ve literatür bilgileri ile karşılaştırılacaktır.

2. TİTANYUM VE ÖZELLİKLERİ

Titanyum düşük yoğunluğa sahip, hafif, dayanıklı ve kolay işlenebilir bir metaldir. Çelik kadar sağlam ve ondan yaklaşık % 45 daha hafiftir. Yüksek mukavemet, çoğu tabi ortamda mükemmel korozyon direnci ve biyo-uyumluluk gibi birçok özelliklere sahiptir. Titanyum alaşımları hava taşıtlarında ve füze yapımında kullanılır.

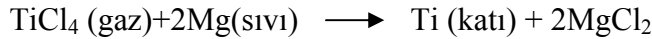
2.1 Titanyum üretimi

Titanyumun cevher halinden mamül haline geçmesi dört aşamadan oluşmaktadır.

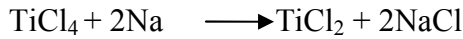
- a) Cevher halindeki titanyumun indirgenerek sünger metal haline getirilmesi
- b) Oluşan sünger metalin ergitilerek ingot oluşturulması
- c) İngotların yarı mamül haline getirilmesi
- d) Elde edilen yarı mamüllerin imal usulleriyle mamül hale getirilmesi

Titanyum metali yaklaşık % 97- % 98 titanyum dioksitten meydana gelen rutil cevherinden elde edilir. Rutilde titanyum oksit ilk olarak kimyasal reaksiyonla saf titanyum tetraklorite (TiCl_4) dönüştürülür.

Kroll işlemi: TiCl_4 yaklaşık 773'den 831°C 'ye sıvı magnezyumda paslanmaz çelik kap içerisinde reaksiyona girer. Yüksek sıcaklık reaksiyonu sonucu oluşan son ürünler titanyum sünger, magnezyum klorit ve magnezyumdur. Kimyasal reaksiyon;

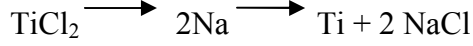


Hunter işlemi: TiCl_4 sodyumla reaksiyona girer. Hunter işleminin avantajı TiCl_4 'ün indirgenmesinin iki aşamada yapılabilmesidir. İlk aşamada TiCl_4 sürekli bir indirgeyicide sodyumla TiCl_2 'ye ve NaCl 'ye indirgenir. Kimyasal reaksiyon;



Reaksiyon kabı bir çalkalayıcıya sahiptir ve 232°C 'de argon gazı ile pozitif basınç altında sürdürülür.

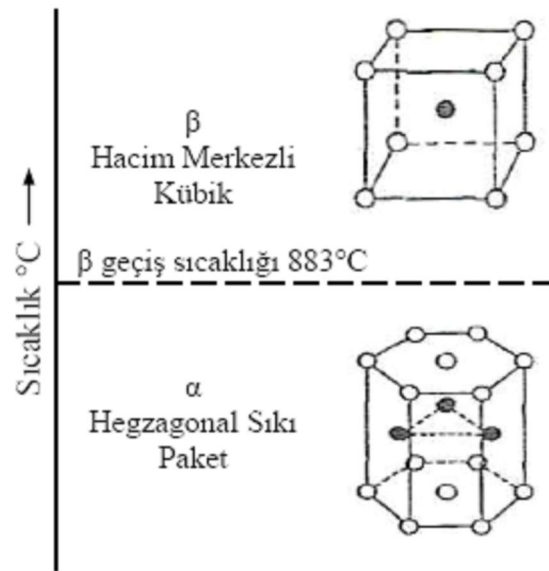
Hunter işleminin ikinci aşamasında, TiCl_2 ve NaCl içeren eriyik, argon gazının üst atmosferine sahip bir sinter potasında ilave sodyumla reaksiyona girer. TiCl_2 ve sodyum, sinter potasında aşağıdaki reaksiyona göre reaksiyona girer.



Bu reaksiyon 1037°C 'nin altında bir sıcaklıkta yapılır. Hunter işleminde ilk aşamada çok büyük miktarda ısı serbest bırakıldığı için ikinci aşama sırasında yakın sıcaklık kontrolü sürdürülebilir. Bu yakın sıcaklık kontrolü, 150mm uzunluğunda olabilen büyük titanyum kristalinin elde edilmesini sağlar. Son olarak Kroll ve Hunter işlemlerinin her ikisinde de titanyum süngeri, asit filtre veya vakum damıtma ile tuzlardan veya fazla reaksiyona girmemiş metalden arındırılır [4].

2.2 Saf Titanyum

Titanyum hafif bir metal olup $4,54 \text{ g/cm}^3$ yoğunluk değerine sahiptir. $2,71 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğunda alüminyum ve $7,87 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğunda demirin arasındadır. Demirin ergime noktasından (1536°C) daha yüksek bir ergime dercesine sahip titanyum alüminyum ve demir arasında orta bir elastikiyet modülüne ($16.8 \times 10^6 \text{ in}^2$) sahiptir.



Şekil 2.1 Saf titanyumun allotropik yapısı

Titanyum iki allotropik kristal yapıya sahiptir. Bunlar hegzaonal sıkı paket (HSP) yapıya sahip α ve hacim merkezli kübik (HMK) yapıya sahip β 'dır. α fazı 883°C 'ye

kadar kararlı yapıdadır. β geiş sıcaklıęı 883 °C üzerinde hegzagonal α fazı ısıtma üzerine HMK α fazına dnüştürölür [4].

2.3 Titanyumun Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

2.3.1 Korozyon Dayanımı

Titanyum aktif bir metaldir. Korozyona karşı direncin oluşabilmesi için çok ince ve koruyucu bir oksit filmin oluşması gerekir. Oluşan oksit filmi deniz suyuna, kimyasal ortamlara ve dięer klorlu ortamlardaki korozyona dayanıklıdır [5].

2.3.2 Isı İletimi ve Dayanımı

Titanyum atomları arasında çok yüksek baę gücü bulunmaktadır. Bu durum ısı yayınınının düşük ve ergime sıcaklıęının yüksek olması sonucu oluşmaktadır. Titanyumun ısı iletkenlięi düşüktür. Sahip olduęu bu özellikler çok küçük toleranslar için bir sıcaklık aralıęında faydalı olabilir. Ayrıca titanyumun Fe ve Ni alaşımlarıyla birlikte yapılan uygulamalarda da zararlı olabilmektedir [5].

2.3.3 Elektrik İletkenlięi

Titanyum dięer elementler içerisinde elektrik iletkenlięi en düşük olan elementtir. Bu özellięinden dolayı titanyum çeşitli ekipmanlarda ve buz kırıcı cihazların yapımında kullanılabilir.

2.3.4 Mekanik Etkilenme

Titanyumun mıknatıslanma özellięinin az olması bazı malzemelere göre avantaj olarak görölmektedir. İyi elastikiyet modölü ve yüksek yorulma dayanımı gibi özelliklere sahip olması dięer malzemelere göre titanyumun üstün özelliklerine örnektir. Korozyon dayanımının iyi olması ve düşük manyetik özellięi nedeniyle marina uygulamalarında tercih edilmektedir [5].

2.4 Titanyumun Genel Özellikleri ve Alaşım Davranışı

Titanyumun O, C, N ve H gibi arayer elementleri ile çok küçük miktarlardaki kirlenmeleri mekanik özelliklerini belirgin şekilde deęiştirebilir. Örneęin % 0,1 N ilavesi titanyumun süneklięini yarıya indirirken dayanımını iki katına çıkarır. Arayer

elementlerinin düşük seviyelerde ilavesi ile yapılan alaşımlandırma yararlı deęişimler meydana getirir. Çok miktarda arayer elementleri ilavesi (%1 ‘den daha fazla) titanyumu kullanışsız bir noktada kırabilir. Bu nedenle arayer alaşım elementleri düşük seviyelerde ilave edilerek alaşımlandırılmalıdır.

2.5 Titanyum ve Alaşımlarının Uygulama Alanları

Titanyum alaşımları uzay araçlarında, jet motorları ve güdümlü mermiler gibi havacılık uygulamalarında tercih edilen bir malzeme çeşididir. Alaşımlanmış titanyum düşük yoğunluk, yüksek sıcaklıklardaki dayanımı gibi özelliklerinden dolayı havacılık uygulamalarında kullanılmaktadır. Titanyumun, korozyon direncinin yüksek olması nedeniyle denizcilik uygulamalarında da kullanımı artmıştır. Titanyum alaşımlarının bir diğer uygulama alanı diş ve cerrahi implantlardır. Kemik plakaları, kemik civataları, eklem çubukları, kalça çivileri, bölgesel veya tüm olarak kalça, diz, dirsek, çene, omuz ve parmak gibi implant uygulamalarında alaşımsız Ti64 kullanılmaktadır. Ayrıca kağıt hamuru beyazlatma işlemleri, nitrik asit plantları, organik sentetik ürünlerde ve petrol rafinerilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır [8].

2.6 Titanyum Ve Toz Metalurjisi

Toz Metalurjisi üretim teknikleriyle titanyum parçalarının üretimi; üstün mekanik özellikler, son şekle yakın ürünler elde etme ve verimli malzeme kullanımı gibi avantajlara sahip olması nedeniyle tercih edilen üretim prosesi olmaktadır. İlk kez Amerika’da yapılan bu prosesin önemsiz olmadığına öncelik etti ve Maden İşletmeleri Ofisi ilk olarak titanyum toz parçalar üretti. Titanyum tozunun metal indirgeme işlemiyle üretimi aşamasında ilk deneyler kalsiyum hidrit yöntemiyle Sovyetler Birliği’nde gerçekleştirilmiştir. Bu deneyler; indirgeme işlemi sırasında yabancı madde (kirlilik) toplandığından sınırlı olarak başarılı olmuştur. İyi kalitede tozların elde edilememesi titanyum toz metalurjisinin gelişimini engellemektedir. Bugün kaliteli toz üretilen bir çok metot geliştirilmiştir. Bunlar çoğunlukla santrifüj atomizasyon işleminden türetilmiştir [6,7].

2.6.1 Titanyum Tozlarının Üretimi

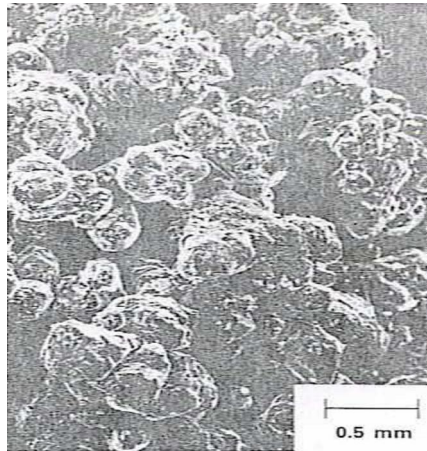
Titanyum tozlarının üretiminde çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bunlar:

- Kimyasal İndirgeme
- Gaz Atomizasyonu
- Santrifüj Atomizasyon İşlemi
- Mekanik Alaşımlama
- Hidrit-Dehidrit İşlemidir.

2.6.1.1 Kimyasal indirgeme

Titanyum tozları sünger titanyum parçacıklarından elde edilir. Sünger parçacıkları Titanyumtetraklorür ($TiCl_4$)’den titanyum süngerinin üretimi esnasında oluşur. Küçük ve düzensiz bir yapıya sahiptir. Sünger titanyum üretimi iki şekilde gerçekleşmektedir. Bunlar; kroll işlemi ve rutil cevherinden meydana gelen titanyum tetraklorür ($TiCl_4$)’den sodyum reaksiyonu yöntemidir. Sünger titanyum üretim sürecinde inert gaz ortamı tercih edilir. Sünger titanyum renkli partiküllerden ve diğer impuritelere arındırılmış olmalıdır. Yüzey bölgede renkli sünger partiküllerin oluşması bu bölgede oksijen ve azotun aşırı zenginleştiğini gösterir. Titanyumun atmosferik gazlar O, N, H için yüksek çözünürlük ve rektifik özellikleri nedeniyle vakum altında veya inert gaz atmosferinde ergitme gerektir. İngottaki bu gazların yayılma olasılığını önlemek için dikkate alınması gerekir [8-11].

Titanyum metali rutil’den sentezleme veya saf klorlama yoluyla üretilir. Titanyum tetraklorür ($TiCl_4$), magnezyum kullanılan Kroll yöntemiyle veya sodyum kullanılan Hunter yöntemiyle metalik titanyuma indirgenir [9-10]. Şekil 2.2’de kimyasal indirgemeyle üretilmiş ticari saf sünger titanyumun SEM fotoğrafı görülmektedir.



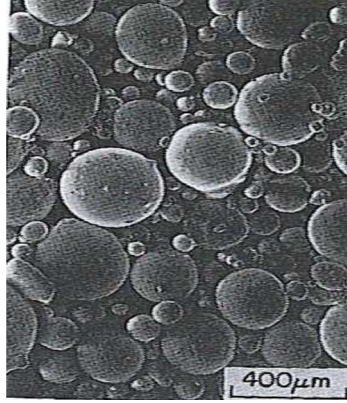
Şekil 2.2 Ticari saf sünger titanyum SEM görüntüsü (-100 mesh)

2.6.1.2 Gaz atomizasyon işlemi

Sıvı metal demetine gaz jetleri belli bir açıyla yüksek basınçta püskürtülen gazlar sıvı metalin parçalanarak damlacıklar haline gelmesini sağlar. Bu şekilde metal tozları üretilir. Demir, nikel ve alüminyum tozları üretiminde gaz atomizasyon yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Gaz atomizasyon işleminin, titanyumun yüksek ergime noktası, özellikle ergimiş durumda yüksek reaktiflik özelliği göstermesi nedeniyle titanyum tozlarının üretilmesinde uygulanması zordur. 1980'lerde geliştirilen yöntemle titanyum ve titanyum alüminat alaşımların 50 pound'unun(1 pound : 453,59 g) ısıtılmasına kadar atomizasyonu güvenilirdir.

İngot veya çubuk gibi ön alaşımlı ya da işlenmemiş hammaddeler, başlangıç stoğu atomizasyon için kullanılır. Ergitme işlemi ince bir kap şeklindeki potada gerçekleşir. Şarj potanın duvarında şekillenir. Ergiğin tamamen homojen olabilmesi için şarjdan sonra biraz daha potada bekletilmesi gerekir. Bu zaman periyodu içinde ergiyik durumda metali tutma yeteneği ve etkili karıştırma kuvveti bu ergitme metodunun özel avantajlarıdır.

Ergimiş metal, seramik bir kaptan eğimli olarak akıtılarak atomizasyon işlemi yapılır. Düzenli bir akış elde etmek için kabın alt kısmına refrakter metal bir nozul yerleştirilmiştir. Nozulun görevi inert gazın yüksek basınç fışkırmasını atomizasyon kulesi içine yönleltmektir. Atomize edilmiş tozlar bir transfer borusundan geçerek gaz yoluyla dışarı taşınır ve teneke bir kaptan toplanır. Argon ve helyum gazları titanyum atomizasyonu için kullanılan gazlardır. Ekonomik sebeplerden dolayı en çok tercih edilen ise argon gazıdır. Şekil.2.3'de gaz atomizasyon işlemi ile üretilmiş Ti64 tozunun fotoğrafı görülmektedir.

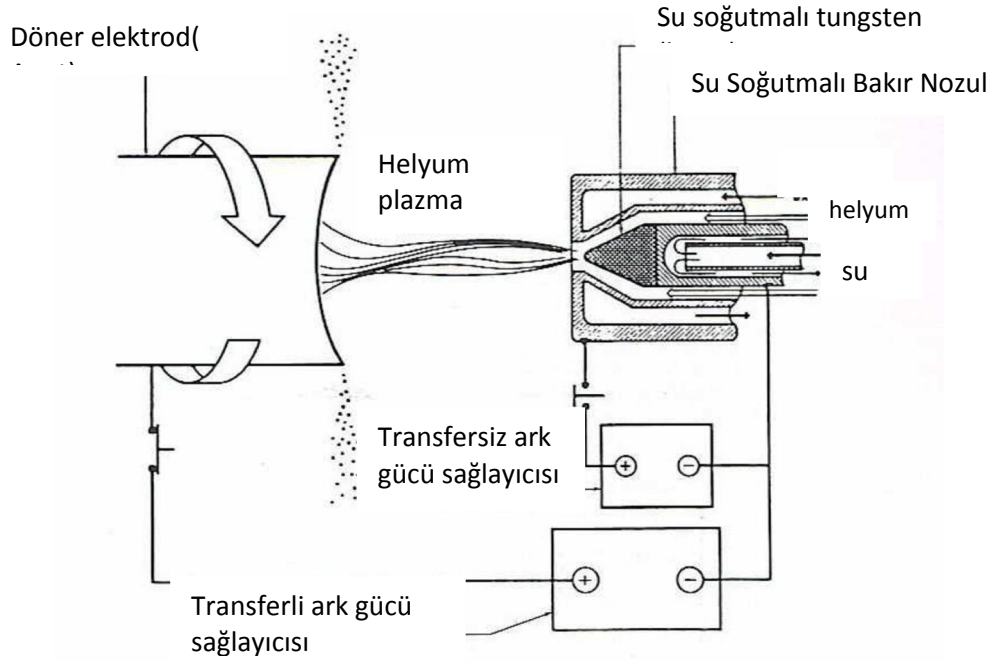


Şekil 2.3 Gaz atomizasyon işlemiyle üretilmiş Ti64 tozunun SEM görüntüsü

2.6.1.3 Santrifüj atomizasyonu

Bu yöntemde merkez kaç kuvvetlerinin yardımıyla sıvı demetinin parçalanması ve katılaşmasıyla metal tozları elde edilir. Santrifüj atomizasyon döner disk ve döner elektrot metodu olmak üzere iki şekilde yapılır.

Döner disk metodunda sıvı metal dönmekte olan disk üzerine akıtılır. Dönmenin etkisiyle sıvı metal etrafa saçılır ve katılaşarak bir toplama kabında biriktirilir. Diskin hızı arttıkça elde edilen toz ebadı küçülür. Diskin şekli düz, çanak ve kanat gibi değişik şekillerde olabilir. Döner elektrod modeli ise bir ark plazma ile ısıtılan metal çubuğun çok hızlı devirlerde dönmesi ile ergitilmiş damlacıklar merkez kaç kuvvetleri etkisiyle savrularak katılaşır ve özel odalarda toplanır [12]. Şekilde önalaşımli titanyum toz üretimi için bir plazma döner elektrod işlemini gösterir. Bu yöntemde Şekil.2.4'te görüldüğü gibi plazma torç kullanılmıştır. Bu yolla tungsten elektrot malzeme ile kirlenme riski önlenmiş olur [8].



Şekil2.4 Ön alaşımlı küresel titanyum toz üretimi için plazma döner elektrot yönteminin şematik görünümü

2.6.1.4 Mekanik alaşımlama

Yüksek enerjili çelik bilyaların etkisi ile bilyaların arasına sıkışan sünek tozlar kaynaklanmaya başlar. Daha sonra boyutunda küçülme ile birlikte ince toz haline gelir. Son zamanlarda titanyum bazlı alaşımlarda mekanik alaşımlama uygulamasında artış görülmektedir. Öğütme ve toz karıştırılması gibi prosesleri argon atmosferi altında olmaktadır. Mekanik alaşımlama toz partiküllerinin kaynaklanmaya başlaması, kırılması ve tekrar kaynaklanmasıyla oluşur.

2.6.1.5 Hidrit-Dehidritleme işlemi

Titanyum, hidrojen için çok yüksek bir çekiciliğe sahiptir ve titanyum hidrojen atmosferinde ısıtıldığında kolaylıkla hidrojenize edilebilir. Hidrojenize edilmiş titanyum sahip olduğu yüksek sertlik özelliğinden dolayı partikül tozlarca ezilebilir. Ticari saflıktaki titanyum için minimum hidrojenizasyon sıcaklığı 400°C dir. Pozitif hidrojen basıncı 0,007 MPa'dır. Hidrojenizasyon zamanı, başlangıçtaki stoklanmış bölge tamamıyla hidrojenize olana kadar genellikle 4 saat gibi bir süredir. Bu metot; daha çok ezme(ufalama) yoluyla, arkadan vakum içinde dehidritlenen tozu ufalamayı takip eden

titanyum hidrit üretimini içerir. Dehidritlenmiş titanyum tozları, presleme ve sinterleme gibi proseslerde kullanılabilir. Hidritleme ve sıkıştırma prosesleri vakum ortamında birlikte ilerleyerek; sıcak presleme için de hidrit tozunu tek başına kullanılabilir.

Bu proseste de bazı dezavantajlar bulunmaktadır. 30 saate kadar çalışma zamanına sahip olması, dehidritleme işleminde toz üretimi sırasında toz partikülleri arasında oluşan gelişmenin engellenmesini garantilemez. [8]

2.7 Toz Enjeksiyon Kalıplama

TEK teknolojisi çeşitli büyüklükteki metal ve seramik parçaların üretimi için kullanılan bir yöntemdir. Çok fazla sayıda ürün elde edilmesi ve üretim maliyetlerinin düşük olması gibi özelliklerinden dolayı çok tercih edilen bir prosestir. Karmaşık şekilli parçaların üretiminde net ölçülere ulaşılabilir. Toz enjeksiyon kalıplama teknolojisi yüksek performanslı, metalik ve seramik esaslı parçaların seri üretimine uygundur. Küçük, karmaşık şekilli, yüzey kalitesi yüksek, hassas toleranslı ve fazla işlem gerektiren parçaların üretimi toz enjeksiyon kalıplama teknolojisiyle yapılabilmektedir [3]. Bu teknolojinin en önemli avantajı toz metalurjisinin diğer teknikleriyle üretilmeyen karmaşık şekilli parçaların üretilmesidir [8]. İlk olarak 1920'li yıllarda roket ateşleme parçalarının üretimi, seramik malzemeler kullanılarak toz enjeksiyon kalıplama teknolojisiyle üretilmiştir. nikel esaslı tozlar kullanılarak bazı uranyum zenginleştiricilerin parçaları II. Dünya Savaşı yıllarında toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiştir. Daha sonraki yıllarda seramik tozlar çeşitli mumlar kullanılarak şekillendirilmiştir. Karbür ve seramik tozlardan meydana gelen parçaların üretiminde mum, epoksi ve selülozik esaslı bağlayıcılar kullanılmıştır. Ancak üretilen parça sayısı çok azdır. 1979 yılında en iyi dizayn ödülünü toz enjeksiyon kalıplama ile üretilmiş iki parça almıştır. Bu toz enjeksiyon kalıplama için dönüm noktası olmuştur. Üretilen parçalardan biri niyobyum esaslı roket motoru diğeri ise jet motoru parçasıdır. 2000'li yıllarda bu teknoloji kullanım alanını genişletmiş bu alanda üstün olduğunu kanıtlamıştır.

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi detaylı olarak 7 aşamadan oluşmuştur. Bunlar;

1. Toz ve bağlayıcının seçilmesi
2. Toz ve bağlayıcının karıştırılması (Karıştırma)

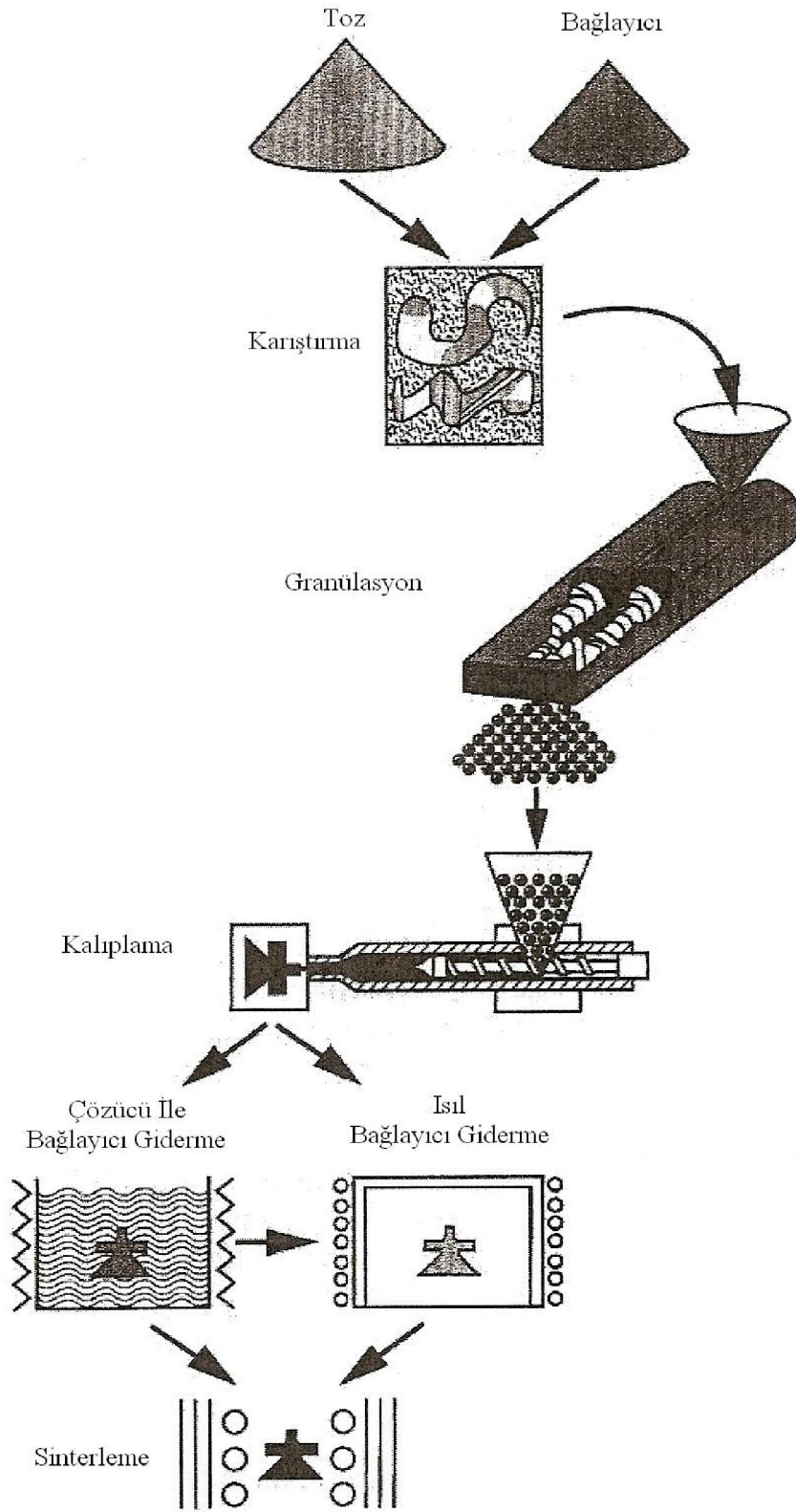
3. Toz ve bağlayıcı karışımlarının granül hale getirilmesi (Granülasyon)
4. Karışımın kalıplanarak şekillendirilmesi (Kalıplama)
5. Kalıplanmış parçaların bağlayıcılarının giderilmesi (Bağlayıcı Giderme)
6. Sinterleme
7. İkincil işlemler

Toz Enjeksiyon Kalıplama üretim aşamaları Şekil.2.5’de görülmektedir. İstenilen özelliklerde parça üretilmesi için uygun tozlar seçilir. Bu tozlar genellikle 20µm altındadır ve küresel şekilli tozlardır. Kalıplama sırasında akışı sağlayacak bağlayıcılar genellikle iki veya üç farklı biçimde seçilir. Selülozik, jel, su ve yağ esaslı bağlayıcılar, polimerik esaslı bağlayıcılar ve yüzey aktifleyicilerden oluşmaktadır.

Hacimce %15-50 bağlayıcı ile toz ideal karışma özelliğine sahiptir. Bağlayıcı için verilen bu oran toz özellikleri, bağlayıcı özellikleri ve kalıplama şartları gibi birçok parametre tarafından belirlenir. İdeal karışımı elde edebilmek için belirlenen oranlarda ve uygun sıcaklık aralığında (120-200°C) bağlayıcı ve tozlar karıştırılır. Karışımın homojen olmasına dikkat edilmelidir. Tozlar ve bağlayıcı birbirlerine iyice karıştırılmalı ve karışımın her bölgesinde aynı homojenlik sağlanmalıdır.

Toz Enjeksiyon Kalıplama yönteminde karışımın viskozitesi önemli bir parametredir. İdeal viskozite diş macunu akıcılığında olmalıdır. Karışımın viskozitesi toz ve bağlayıcı oranına göre değişir. Çok yüksek viskoziteli karışımlar kalıplanamaz; çok düşük viskoziteli karışımlar ise kalıplama işleminden son ürün özellikleri düşük ürün çıkar.

Karışım belirli boyutlarda granül hale getirilmelidir. Karışımın granül hale gelmesiyle enjeksiyon kalıplama makinesine karışımın yerleştirilmesi işlemi, kalıplamanın düzenli bir şekilde yapılması ve karışımları istifleme işlemleri kolay hale dönüşmektedir.



Şekil 2.5 Toz Enjeksiyon Kalıplama Şeması

Karışıma istenilen şeklin verilme aşaması kalıplama işlemi aşamasında gerçekleşmektedir. İki çeşit vidalı enjeksiyon makineleri kullanılır. Bunlar tek vidalı enjeksiyon makinesi ve çift vidalı enjeksiyon makinesidir. Enjeksiyon makinelerinde vida, ergiyik hale gelen viskoz karışımı barel içerisine alır ve karışım nozül ucuna doğru ilerler. Karışımın yolluktan itilerek kalıp boşluğunu doldurması için 60 MPa veya üzeri basınç kullanılır. Karışım, basınçlı ortamda kalıp bloğu içinde katılaşıncaya kadar tutulur ve sonra basınç kaldırılır. Kalıp ayırma ekseninden açılarak şekillendirilmiş toz-bağlayıcı karışımından oluşan parça çıkartılır.

Şekillendirilmiş parçalardan bağlayıcıları uzaklaştırmak için bağlayıcı giderme fırınları kullanılır. Bu fırınlarda, gerekirse atmosfer kontrollü ortamlar kullanılarak kalıplanmış parçalar içerisinde bulunan bağlayıcılar yapıdan uzaklaştırılır. Şekillendirilmiş parçalar içerisindeki bağlayıcılar değişik bağlayıcı giderme yöntemleriyle yapıdan uzaklaştırıldıktan sonra sinterleme işlemine geçilir. Parçalar oldukça düşük mukavemete sahip oldukları için bağlayıcı giderme işlemi çok yavaş yapılmalıdır.

Sinterleme işlemi ürüne mukavemet özelliğinin kazandırıldığı aşamadır. Bu işlemde toz partiküller arasında bağlanmalar ve mikroyapıda yoğunlaşma oluşur. Sinterleme işlemi istenilen özelliklere bağlı olarak seçilen sıcaklık ve sürelerde atmosfer kontrollü fırınlarda yapılır. Ti-6Al-4V esaslı parçalar 1150-1275 °C sıcaklık aralığında ve 2 ile 10 saat arasında bir sürede sinterlenir. Sinterleme aşamasında %12-18 gibi bir oranda boyutsal çekme görülür. Parçanın mukavemeti yada başka diğer özellikleri değiştirilmek isteniyorsa delik, diş ve kanal açma, kaplama ve ısıtma işlemi gibi ikincil işlemler uygulanır [3] .

2.7.1 Toz ve Bağlayıcının Seçilmesi

TEK yönteminde toz ve bağlayıcıların seçilmesi kalıplanabilirlik açısından büyük önem taşımaktadır. Kalıplama esnasında kalıp şeklini oluşturmada zorluk yaşanmaması için genellikle küresel şekilli ve 20 µm büyüklüğünde tozlar tercih edilmektedir. Bağlayıcı uzaklaştırma işleminde parçaların şeklinin bozulmaması için genellikle tek tip bağlayıcı kullanmaktan kaçınılır.

2.7.1.1 Toz Enjeksiyon Kalıplamada Tozların Özellikleri

Toz Enjeksiyon Kalıplama işleminde iyi bir sonuç elde edebilmek için toz özelliklerinin iyi bilinmesi gerekmektedir. Prosesin tüm aşamalarında başlangıç toz özellikleri önemli rol oynamaktadır. TEK için ideal toz kümesi, aynı ölçülerden oluşan küresel tozların oluşturduğu kümedir. Ancak gerçekte bu mümkün olmamaktadır. Yüksek paketlenabilirliğe sahip parçalar üretmek için farklı boyutlarda tozlar kullanmak yeterlidir. Kullanılan tozlar farklı şekillerde ve ölçülerde olabilir ve de paketlenme sırasında istenmeyen (aglomerasyon) kümeleşme davranışları gösterebilir. Genellikle 20µm ve daha altındaki tozlar kullanılır. Bu tozların kullanımı ile %30-80 aralığında teorik yoğunluklar elde edilir. Bu değer genellikle %60 civarındadır.

TEK'te genellikle 20µm altındaki elipsoid biçimli yani küresel veya küreselliğe yakın ölçülerde tozlar kullanılmalıdır. Bu tozların kullanımı ile teorik yoğunluklar %60-64 değerlerinin üzerinde olmaktadır. Aynı ölçülerde köşeli tozlar kullanılırsa teorik yoğunluk %51, uzun silindirik tozlar kullanılırsa %48 kısa silindirik tozlar kullanılırsa %68 dir. Düzensiz şekilli tozlar kullanıldığında teorik yoğunluk değeri daha düşük, bağlayıcı giderme esnasında parça şeklinin muhafazası daha kolaydır. Başlangıçtaki düşük paketlenme yoğunlukları sinterleme sonrasında daha düşük teorik yoğunluklar verecektir. Tablo 2. 1'de TEK için kullanılan tozlara ait özelliklerin toz enjeksiyon kalıplama prosesi üzerine etkileri verilmektedir.

Tablo 2.1 TEK için Kullanılan Tozların Avantajları ve Dezavantajları

	Avantaj	Dezavantaj
Küçük Partikül	Hızlı Sinterleme Şekil muhafazası	Yavaş bağlayıcı giderme Daha fazla aglomerasyon Yüksek viskozite Yüksek boyutsal küçülme
Küresel partikül	Yüksek paketleme yoğunluğu Düşük viskozite İyi akış	Düşük ham mukavemet Bağlayıcı gidermede çökme Yüksek maliyet
Geniş partikül boyut dağılımı	Yüksek paketleme yoğunluğu Düşük boyutsal küçülme	Yüksek kalite problemleri Homojen olmayan mikroyapı Yavaş bağlayıcı giderme

TEK işlemi esnasında tozların şu özelliklerine bakılmalıdır.

- Üretim yöntemi
- Toz tane büyüklüğü ve dağılımı
- Toz şekli
- Spesifik yüzey alanı ve tanelerarası sürtünme
- Kimyasal özelliği ve yüzey filmi
- Safsızlık (oksijen, karbon, Na, Ca, Fe miktarı)

Bu özellikler tozların, ham yoğunluğuna, viskozitesine, sıkıştırılabilirliğine ve sinterleme sonrası davranışlarına doğrudan etki etmektedir.

2.7.1.2 Toz Tane Büyüklüğü, Dağılımı ve Şekli

Toz tane büyüklüğü, dağılımı ve şekli gibi özellikler toz akış özelliklerini belirler. Partikül boyutları elektron mikroskobu kullanılarak, sedimentasyon, metalografik analiz gibi yöntemlerle belirlenir TEK için ortalama partikül boyutu 2-8µm aralığındadır. Partikül boyutu küçüldükçe paketlenabilirlik artar ve sinterleme sonrasında elde edilen teorik yoğunluklar yüksektir. Partikül boyutu büyüdükçe paketlenabilirlik azalır. Kalıplanabilirlik güçleşir. Akıcılık özelliği göz önünde bulundurulursa kaba tozların akıcılığı iyi değildir.

Partikül boyut dağılımı, dağılımın ortalama partikül boyutundan uzaklığının ölçüsüdür. Bu parametre en az partikül boyutu kadar önemlidir. Partikül boyut dağılımı birçok metotla hesaplanabilmekte ve şu şekilde ifade edilmektedir [3]

$$S_w = \frac{2,56}{\log_{10}\left(\frac{D_{90}}{D_{10}}\right)}$$

S_w : partikül boyut dağılımı

D_{90} : Toz kütlesinin %90'ının ortalama partikül boyutu

D_{10} : Toz kütlesinin %10'unun ortalama partikül boyutu

Tablo 2.2.'de ortalama partikül boyutu (D_{50}) 10µm olan tozlar için hazırlanmış farklı S_w değerleri görülmektedir.

Tablo 2.2 Partikül Boyut Dağılımı ile D_{10} ve D_{90} Değerlerinin Değişimi

S_w	D_{10} (μm)	D_{90} (μm)
1	0,5	191
2	2,3	44
3	3,7	27
4	4,8	21
5	5,6	18
6	6,1	16,3
7	6,6	15,2
8	6,9	14,5
9	7,2	13,9

TEK uygulamaları için tercih edilen ideal tozlar S_w değeri 2'den küçük ve 7'den büyük olan tozlardır. Partikül boyut dağılımı kötü ve düzensiz olan tozların S_w değeri 2 ile 7 aralığındadır.

Toz şekli TEK uygulamaları için önemli parametrelerden biridir. Kalıplanabilirlik, bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemlerinde kullanılan tozun şekli önemlidir. Küresel şekilli tozlar iyi akış davranışı gösterir, yüksek paketleme yoğunluğu sağlar ve sinterleme işleminde oluşacak çekme oranlarını azaltır. Ancak toz partikülleri arasında mekanik bağlanma oluşmadığından parçanın ham mukavemeti azalır. Bu nedenle bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemlerinde parçanın şeklinin korunması zordur. TEK için uygun partikül şekli genişlik ve yüksekliği belirli olan bir elips şeklinde tanımlanır. Elipsoid şeklindeki partikülde genişlik/yükseklik oranı 1,2 ile 1,5 arasında olmalıdır. Bu tip partikül şekli partiküller arası yeteri derecede sürtünme sağladığı gibi, küresel partiküllerde daha fazla paketlenabilirliğe sahiptir. Bu şekle sahip olmayan tozlar ise genellikle öğütülerek veya ikincil katışkı tozlarla birlikte kullanılır [3].

2.7.1.3 Spesifik Yüzey Alanı ve Partiküller Arası Sürtünme

Spesifik yüzey alanı; karışımın akış hızını, sinterleme işlemi sırasında yoğunlaşmayı ve bağlayıcının ortamdan uzaklaştırılması aşamasını etkileyen bir faktördür.

Partiküller arası sürtünme toz şekline ve spesifik yüzey alanına bağlı bir parametredir. Yüzey alanı arttıkça partiküller arası sürtünme de artar. Partiküller arası sürtünmenin artması toz akışını azaltarak paketlenabilirlik özelliğini artırır. Partiküller arası sürtünme değerinin yüksek ya da düşük olması farklı etkilere neden olur. Partiküller arası sürtünme değerinin düşük olması bağlayıcı giderme işlemi sırasında çökme oluşmasına ve şeklin muhafaza edilememesine, partiküller arası sürtünme değerinin yüksek olması ise kalıplanabilirliğin olumsuz yönde etkilenmesine neden olur. Şeklin muhafaza edilmesi için partiküller arası sürtünme değeri hem sinterleme aşamasında hem de diğer tüm aşamalarda hayati öneme sahiptir. Bunun için “şev açısı” değerinden faydalanılmaktadır. Şev açısı; tozların belirli bir aralıktan ve belirli bir yükseklikten akıtılarak oluşan toz yığınının düzlemde yaptığı açıdır. Partiküller arası sürtünme değeri şev açısını etkilemektedir. Partiküller arası sürtünme yüksek ise şev açısı yüksek, partiküller arası sürtünme düşük ise şev açısı düşük çıkar. 55 °C den büyük şev açısına sahip tozlar TEK’de kullanılabilir.

2.7.1.4 Toz Enjeksiyon Kalıplamada Bağlayıcılar ve Özellikleri

Bağlayıcı, paketlenme ve sinterleme gibi tüm işlemlerin başlangıcından sonuna kadar tozların şeklinin muhafazasını sağlamak için kullanılır. İyi bir bağlayıcı, viskozitesi oldukça düşük, iyi karışım özelliğine sahip, uçucu olmayan, oda sıcaklığında oldukça iyi yaş gerilmeye sahip, kirlilik bırakmayan, toksik olmayan, düşük maliyetli ve uygulanabilirliği kolay olmalıdır [13,14].

Uygun bağlayıcıyı seçme aşamasında, bağlayıcının akış özellikleri, bağlayıcı toz arasındaki etkileşim, bağlayıcı giderme özellikleri iyi bilinmesi gereken özelliklerdir. Toz yığınlarını kalıp boşluğu içerisine rahatlıkla taşıyabilen bağlayıcılar ideal bağlayıcılardır. Bu nedenle bağlayıcı ve toz etkileşimi önemli bir parametredir. Etkileşimin iyi olması kolay kalıplanabilirlik sağlar. Mikro yapının homojen olmasını sağlamak için iyi bir karışım elde etmek gerekir. Bağlayıcı giderme aşamasında toz ile bağlayıcı kolaylıkla birbirinden ayrışmalı ve geriye kalan bağlayıcı, tozları sinterleme aşamasına kadar taşıyabilmelidir [3].

Bağlayıcı partikülleri bir arada tutabilmek için tozu iyi ıslatabilmelidir. Bağlayıcının tozu iyi ıslatabilmesi için partikül yüzeylerini yüzey aktifleyicilerle aktif hale getirmesi gerekmektedir. Titanat, stearat ve silanatlar gibi aktifleyiciler kullanılmaktadır. Yüzey aktifleyiciler, toz ile bağlayıcı arasında bir ara yüzey oluşturarak karışımın daha fazla katı içerikli olmasını ve düşük viskozitenin oluşmasını sağlar.

Karışımın viskozitesi 20-200 Pa.s arasında değişmektedir. Düşük viskozite değerleri her zaman ideal kalıplama için tercih edilir. Düşük molekül ağırlıklı ve kısa zincir yapıları bağlayıcılarla düşük viskozite değerlerine ulaşılır. Viskozite değerini bağlayıcının yanında, bağlayıcıya katılan toz miktarı da belirlemektedir. Bağlayıcının içerisine katılan toz miktarının artması ile viskozite değeri de artar. Bu nedenle bağlayıcı viskozitesi değil, karışım viskozitesi göz önünde bulundurulmalıdır. Birkaç karışımdan oluşan bağlayıcılar ve mumlar ideal bağlayıcı karışımlarıdır. Viskozite değeri gereğinden fazla düşük olan karışımlar ile yapılan uygulamalarda toz ve bağlayıcı kalıplama işlemi sırasında yüksek kayma kuvvetlerinden dolayı ayrışırlar. İdeal kalıplamaya uygun viskozite değeri için kısa molekül zincirine sahip polimer ideal davranış gösterir. Ayrıca izotropik özelliklere de sahiptir. Çevreyi kirletmeyecek, tekrar kullanılabilir olan ve çözücüler içerisinde kolaylıkla çözünebilen bağlayıcılar seçilmelidir. İdeal bir bağlayıcının özellikleri Tablo.2.3' de verilmiştir.

Tablo 2.3 İdeal Bağlayıcı Özellikleri [3]

Akış özellikleri
Kalıplama sıcaklığındaki viskozite değerinin 10 Pa.s'nin altında olması
Kalıplama esnasında değişen sıcaklıkla birlikte viskozitedeki değişimin minimum olması
Soğuma esnasında viskozitenin hızla değişmemesi
Toz ile uyum sağlayan küçük moleküler yapı
Toz ile etkileşim
Düşük temas açısı ve toz ile iyi yapışma
Tozlara göre kimyasal olarak daha pasif olmalı
Karıştırma ve kalıplama esnasında ısı kararlılık
Bağlayıcı giderme
Farklı özelliklerde farklı bağlayıcı karışımı
Korozif ve toksik olmayan uçucu madde
Düşük kül ve metalik kalıntı
Karıştırma ve kalıplama sıcaklıkları üzerinde ayrışma
Sinterleme öncesinde ayrışma

İdeal bağlayıcı, bağlayıcı giderme aşamasında parça içinden kolaylıkla, hızlı ve kısa sürede uzaklaştırılmalıdır. Bağlayıcı giderme işlemi, açık gözeneklerden bağlayıcının uzaklaşması ile başlar. Bağlayıcı giderme aşamasında birden fazla bağlayıcı karışımları, bağlayıcı giderme işleminin sonuna kadar şeklin muhafaza edilmesini sağlamaktadır. Bunun nedeni bağlayıcı giderme aşamasında bağlayıcıların ayrı ayrı yapıdan uzaklaşmasıyla elde edilen parçanın şeklinin muhafazası sağlanmaktadır. Bağlayıcı giderme aşamasında yapıdan uzaklaşan bağlayıcılar kalıntı bırakmamalıdır. Ancak bu pek mümkün olamamaktadır. Bağlayıcı geride hidrojen, nitrojen ve oksijen gibi az da

olsa artıklar kalmaktadır. Yapıdan uzaklaştırılamayan bu artıklar mikroyapının değişmesine neden olur [3].

2.7.1.5 Toz Enjeksiyon Kalıplamada Kullanılan Bağlayıcılar

Toz enjeksiyon kalıplamada bağlayıcılar, kullanılan toz özelliklerine ve bağlayıcı giderme tipine göre değişir. TEK’de kullanılan bağlayıcılar şunlardır:

- Termoplastik esaslı bağlayıcılar
- Termoset esaslı bağlayıcılar
- Su esaslı bağlayıcı sistemleri
- Jel esaslı bağlayıcı sistemleri
- İnorganik esaslı bağlayıcı sistemleri

Zincir uzunlukları farklı moleküllerin bir araya gelerek oluşturduğu monomerlere polimerler denilmektedir. Polimerler termoplastik ve termoset olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Termoplastikler tekrar ısıtıldığında geri dönüştürülebilirler. Termosetler ise tekrar ısıtıldığında geri dönüşmezler ve termoplastiklere göre bozunma sıcaklıkları daha yüksektir. Kullanılan sıcaklıklara göre termosetler ve termoplastikler farklı viskozite değerleri gösterirler. Termoplastiklerin molekül ağırlığı ve molekül zincir uzunluğu termosetlere göre daha azdır.

Sıkça kullanılan termoplastik ve termoset bağlayıcılar ile yüksek ham mukavemet değerleri elde edildiği için tercih edilmektedir. Termoplastiklerle viskozite değerlerinin düşük ve ham mukavemetlerinin yüksek olması gibi özelliklerinden dolayı bağlayıcı giderme işlemi esnasında mükemmel sonuçlar elde edilmektedir. Özellikle kısa molekül zincir uzunluğuna sahip olduğu için düşük sıcaklıklarda kolaylıkla yapıdan uzaklaştırılabilirler. Bağlayıcı giderme işlemi esnasında düşük sıcaklıklarda yapıdan uzaklaştırılabilen, düşük viskozite değerine sahip parafin, mikroglicerol, mum ve doğal mumlar gibi termoplastikler ilk bağlayıcılardır. Termoset esaslı bağlayıcılar ise termoplastik bağlayıcılara göre daha yüksek ham mukavemet değerine ve yüksek viskozite değerine sahiptirler. Su esaslı bağlayıcılar ise polimer ve jel içerikli bağlayıcılardır. Suda eriyebilirliği çok iyidir. Bağlayıcı giderme işlemi suda gerçekleştirilir ve düşük sıcaklık değerleri kullanılır. Su esaslı bağlayıcılar genellikle

düşük basınç ve sıcaklıkta kullanılan bağlayıcı çeşitleridir. Bağlayıcı giderme işlemi Ti alaşımları için genellikle heptan içerisinde gerçekleştirilir [3].

Tablo 2.4.'de polimer esaslı bağlayıcıların bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri görülmektedir [4].

Tablo 2.4 Polimerlerin Bazı Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri [4]

Polimer yapısı	Yoğunluk (g.cm ³)	Moleküler ağırlık (g.mol ⁻¹)	Ergime derecesi (°C)
Polipropilen	0,903	43000	147
Carnauba wax	0,970	1200	84
Parafin wax	0,900	385	59
Stearik asit	0,941	285	75

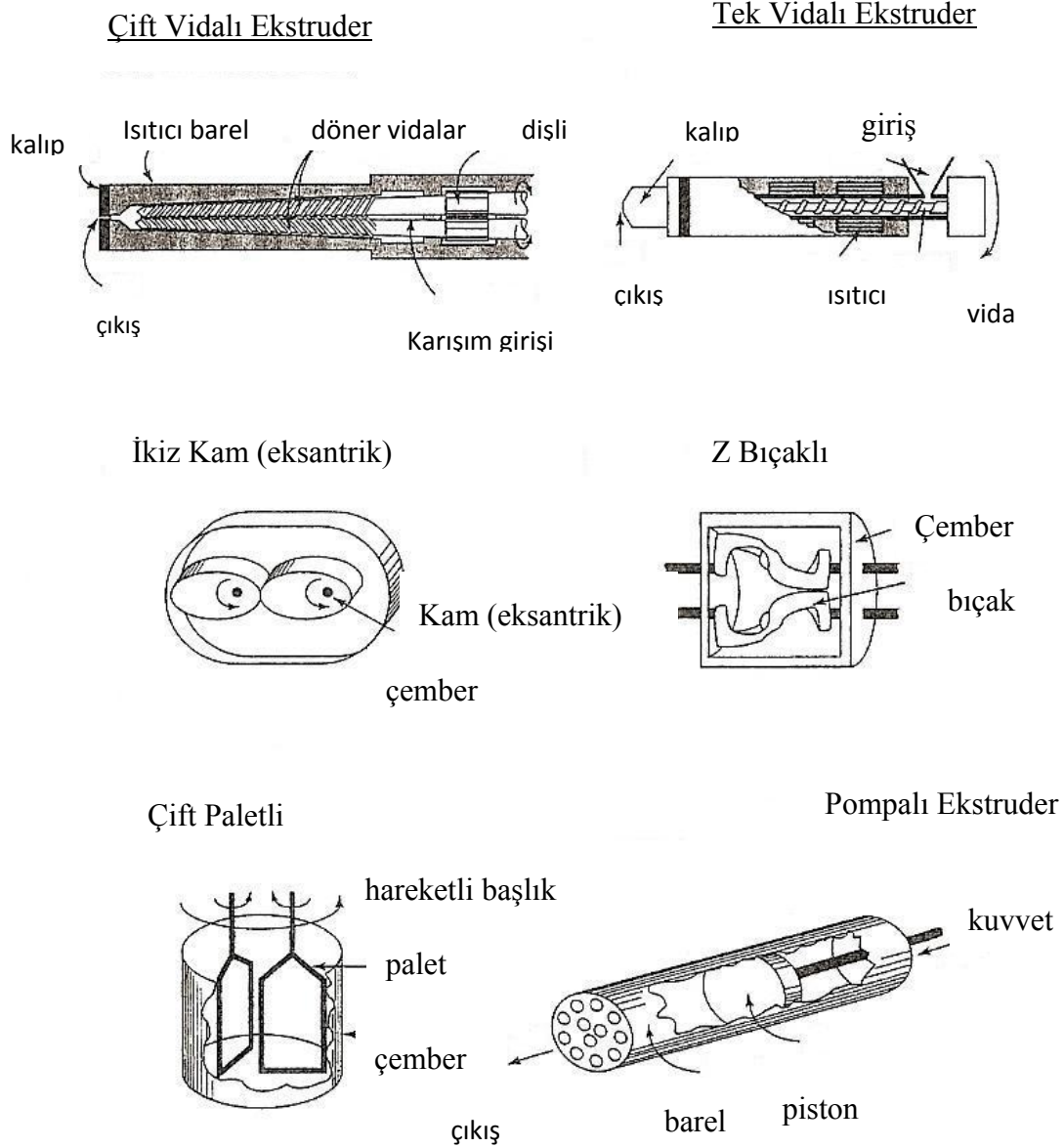
2.7.2 Toz ve Bağlayıcının Karıştırılması(Karıştırma)

Toz ve bağlayıcılar karıştırılarak bir besleme stoğu oluşturulur. Karıştırma işleminin amacı toz partiküllerini bağlayıcı ile kaplamak, topaklanmasını önlemek ve toz ve bağlayıcı karışımının her yerinde homojen bir dağılım elde etmektir. Bu nedenle kalıplama, ayrıştırma, sinterleme işlemlerinde iyi sonuçlar elde etmek için karıştırma işlemi önemli bir aşamadır [14].

Toz Enjeksiyon Kalıplama yönteminin bütün aşamalarında homojen karışımlar kullanılmalıdır. Karıştırma işlemiyle tüm partiküllerin yüzeyleri bağlayıcı ile kaplanır, oluşabilecek toz kümeleri parçalanır ve karışımın her yerinde homojenlik sağlanır.

TEK'teki tüm işlem basamakları için homojen karışımların kullanılması istenir. Uygun toz ve bağlayıcı seçiminden sonra uygun karıştırma biçimi kullanılarak karıştırma yapılır. Karıştırma işlemindeki amaç tüm partikül yüzeylerini bağlayıcı ile kaplamak, oluşan toz kümelenmelerini parçalamak ve karışımın tüm noktalarındaki homojenliği sağlamaktır. Karışım torku karıştırma işleminde homojenliği belirleyen faktördür. Toz kümeleri parçalanır ve partiküller bağlayıcıyla ıslatılır. Böylece karışım torku düşmeye başlar ve zamanla değer aralığına gelir. Bu aralıkta karışım homojendir. Tork değerleri sabit ve kararlı olamayan karışımlar homojen olmayan karışımlardır. Bağlayıcılar

ergime noktasına göre eritilirler. Ergime noktası en yüksek olan bağlayıcıdan başlayarak en düşük olana doğru eritilir. Karıştırma biçimi karışımın homojenliğini doğrudan etkilemektedir. Çift paletli karıştırıcılarla yapılan karıştırma işlemiyle karışım mükemmel homojeniteye sahip olur. Şekil.2.6 karıştırma işleminde kullanılan farklı geometrideki karıştırıcıları göstermektedir [3].



Şekil 2.6 Karıştırma İşleminde Kullanılan Farklı Geometrideki Karıştırıcılar [2]

2.7.3 Toz ve Bağlayıcı Karışımlarının Granül Hale Getirilmesi

Toz bağlayıcıların karıştırılması işleminden sonra depolama amacıyla ve daha sonra kullanılmak üzere besleme stokları iri ve katı parçalar haline getirilir. Bu işleme granülleme denir. Granülleme işleminin yapılmasının amacı; malzemenin kalıplama makinesine kolay taşınabilmesi ve hurda malzemelerin tekrar kullanılmasıdır [14].

Granül hale getirme (granülasyon), plastik enjeksiyon sistemlerinde bulunan granülasyon makinesinde yapılır. Granülasyon işlemi peletleme işlemine benzemektedir. Ancak peletleme işleminden çıkan ürünler daha yüksek kaliteye sahiptir[3]. Granülasyon ve peletleme basamakları işlem sonrası ürünlerin kalitesi itibarıyla karşılaştırmalı olarak Tablo 2.5.'da verilmiştir.

Tablo 2.5 Granülasyon ve Peletleme İşlemlerinin Karşılaştırılması [2]

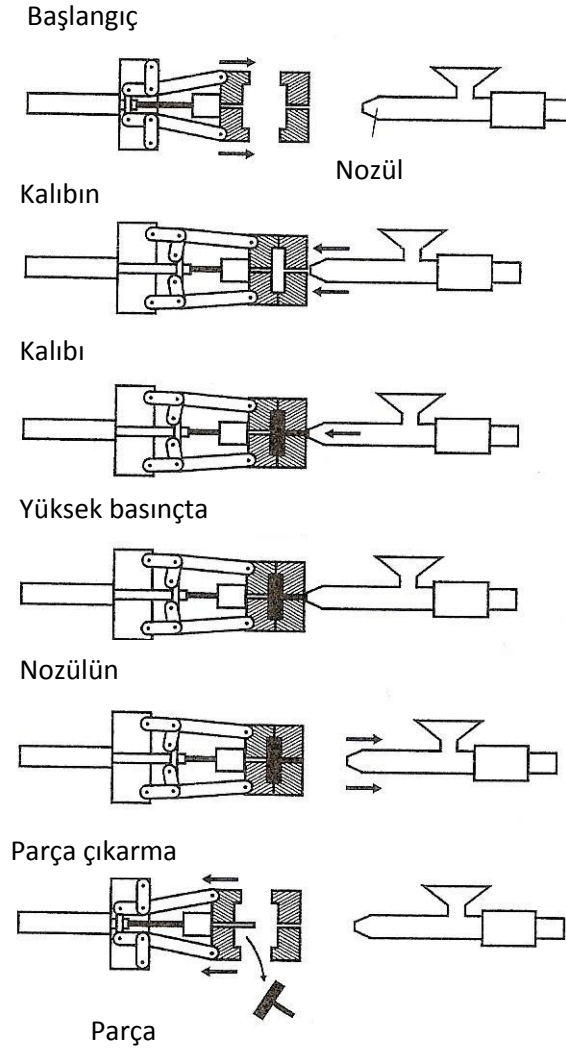
Granülasyon	Peletleme
Düşük karışım homojenliği	Üniform biçim ve ölçü
Düşük maliyet	Ekstrüzyon için karışım homojenliği yüksek
Yolluk ve dağıtıcılar için sıkça kullanılır	Yüksek maliyet
	İlk karışımlar için kullanılır

2.7.4 Karışımın Kalıplanarak Şekillendirilmesi (Kalıplama)

Karışımın kalıplanarak şekillendirilmesi işlemi; belirli sıcaklığa kadar ısıtılan beslenme stoğunun ve bağlayıcının ergitilerek bir kalıp boşluğunun içerisine doldurulması işlemidir. Boşluksuz, tozun her yerde homojen dağılım gösterdiği hatasız ürün elde etmek kalıplama işlemindeki birincil amaçtır. Bunu sağlamak için ergiyik haldeki malzemenin kalıbın içine akabilecek viskoziteye sahip olması gerekir [14].

Tipik enjeksiyon kalıplama işlemi ile enjekte edilen malzeme ile toz enjeksiyon kalıplama işlemi ile enjekte edilen malzeme arasında farklılıklar olduğundan üretim prosesi açısından da küçük farklılıklar vardır. Genel olarak her ikisinde de amaç kalıp boşluğu şeklinin hatasız ve boşluksuz olarak parçaya verilmesidir. Karışımın

viskozitesi, kalıplama sıcaklığı, kalıplama basıncı ve kalıplama hızı gibi parametreler ideal kalıplama için önemli değerlerdir. Basit bir kalıplama çevrimi Şekil 2.7’de görülmektedir.

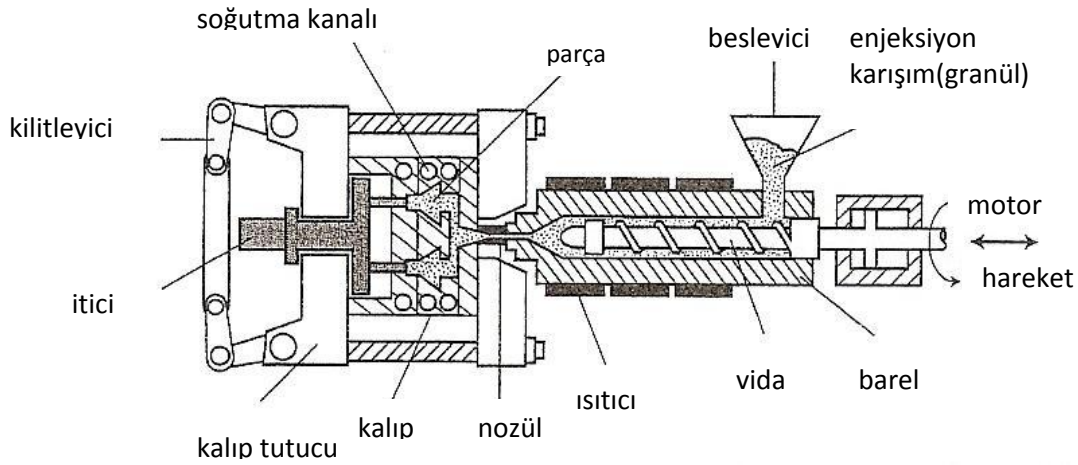


Şekil 2.7 Basit Bir Kalıplama Çevrimi [3]

Kalıp parçaları iki veya daha fazla sayıda parçadan oluşmaktadır. Kalıplama işlemi bu parçalar kapatılarak başlatılır. Parçaların kapatılmasıyla oluşan kalıp boşluğuna barel içerisinde bulunan ergitilmiş karışım enjekte edilir. Enjeksiyon işlemi gerçekleştikten sonra karışımın katılaşması için belli bir süre yüksek basınç altında tutulur. Böylece karışımın katılaşması sağlanır. Katılaşma sağlandıktan sonra basınç kaldırılır ve nozül kalıp üzerinden çekilir. Şekillendirilmiş parça itici pimler tarafından itilerek kalıp

boşluğunun dışına çıkarılır. Basit bir kalıplama çevrimi bitmiş olur ve sistem yeni bir kalıplama işlemi için yeniden hazırlanır [3].

Kalıplama işleminde parçanın istenilen şekli alabilmesi için karışımın viskozitesinin düşük ve karışımın kalıp içerisinde rahatça akabilecek yapıda olması gerekir. Kalıplama işlemi sırasında karışımın sıcaklık ve basınç gibi değerleri farklı dağılımlar gösterir. Karışımın ergitilmesi, kalıplama makinesinde bulunan barel içerisinde dışarıdan ısı alınarak gerçekleşmektedir. Kalıplama işleminin enjekte aşamasında sürekli ergimiş karışım sağlanması ve üniform ısıtmanın oluşmasını barel gerçekleştirmektedir. Kalıp bileşenleri karışımdan daha düşük sıcaklığa sahiptir; bu nedenle kalıplama işlemi esnasında karışımın ısını düşürür ve viskozitesini arttırmış olur. Barel yeteri kadar stabilite sağlamalıdır. Karışımın akış boyunca karşılaştığı direnç ve bu bölgelerde oluşan ısı kayıpları da karışımın viskozitesini arttırmaktadır [3]. Enjeksiyon kalıplama makinesinin kesit görünüşü Şekil 2.8’ de verilmiştir.



Şekil 2.8 Enjeksiyon Kalıplama Makinesinin Kesit Görünüşü [16]

2.7.5 Kalıplanmış Parçaların Bağlayıcılarının Giderilmesi (Bağlayıcı Giderme)

Karışma şekil verildikten sonra parçadan bağlayıcının uzaklaştırılması işlemidir. Bu işlem en fazla zaman alan imalat aşamasıdır ve büyük zorluklarla karşılaşılan aşamadır. Bağlayıcıların giderilmesi işleminde iki yöntem kullanılmaktadır:

- Kimyasal Çözündürme
- Termal Ayrıştırma (Isıl Bağlayıcı Giderme)

Kimyasal Çözündürme: Trikloroetan türü çözücülerle enjekte edilmiş ham parçaların içerisindeki bağlayıcıların çözündürülmesi işlemidir.[8]

Çözücü yardımıyla bağlayıcı giderme işleminde parça, bağlayıcı bileşenlerinden bir veya birkaçının çözücünün içerisine daldırılarak çözünmesi sağlanır. Bu sayede bir sonraki aşamalar için yapıda açık gözenekler oluşturulur. Bağlayıcının hızlı olarak giderilmesi istenildiğinde süperkritik çözücü yöntemi kullanılır. bu yöntemde çözücü yüksek basınç ve sıcaklık uygulandığında sıvı-gaz kritik noktasını geçerek süperkritik bölgeye geçer. Süperkritik bölgede çözücünün sıvı ve buhar fazları birbirinden farksızdır. Bu nedenle sıvıdan buhara geçme ve hacim değişimi gibi problemler ortadan kalkar ve bağlayıcı çözücü yardımıyla bünyeden çözülerek uzaklaştırılır. Katalist metodu da kimyasal çözündürme metotlarından biridir. Poliasetal bağlayıcı içeren bir parçanın asidik gaz atmosferinde dipolarize edilerek buharlaştırılması ve formaldehit olarak bünyeden uzaklaştırılması prensibine dayanır. Bağlayıcı doğrudan katı halden gaz fazına geçerek uzaklaşır [3].

Termal Ayırıştırma: Termal ayırıştırma yönteminde yapıda bulunan bağlayıcılar yüksek sıcaklık altında erimeye başlar. Yapıdan ayrılarak buharlaşır. Farklı bağlayıcı maddelerin farklı ergime sıcaklıklarına sahip olması nedeniyle sıcaklık aralıklarının önceden belirlenmesi burada dikkat edilmesi gereken noktadır[8].

Kılcal çekim kuvvetleri ile bağlayıcının sıvı fazdan alınması, parçanın bir toz kümesi içerisine gömülmesi ve daha sonra uygulanan ısı ile parça içerisindeki bağlayıcının belli bir akışkanlığa ulaşip toz kümesi tarafından emilerek çekilmesidir. Bağlayıcının ısı etkisi ile gaz fazında uzaklaştırılması ise bağlayıcının okside edilmesi, dipolarize olması veya zincir bağının kopması ile buharlaşması şeklinde olur. Eğer basınç düşük ise yayınma ile, eğer boşluklar büyük ve basınç yüksek ise bağlayıcının alınması geçişme şeklinde olur. Bu yöntemler uygulamada birlikte kullanıldığında işlem hızlanır [3].

Partikülleri bir arada tutmaya yarayan bağlayıcıları bünyeden çıkarmak için birçok farklı biçimde işlem uygulanmaktadır. Kalıplanarak şekillendirilmiş parça ısıtıldığı zaman bağlayıcı yumuşar ve kayma gerilmelerine karşı koyamayarak yerçekimi etkisi, ısıl gradyanlar ve gaz sıkışmasıyla mukavemetini yitiren parçayı sadece partiküller arası sürtünme kuvvetleri bir arada tutar. Bağlayıcılar sıvı veya gaz olarak

parça içerisinde dışarıya atılır fakat işlem sırasında parça şekli muhafaza edilmelidir [3].

Bağlayıcı giderme aşamasında parçadaki gözenek yapısı, bağlayıcıların kimyasal özellikleri, bağlayıcı giderme koşulları ve işlem süresi bağlayıcı giderme aşamasının başarısını belirler. Bağlayıcı gidermede en uygun ve en kolay çözüm çok bileşenli bağlayıcı formülleri kullanmaktır. Bağlayıcı bileşenlerinden biri uzaklaşırken diğeri partikülleri bir arada tutar [3].

2.7.5.1 II.7.5.1. Termal Ayırma (Isıl Bağlayıcı Giderme) Metotları

Isı kullanılarak yapılan bağlayıcı giderme işleminde, bağlayıcıyı ortamdaki uzaklaştırmak için verilen ısı ile etkisiyle bağlayıcı gaz veya sıvı hale geçerek bün-yeden uzaklaşır. Sıvı olarak uzaklaştırmada ergitilerek belli bir akışkanlığa getirilen bağlayıcı kılcal çekim kuvveti ile emilir. Gaz olarak bağlayıcının alınmasında ise bağlayıcı ısı etkisi ile bozulur ve buharlaştırılarak veya oksitleyici ortamlarda oksitlenerek gaz haline dönüştürülür. Geçişme ve yayınma mekanizmaları kullanılarak gaz haline geçmiş bağlayıcı bün-yeden uzaklaştırılır. Geçişme ve yayınma mekanizmaları arasındaki farkı belirlemek için gaz moleküllerinin ortalama serbest hareket mesafesi belirlenmelidir. Geçişme büyük gözeneklere sahip, yüksek buhar basınçlı sistemlerde, yayınma ise düşük gözenekli ve düşük basınçlı sistemlerde etkilidir.

Isıl bağlayıcı giderme metotlarından yayınma ile bağlayıcı giderilmesi metodunda bağlayıcı bün-yeden gaz fazında üç farklı etkiyle uzaklaştırılır. Bunlardan ilkinde işlem sırasında ısı ile etkiyle polimer bozulmasıyla ve zincir kesişmesiyle daha düşük molekül ağırlıklı yeni polimerler oluşur. Bu yeni ürünler parça yüzeyine doğru yayınma yoluyla hareket ederler ve orada buharlaşarak gaz fazına geçerler. Bu tip bozunma genellikle düşük molekül ağırlıklı mum ve yağlayıcılarda 160-400 °C gibi düşük sıcaklıklarda gerçekleşir. Yüksek molekül ağırlıklı polimerler uçucu olmadıklarından bağlayıcı atmosferlerinde genellikle bulunmazlar.

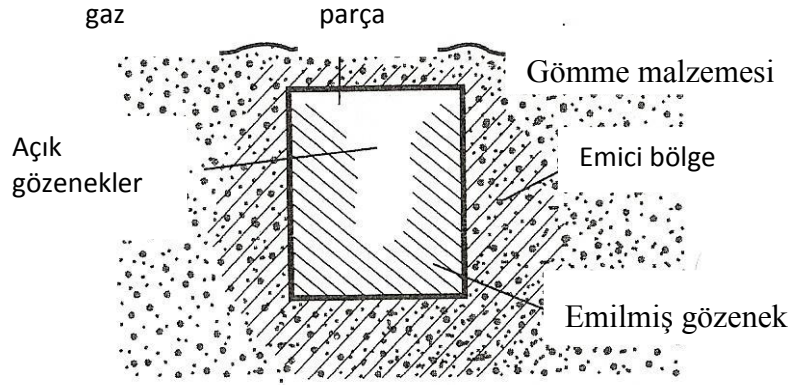
Bağlayıcının gaz haline gelebilmesi için oksitleyici sistemler kullanılır. Böylece bağlayıcı parça yüzeyinden gaz halinde uzaklaştırılır. Farklı atmosferik ortamlarda ısıtılan bağlayıcıların ağırlık kayıpları da farklıdır. Buna toz ve bağlayıcı karışımları da

eklenirse bu fark daha da büyür. Oksijen içeren açık ortamlarda uygulanan bağlayıcı giderme işleminde ağırlık kayıpları daha fazla olmaktadır.

Saf haldeki Polietilen ve Polietilen-metal tozları farklı ortamlarda ısıtılmış ve ağırlık kayıpları zamanla gözlemlenmiştir. Oksijenin oksitleyici özelliği havada yapılan işlem aralığını düşürmüştür. Hava atmosferinde yapılan işlemlerde hava akımı oksitleme potansiyelini artırır. Nötr ortamlardaki işlemlerde bağlayıcının bozunması ile oluşan gazlar bozunmayı yavaşlatır ve yüksek sıcaklıklara duyulan gereksinimi artırır.

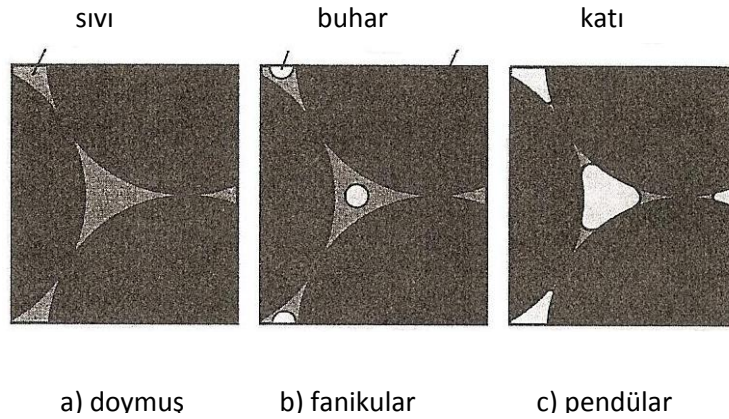
İşlem sırasında artan sıcaklıkla birlikte düşük molekül ağırlıklı organikler daha çabuk uzaklaşır. Ayrıca bu uçucu organikler polimer matrisi içerisinde belli bir hareket kabiliyetine sahip oldukları için yayınabilir ve hatta oksijenle reaksiyona girebilirler. Parçanın gözenekli yapıda olması durumunda uçucu bağlayıcılar daha da kolay uzaklaşırlar. Çok bileşenli bağlayıcılardan oluşan sistemlerde önce uzaklaşan bağlayıcı geride kalan bağlayıcıların uzaklaşmasını kolaylaştıracak şekilde gözenek bırakırlar.

Isı kullanılarak yapılan diğer bir bağlayıcı giderme metodu ise kılcal çekim metodudur. Bu metot emici bir yatak malzemesi yardımıyla bağlayıcının sıvı olarak alınması prensibine dayanır. Parça emici bir malzeme üzerine veya içerisine konarak bağlayıcının belli bir akışkanlığa ulaşması için ısıtılır. Bağlayıcı ısının etkisiyle viskoz hale geçer ve emme malzemesinin oluşturduğu kılcal çekim kuvvetleri etkisinde bünyeden çekilir. Kılcal çekim metodu şematik olarak Şekil 2.9.'da görülmektedir. Emici olarak kullanılan malzeme herhangi bir toz yada tozlardan oluşabilir. Bağlayıcı, yatak içerisindeki gözeneklerde oluşan kapiler basınç ile uzaklaştırılır. Bu yöntemde bağlayıcılar sıvı fazda alındığı için gaz fazına göre daha tehlikelidir. Bunun nedeni, daha küçük hacimlerdeki bir yer değiştirme olur ve bu da parça şeklinin bozulmasına sebep olmaktadır. Bağlayıcı parçadan emilerek uzaklaştırıldığı için emme malzemesi reaktif olamamalıdır, sinterlenmemeli, küçük gözenek boyutlu ve yüksek gözenek miktarı ve de küçük partikül boyutlu olmalıdır [3].



Şekil 2.9 Kılcal Çekim Metodu ile Bağlayıcı Giderme [16]

Kılcal çekim ile bağlayıcı uzaklaşmaya başladıktan sonra parça mikroyapısında iki tip ara yapı gözlemlenir; faniküler ve pendüler yapılardır. Şekil 2.10.'da küresel üç partikül çevresinde oluşan bu yapılar görülmektedir. Bu iki yapı içerisinde en sınırlayıcı olan pendüler yapıdır. Bu yapı partiküllerin temas noktalarında kalan bağlayıcılardan oluşur ve kılcal çekim sonunda ulaşılması gereken nihai yapıdır. Faniküler yapıda bulunan bağlayıcı ise uzaklaştırma işleminin orta kademelerinde oluşur ve bağlayıcı içerisinde oluşan gözenekler bozulan bağlayıcı buhar fazıyla dolmuştur.



Şekil 2.10 Küresel Üç Partikül Çevresinde Oluşan Yapılar [16]

Kılcal çekim kuvvetlerinin oluşmasının nedeni, sıvı faz olarak bulunan bağlayıcının gaz-sıvı ara yüzeyini minimize etme ve katı-sıvı ara yüzeylerinin maksimize etmeye çalışmasıdır. Enerjinin en iyi minimize edildiği durum iki partikülün birbirine dokunacak kadar yaklaştığı durumdur. Burada oluşan kılcal çekim kuvveti parçaları

bağlayıcı uzaklaştırma esnasında bir arada tutan kuvvettir. Aynı zamanda, bağlayıcının parçadan uzaklaştırılmasını sağlayan kuvvette gömme tozu içerisinde oluşan kılcal çekim kuvvetidir. Böylece bağlayıcı daha küçük gözeneklere gitmeyi tercih edecektir [3].

2.7.5.2 Çözücü Yardımıyla Bağlayıcı Giderme Metotları

Çözücü yardımıyla bağlayıcı giderilmesi üç farklı metotla yapılır. Bu metotlar temelde birbirlerinden farklı olmakla birlikte bağlayıcının çözünmesi esasına dayanır. İşlem sürelerinin oldukça kısa olması ısıl bağlayıcı giderme metotlarına göre avantaj teşkil eder.

Uygulamada en çok kullanılan çözücü yardımıyla bağlayıcı giderme metodu olan çözücüye daldırma metodudur. Çözücüye daldırarak bağlayıcı giderme işlemlerinin gerçekleşebilmesi için seçilen çözücüde çözünebilir ve çözünemeyen bağlayıcılar içeren parçaların üretilmiş olması gereklidir. İşlem sırasında parçalar çözücü içerisine daldırılır ve zamanla çözücü, çözünen bağlayıcıları çözerek bünnyeden uzaklaştırır. Çözünemeyen bağlayıcılar ise partikülleri bir arada tutarak sinterleme aşamasına kadar parça şeklini muhafaza eder. Bu metotta kritik noktalardan birisi çözünebilir bağlayıcıların toplam bağlayıcı miktarı içerisindeki oranı ve dağılımıdır. Toplam bağlayıcı içerisinde en az %30 çözünebilir bağlayıcı olmalıdır. Çözünebilir bağlayıcının yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılmış ve birbirleri ile ilişkili olması istenir. Bu metotta yaygın olarak kullanılan bağlayıcılar Polipropilen (PP), Polistiren (PS), Polietilen (PE) ve bitki yağı formülleridir. Bunların dışında suda çözünen bağlayıcı formülleri için Polietilenglikol (PEG)-Polietilen ve Polistiren-PMMA bağlayıcı karışımları kullanılır. Çözücü olarak ise etilendiklorid, trikloretilen, heptan ve hekzan gibi çözücüler kullanılır. Çözücülerin belli bir sıcaklığa kadar ısıtılarak kullanılması işlem süresini kısaltır. İşlem süresi 10mm kalınlığındaki bir parça için yaklaşık olarak 6 saat kadardır.

Diğer bir çözücü yardımıyla bağlayıcı giderme metodu ise süperkritik çözücü kullanımıdır. Süperkritik akışkan teknolojisi çok geniş bir alanda uygulama imkanı bulmuştur. Aşışılmışın dışında özellikleri olan bu yeni tip organik ve inorganik süperkritik akışkanların birbirinden farklı kritik sıcaklık, kritik basınç ve kritik yoğunlukları vardır. Bu metot genellikle seramik malzemelerde kullanılır. Metot; toz

üretimi, ince film oluşturulması, kurutma, boşluklu malzeme yapımı ve bağlayıcıların bünyeden alınması işlemlerini içerir. İşlem süperkritik çözücü ve parçayı basınç altında tutarak çözücü buharının kritik hale geldiği sıcaklığı sağlamaktır. Kritik sıcaklık ve basınçta buhar ve sıvı eşit yoğunluklardadır ve ayrılmazlar. Süperkritik çözücü ile bağlayıcı giderme işleminde ilk önce organik polimerlerin ve diğer bağlayıcıların birçoğu süperkritik akışkanlar içerisinde düşük sıcaklıklarda belirli bir çözünürlük gösterir. Daha sonra süperkritik akışkanlar tek faz konumunda, yani gaz fazında olduklarından partiküller arasında sıvılara göre daha iyi nüfuz ederler. Son olarak sıcaklık veya basınç ile yoğunluk arasındaki kuvvetli ilişkiden dolayı devamlı bir döngü oluşturarak bağlayıcıların tekrardan kullanılması mümkündür. İşlem mum esaslı bir bağlayıcı için 85 °C ve de 28 MPa basınçta yaklaşık olarak 4 saat kadar sürer.

Çözücü yardımıyla bağlayıcı giderme metotlarından sonuncusu ise katalitik bağlayıcı giderme metodudur. İşlem temelde poliasetal bir bağlayıcının asidik bir gaz ile dipolarize edilerek buharlaştırılıp formaldehit olarak uçurulması esasına dayanır. İşlem esnasında bağlayıcı giderme hızı diğer metotlardaki hızlara göre 10 kat daha fazladır. Poliasetallerin dipolimerizasyonlarını formaldehite çevirmek için en uygun asit gazı HNO_3 ve BF_3 dür. Katalitik bağlayıcı alma işlemi 100°C üzerinde hızla oluşturulabilir. Bu sıcaklık formaldehitin kaynama sıcaklığının üzerindedir [3].

2.7.6 Sinterleme

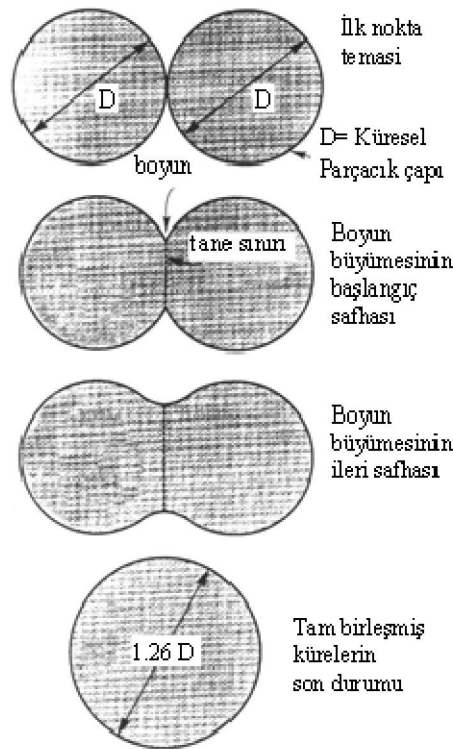
Kalıplama ve bağlayıcı giderme işlemi sonrasında parçanın yoğunluğu teorik yoğunluğun %60'ı civarındadır. Bu yoğunluk değerinde parça kırılgandır, çabuk kırılır ve düşük dayanıma sahiptir. Parçanın dayanımını yükseltmek ve kolayca kırılmasını engellemek için parçaya sinterleme ısı işlemi uygulanır.

Sinterleme; toz partiküllerinin yüksek sıcaklık etkisiyle bir araya gelerek aralarında bağ kurması işlemidir. Toz partikülleri birbirleri ile temas noktalarından birleşmeye başlar ve kaynak bağları oluşturur. Bunun sonucunda boyunlaşma oluşur. Boyunlaşma artarak parçanın küçülmesine, yoğunlaşmasına ve dayanımın artmasına neden olur.

Sıkıştırılmış toz partikülleri arasında oluşan kaynaklanma; yapışma, mekanik kitlenme gibi zayıf bağlardan oluşur. Kristal kafes içerisindeki bağ dayanımına göre çok zayıftır. Bunun için sıkıştırılmış ham yoğunluğa sahip parçalar, ergime noktasının altındaki

sıcaklıklarda ısı işleme tabi tutulur. Böylece parçalara mukavemet ve yüksek yoğunluk kazandırılmış olur.

Sinterleme toz partiküllerinin birbirlerine değdiği noktadan itibaren katı-hal bağına dönüşümü ile oluşur. Nokta teması ile başlayan ve ara parçacık bağının gelişmesiyle devam eden sisteme çift-küre sinterleme modeli denir. İki parçacığın temasıyla oluşan boyun büyümesi yeni bir tane sınırının oluşmasına neden olmakta ve iki parçacık tek bir parça olacak şekilde birleşmektedir. Şekil 2.11’de çift-küre sinterleme modeli verilmiştir [15].



Şekil 2.11 Çift-küre Sinterleme Modeli [15]

Sinterleme işleminde yüksek sıcaklıklar kullanıldığı için oksitlenme riskine karşı redükleyici atmosfer kullanılmalıdır. Sinterleme işleminde uygulanan sıcaklıklar ve uygulama süreleri toz malzeme özelliklerine göre değişir. Sinterleme işlemi sonrasında ulaşılan teorik yoğunluk %95 ve daha fazlası, büzülme oranı da %15-20 arasında olmaktadır.

Farklı sinterleme çeşitleri vardır. Bunlar katı hal sinterlemesi, aktive edilmiş sinterleme ve sıvı faz sinterlemesidir. Sinterleme aşamasında alaşım bileşimine bağlı olarak tercih

edilir. Katı hal sinterlemesi, tek metal tozlarda veya homojen alařım tozlardan oluřan sistemlerde kullanılan bir metottur. Ergime sıcaklıęının % 80'i gibi sıcaklıklarda sinterlenirler. Numuneler tek metalin ergime sıcaklıęının altında veya homojen katı ergiyik halindeki alařımın katılařma sıcaklıęının altında bir sıcaklıkta uygun atmosferde sinterlenirler. Sinterleme iřlemi sırasında oluřan homojenleřme katı hal yayınmasının bir gstergesidir. Yksek ergime sıcaklıęına sahip bir metalle, dřk ergime sıcaklıęına sahip bir metalin tozlarından oluřan bir karıřımın sinterlenmesi durumunda aradaki yksek sıcaklık farkından dolayı sinterleme yntemi deęiřir.

Sinterlemeyi gerekleřtiren itici g, sistemin i enerjisindeki azalmadır. Bu azalmayı saęlayan etkenler; partikl temas alanlarının bymesinden dolayı yzey alanının azalması, gzenek hacmindeki azalma veya gzeneklerin kreselleřmesi, ok bileřenli sistemlerde katı fazın sıvı faz ierisindeki znmesi ile oluřan konsantrasyon farklılıęının giderilmesi gibi etkenlerdir. Sinterlenme tiplerinden biri olan katı hal sinterlemesinde; metal partikllerinin aralarına metalurjik baę oluřturması, deęiřik yollarla atomsal tařınım, kompaktın yoęunluk kazanması gibi temel safhalardan sz edilebilir. Partikller arasında sıkı bir metalurjik baęın oluřması, bařlangı toz zellikleri ve presleme basıncına baęlı olarak deęiřiklik gstermektedir. Esas mukavemet arttırıcı safha ise atomsal tařınım mekanizmalarıyla partikller ii blgelerden boyun blgesine tařman metal transferi ile gerekleřir. Son ařama olarak ise yksek seviyede tařınım ve mevcut gzeneklerin kısmen kaybolması veya kreselleřmesiyle gerekleřmektedir. Katı hal sinterlemesi zerine birok deneysel alıřma yapılmıř ve bu sinterleme tipi tm ynleriyle aıklanmıřtır.

Sıvı faz sinterlemesi ise sinterleme iřleminde oluřan sıvı fazın varlıęına baęlı olarak, iki farklı sre halinde tanımlanır. Bunlardan ilki, sıvı fazın ısıtma ařamasında oluřtuktan sonra i yayınma ile katı ergiyięe geerek yok olduęu geici sıvı faz sinterlemesi, ikincisi ise sıvı fazın sinterleme sıcaklıęında srekli olarak var olduęu srekli sıvı faz sinterlemesidir. Geici sıvı faz sinterlemesinde sinterleme sıcaklıęında oluřan sıvı faz i yayınmayla katı ergiyięe geerek yok olur ve sonuta homojen bir katı ergiyik veya iki veya daha fazla katı fazdan oluřan heterojen bir alařım oluřur. Bu tip sinterleme pratiklerine rnek olarak %90Cu-%10 Sn bileřimine sahip kendinden yaęlamalı yataklar, deęiřik miktarlardaki Fe-Cu sistemleri verilebilir. Dięer bir sinterleme mekanizması olan srekli sıvı faz sinterlemesinde ise sinterleme

sıcaklığında oluşan sıvı faz tüm sinterleme süresi boyunca mevcudiyetini korur. Özellikle ergime sıcaklığı yüksek olan tungsten gibi refrakter metallerin saf halde sinterlenmelerinin zorunluluğu nedeniyle, ilk çalışmalar 1950’lerde gerçekleştirilmiştir. Tungstenin yanı sıra demir esaslı parçaların sinterlenmesinde bu sinterleme mekanizmasının kullanılması mümkündür. Sisteme katılan düşük miktardaki, düşük ergime sıcaklığına sahip metaller sinterleme esnasında sıvı faza geçerler. Oluşan sıvı faz içerisinde çözünen ufak katı parçacıklar daha büyük katı parçacıklar üzerinde çökerek hızlı şekilde yoğunlaşma gerçekleşir. Buradaki sıvı faz bir nevi taşıyıcılık görevi üstlenir. Sıvı faz sinterleme mekanizmasının temel avantajları; düşük sinterleme sıcaklıkları, hızlı yoğunlaşma ve homojenleşme, yüksek sonuç yoğunlukları ve katı hal sinterlemesiyle, sinterlenmiş malzemelere göre daha üstün özellikler taşıyan mikroyapısal gelişim şeklinde sıralanabilir [3].

2.7.6.1 Katı Hal Sinterlemesi

Saf metal(tek fazlı) partiküllerden oluşan kompaktları sinterlemek için malzemenin ergime sıcaklığının yaklaşık olarak %80 civarındaki sıcaklıklar sinterleme sıcaklığı olarak seçilir. Sinterleme işlemi, mikroyapıda oluşan değişiklikler ve boyutsal değişimlerle beraber parçanın fiziksel ve mekaniksel özelliklerinde değişiklikler meydana getirir. Önceden şekillendirilmiş ve mukavemeti düşük olan ham parçalara sinterleme sırasında mikroyapıda meydana gelen bu değişimler sonucunda mukavemet kazandırılır.

Sinterleme sırasında ilk olarak toz partikülleri arasındaki temas alanı artar ve mevcut gözenekler küreselleşir, partiküllerin merkezleri arasındaki mesafe azalır ve partiküllerin merkezleri arasındaki mesafenin azalmasıyla parçada çekilme meydana gelir. Bunun sonucunda yoğunluk artar. Daha sonra partiküller birbirleriyle birleşerek izole gözenekler oluşturur. Yapıda malzeme taşınımı ile gözeneklerin boyutları küçülür ve tane büyümesi oluşur. Sinterleme sırasında meydana gelen bazı oluşumlar sonucunda parçalarda genleşme görülebilir. Bunun nedeni şekillendirme esnasında gözeneklerde kalan gazların sinterleme sırasında basıncı artırması sonucu görülür. Yapıdaki gazın genleşmeye neden olabilmesi için sinterleme sırasında parça içerisinde yayınmaması veya metal ile reaksiyona girmemesi gerekir (örneğin oksijen metallerle oksit oluşturabilir). Preslemenin atmosferik koşullar altında yapılması halinde gözeneklerde

sıkışıp kalan havadaki oksijen, hidrojen gazı altında yapılan sinterleme sırasında su buharı oluşumuna neden olabilir. Gözenek boyutu küçük olduğundan hacimsel bir genleşme meydana gelmez [3].

Genellikle katı hal sinterleme işlemi için uygun görülen sinterlem mekanizması üç aşamada ele alınabilir.

1.Aşama: Birbirlerine temas eden partiküller “boyun” olarak adlandırılan sinter köprüleri oluşturur. Bu esnada toz partikülleri birbirinden bağımsızdırlar. Tane sınırı iki partikül arasındaki temas düzlemlerinde oluşmaya başlar. Partiküllerin merkezleri çok az bir miktar birbirlerine yaklaşır. (Hacimsel daralma sınırlıdır.)

2.Aşama: Boyun oluşumundan sonra meydana gelen bu ara aşamada x:a oranı belirli bir değerin üzerine çıkarsa müstakil tane şekli tanınabilirliğini kaybeder. Düzenli bir boşluk ağı oluşur ve böylece tane büyümesi meydana gelerek yeni mikro yapı oluşumu görülür. Gözenekler parça yüzeyine kadar birbiri ile bağlantılıdır. Bu aşama boyutsal küçülmenin en fazla görüldüğü aşamadır.

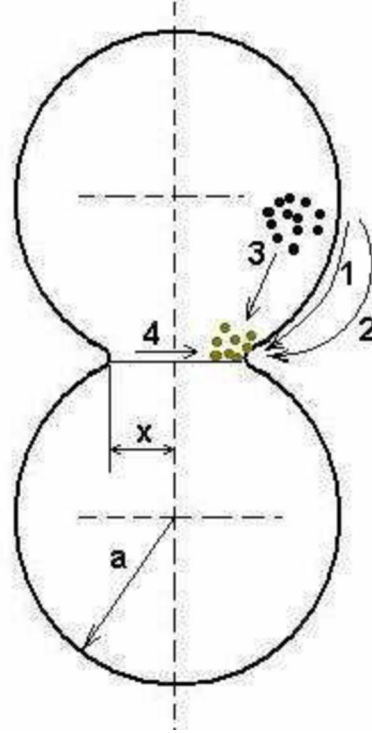
3.Aşama: bu aşama da kapalı gözenek oranı hızla azalır ve birbirinden izole edilen gözenekler küresel şekil almaya başlar. Gözenekler içerisinde dışarı çıkamayan gözeneğe hapsolmuş gaz varsa gözenekte bulunan gazın basıncı ile yüzey geriniminden kaynaklanan basınç denge haline ulaştığında sinterlenmiş yapıda teorik yoğunluğa çıkmak mümkün olmaz. Sinterleme işleminde gözenek olmaması için vakumla sinterleme yöntemi tercih edilmelidir. Vakumla sinterleme de gözeneklerde gaz olmadığı için veya gözenekteki gaz ana yapıdan kolaylıkla difüz olup uzaklaşabiliyorsa yoğunluk artmaya devam eder ve % 100 teorik yoğunluğa ulaşılabilir.

Manyetik malzemelerde, yüksek yoğunluk ve yüksek dayanım gerektiren çeliklerde, sementit karbürlerde çoğu kez üçüncü aşamaya kadar gidilebilir veya en azından ara aşamanın (2. aşama) sonuna ulaşılabilir. Daha çok, kaba toz boyutunda ve küresel şekilli tozlardan mamul yüksek gözenekli yapıda, gaz veya sıvı geçirgenlik özellikleri aranan filtre türü toz metalurjisi ürünlerinde sadece 1. aşama yeterli sinterleme prosesini oluşturur.

Çok ince boyuttaki tozlarla yapılan sinterlemede boyutsal küçülme ve tane büyümesi düşük sıcaklıklarda başlar ve sinterleme işlemi sıcaklığın artmasıyla gerçekleşir [3].

Sinterleme işlemi sırasında oluşan boyun bölgesinde meydana gelen sinterleme aşamaları şunlardır:

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

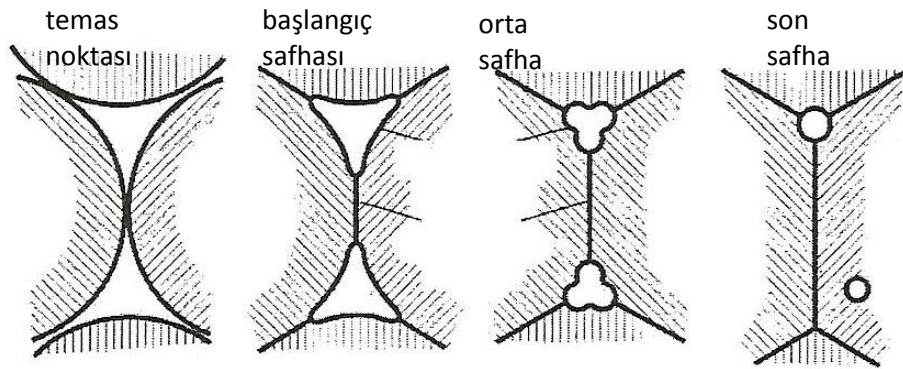


Şekil 2.12 Boyun Bölgesinde Muhtemel Sinter Mekanizmaları [3]

Sinterleme işlemi farklı sıcaklıklar seçilerek yapılır ve bu farklı sıcaklıklar da mikroyapıda pek çok değişiklik oluşmasına sebep olur. Mikroyapıdaki bu oluşan değişiklikler birbirini takip eden ve iç içe geçmiş safhalardan meydana gelir. Katı hal sinterlemesi işlemi esnasında oluşan safhalar şöyledir:

1. Partiküller arası ilk bağın oluşumu
2. Boyun oluşumu ve büyümesi
3. Gözenek kanallarının kapanması
4. Gözeneklerin yuvarlaklaşması
5. Yoğunlaşma yada gözeneklerin küçülmesi
6. Gözeneklerin birleşerek irileşmesi

Sinterleme partiküller arasında bağ oluşmasıyla başlar. Partiküller birbirleriyle sürekli temas halindedirler. Atomlar arası taşınım mekanizmaları, sıcaklığın artması sonucunda aktif hale gelir ve bu şekilde boyun oluşumu (bağ oluşumu) gerçekleşmiş olur. Birbirleriyle sıkı temas halinde bulunan partiküllerin temas noktalarında bağ oluşumu başlar. Bağ oluşumu ile malzemede boyutsal değişim görülmez ve bağ oluşumu sinterlemenin ilk aşamalarında tamamlanır. Partiküller arasında oluşan bu bağlar malzemeye mukavemet kazandırır. Yapı içerisindeki gözenek sayısında herhangi bir azalma olmaz sadece boyun büyümesinden dolayı oluşan düzensiz gözenekler belirli bir düzene kavuşurlar. Böylece ön şekil verilmiş yapıdaki gözeneklere göre daha düzenli bir gözenek yapısı elde edilir. Sinterlemenin ilk aşamasında meydana gelen boyun büyümesi sinterleme işleminin diğer aşamaları boyunca devam eder. Bu da yoğunlaşma ve gözeneklerin irileşmesi için gerekli olan yeni bağ oluşumunu sağlar. Gözenek kanallarının kapanmasıyla önemli bazı değişiklikler görülür. Boyun büyümesi ve malzeme taşınım mekanizmalarının aktif halde çalışması ile birbiri ile bağlantılı olan gözeneklerin kapanmasıyla izole olmuş gözenekler oluşur. Gözenekleri kapanması Şekil.2.13.'de şematik olarak görülmektedir. Yapı içerisindeki gözenek miktarı %10'dan daha fazla ise gözenekler birbirleriyle temas halindedir. Eğer gözenek miktarı %5-10'dan daha fazla ise gözeneklerin çoğu kapalı veya birbirleriyle teması yoktur.



Şekil 2.13 Katı Hal Sinterlenmesi Sırasında Gözeneklerin Kapanması [3]

Boyun büyümesi aşamasından sonra bu işlemin sonucu olarak gözenekler yuvarlaklaşır. Gözeneklerin yuvarlaklaşmasının nedeni partikül yüzeylerinden boyun bölgesine

malzeme taşınımı olmasıdır. Başka taşınım mekanizmaları da vardır ancak gözeneklerin yuvarlaklaşmasında pek aktif rol oynamazlar. Sıcaklığın yüksek olması gözeneklerin yuvarlaklaşmasını arttırır. Gözenek yuvarlaklaşması hem birbirleriyle bağlantılı olan gözenekler hem de izole gözenekler için geçerli olmasına karşın genellikle kapalı gözenekler için düşünülmektedir.

Sinterlemenin en önemli aşaması gözeneklerin küçülmesiyle birlikte malzemenin yoğunlaşması aşamasıdır. Bu aşamada yoğunluk ve mukavemet artar. Buna rağmen bu aşama gerçekleşmeden sinterleme işlemi bitirilebilir. Malzeme, gözeneklerdeki havayı dışarı atarak gözeneklere taşınmasıyla gözenekleri büyük ölçüde küçülterek malzeme hacminde düşüslere neden olur. Sinterlemenin ilerlemesi, malzeme yoğunluğundaki artışla gözlenebilir ancak mikroyapıdaki değişimleri yansıtmaz.

Sinterlemenin son aşamasında izole olmuş küçük gözenekler büyük gözeneklere doğru hareket ederler ve birleşerek daha büyük gözenekler meydana getirirler. Toplam gözenek sayısı azalırken gözenek miktarı değişmez ve dolayısıyla yoğunlukta da belirli bir değişme gerçekleşmez. Mikroyapı içerisindeki büyük gözenekler çentik etkisi gösterebilmektedirler [3].

2.7.6.2 Sıvı Faz Sinterlemesi

Sinterleme işlemi sırasında, sıkıştırılmış metal tozları mutlak ergime sıcaklıklarının yarısı üzerindeki sıcaklıklara ısıtıldığında sıkı bağ oluştururlar. Sinterleme sıcaklığındaki atomik hareketlerin, parçacıklar arası bağların oluşmasına neden olması ile tüm sinterleme şekillerinde tane yüzey alanında meydana gelen bir azalma ve bunun sonucunda parça mukavemetinde artma görülür.

Sıvı faz sinterlemesinde, sıvı bir faz katı bir toz kümesiyle aynı anda bulunur. Sinterleme esnasında parçacıklar arası bağ oluşumunu sıvı faz arttırır. Sıvı fazın sinterleme hızına etkisi de en önemli avantajıdır. Sıvı faz kılcal çekim kuvvetleri oluşturur. Oluşan çekim kuvvetleri partikülleri birbirine doğru çeker ve dışarıdan bir basınç olmadan hızlı bir yoğunlaşma oluşturur. Ayrıca sıvı faz katı parçacıklar arasında oluşan sürtünmeyi azaltır ve yeniden düzenlenmeyi hızlandırır. Katı partiküllerin kenarları ve köşeleri yüksek kimyasal potansiyele sahip oldukları için sıvı faz içerisinde çözünmekte ve böylelikle partiküller yeniden düzenlenmektedir. Partiküllerin arasında oluşan bağlanma sonucu meydana gelen mukavemet, iletkenlik, süneklik, manyetik

geçirgenlik, korozyon direnci gibi faktörler gözenek yapısında ve parça özelliklerinde görülen önemli değişikliklerdir.

Sıvı faz sinterlemede sıvı faz oluşturmanın iki yolu vardır. Birinci olarak farklı kimyasal yapıda tozlar kullanılarak sıvı faz oluşturulur. İki farklı toz sinterleme işlemi sırasında birbirleriyle etkileşerek bir sıvının oluşmasına neden olurlar. Oluşan bu faz sinterleme esnasında kimi zaman sürekli, kimi zaman geçici olabilir. Bunun nedeni ise sıvı faz çözünürlük ilişkileridir. İkinci bir yöntem ise ön alaşımlandırılmış bir metal tozu sıvılaştırma ve katılaştırma eğrileri arasındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılabilir. Oluşan katı ve sıvı fazın karışımı süpersolidüs sinterlemesine neden olur. Bu çok yeni bir sinterleme şeklidir ve son yirmi yıldır bu mekanizma üzerine çalışmalar yoğunlaştırılmıştır.

Sıvı faz sinterleme işleminde ortaya çıkan en önemli sorun sıvı fazın gereğinden fazla oluşması ve ön şekillendirilmiş parçaların şeklini muhafaza edememesidir.

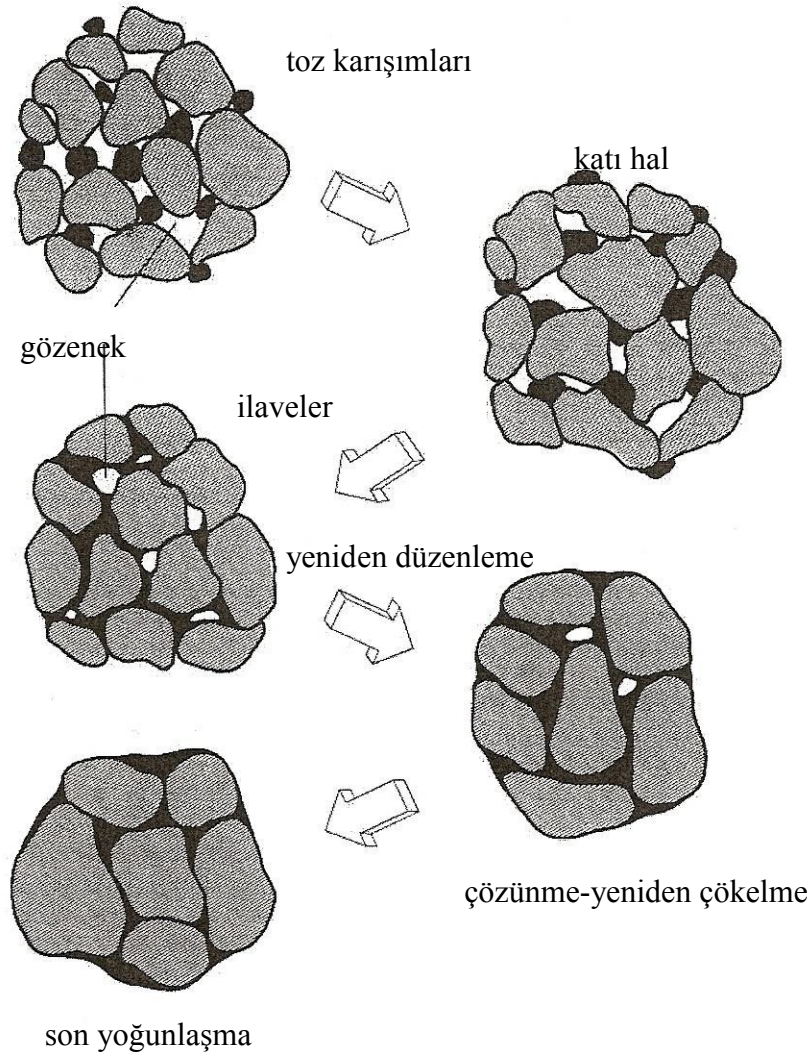
Sıvı faz sinterlenmesinde dikkat edilmesi gereken unsurlar şunlardır:

1. Faz diyagramına göre, sinterleme sıcaklığında katı ve sıvı fazın uzun süre bir arada bulunabileceği bir alaşım noktası seçilmelidir.
2. Katı fazın sıvı faz içerisinde sınırlı bir çözünürlüğü olmalıdır.
3. Düşük ergime sıcaklığına sahip bir sıvı faz seçilmelidir.
4. Katı tanelerin sıvı faz tarafından iyi ıslatılabilmesi sağlanmalıdır.
5. Sıvı faz miktarı şekli koruyabilecek kadar az fakat istenilen yoğunluğa ulaşabilecek kadar fazla olmalıdır.
6. Sinterleme sırasında hızlı yoğunlaşmanın gerçekleşebilmesi için partikül boyutu göreceli olarak küçük seçilmelidir.
7. Partiküllerin ön şekillendirme basıncı düşük olmasına rağmen bu basınç pek önemli değildir fakat ön şekillendirme basıncı düştükçe boyutsal kontrol güçleşir. Bu durum sıvı faz sinterlemesini sınırlayan bir etken olmaktadır.

Yukarıda bahsedilen sıvı faz sinterlemesinin temel kriterleri içerisinde malzeme özelliklerine bağlı olarak yer alan birkaç olası taşınım mekanizması söz konusudur. Örneğin katı, oluşan sıvı faz içerisinde çözünebilir veya çözünemez. Böyle bir farklılık sinterleme hızını ve mikroyapı değişimini büyük ölçüde etkiler. Diğer temel

etkenler, sıvı ve katı fazlar arasındaki ara yüzey enerjileri (ıslatan sıvıya karşı, ıslatılmayan sıvılar) ve katı-katı tane sınırları boyunca sıvının nüfuz etme yeteneği ile ilgilidir. Parça büyüklüğü, sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi, sinterleme atmosferi ve yaş yoğunluk gibi değişkenler bir araya geldiklerinde; sıvı faz sinterlemesiyle oluşan malzeme tipi üzerinde daha geniş etkilere sahip olmaktadır. Bu etkenlerin hepsinin birbirleriyle çapraz etkileşimi, sıvı faz sinterlemesinin incelenmesindeki güçlüğe katkıda bulunmaktadır [3].

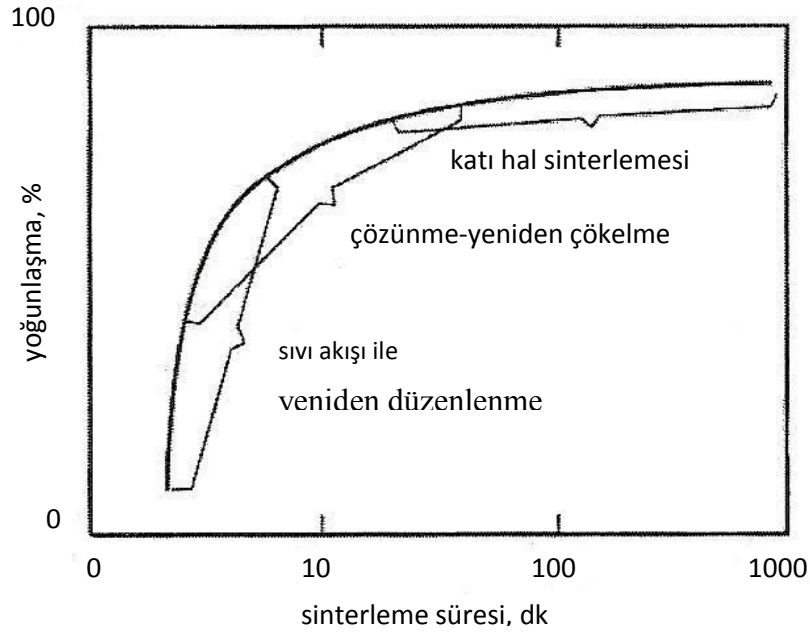
Sıvı faz sinterleme süreçleri birbirini takip eden üç aşamadan oluşur. Sıvı faz sinterlemesinin temel aşamaları ve mikroyapısal değişim Şekil 2.14.'de şematik olarak verilmiştir.



Şekil 2.14 Geleneksel Sıvı Faz Sinterlenmesi ve Bağıntılı Mikroyapısal Değişimler [3]

İlk olarak toz karışım bir sıvının oluştuğu sıcaklıklara kadar ısıtılır. Sıvının oluşmaya başlamasıyla hızlı bir başlangıç yoğunlaşması meydana gelir. Bunun nedeni oluşan sıvının, katı parçacıklar üzerine uyguladığı kuvvettir. Mekanizma yüzey enerjisini en düşük hale getirmeye çalışırken gözenekler giderilir. Gerçekleşen bu yeni düzenleme esnasında mikroyapı, kılcak hareketler doğrultusunda viskoz bir katı olarak davranış sergiler. Sinterlenen kompaktın viskozitesi gözeneklerin giderilmesiyle artar ve yoğunlaşma hızı sürekli olarak azalır.

Geleneksel sıvı faz sinterlemesinin üç temel kademesi ve zamana bağlı olarak yoğunlaşma değişimi Şekil 2.15.'de grafik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.15 Sıvı Faz Sinterlenmesinde Aşamaların Şematik Olarak Gelişimi [3]

Yeniden düzenlenmenin etkisiyle yoğunlaşma yavaşlarken, çözünürlük ve yayınma etkileri belirgin hale gelmiştir. Geleneksel sıvı faz sinterlemesinin ikinci aşaması çözünme-yeniden çökme aşamasıdır. Bu aşamada mikroyapı irileşmesi görülmektedir. Bir tane onu çevreleyen sıvı içerisindeki tane boyutu ile ters orantılıdır. Küçük tanelerin çözünürlüğü büyük tanelere göre çok daha yüksektir. Mevcut olan çözünürlükler arası bu farklar konsantrasyon değişimini oluşturur. Malzeme küçük tanelerden büyük tanelere taşınım yoluyla iletilir. Böylece tanelerde irileşme görülür. “Ostwald

irileşmesi” yada “irileşme” olarak da adlandırılır. Malzemenin yayınmasıyla meydana gelen tane şeklinin değişmesi, daha sıkı tane paketlenmesini meydana getirir.

Katı hal kontrollü sinterleme sıvı faz sinterleme işleminin son aşamasıdır. Bu aşamada katı iskelet yapının varolması nedeniyle yoğunlaşma yavaş olur. Bu aşamada etkili olan unsurlar sıvı faz sinterleme işlemi esnasında aktif olmasına rağmen yavaş oluşması nedeniyle katı hal sinterlemesi, sinterleme işleminin son aşamasına kadar önem arz etmez. Mikroyapısal irileşme, yayınma yoluyla devam etmesine rağmen katı iskelet yapının direnci daha ileri seviyede yeniden düzenlenmeyi engeller. Gözenekler eğer hapsolmuş gaz içeriyorsa parçada şişme meydana gelecek şekilde genişleyecektir [3].

2.7.6.3 Sıvı akışı ile yeniden düzenlenme

Sıvı faz sinterlemesinin ilk aşaması sıvı akışı ile yeniden düzenlenme aşamasıdır. Bu aşamada düşük ergime sıcaklıklarına sahip bileşenler, sıcaklığın artmasıyla ergime sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda sıvı hale geçerler. Toz taneleri sıkıştırma işlemi sonucunda mümkün olabildiği kadar birbirlerinin içlerine girerler. Ancak aralarında kılcal boşluklar oluşmuştur. Bu kılcal boşluklar, sıvı fazın oluşmasıyla birlikte bazı kuvvetlerin oluşmasına neden olur. Oluşan kuvvetler sıvı fazın boşluklara ilerlemesini sağlar. Kapiler kuvvetler, ıslatıcı sıvıya bağlı olarak parçacıkları yakın bir çevreye çeker. Oluşan sıvı hem parçacıklar arasına sızar hem de katı parçacıkların birbiri üzerinde kaymasını sağlar. Bu şekilde mikroyapı yeniden düzenlenmeye başlar. Parçacıklar, birbirini izleyen ve bir arada büyüyen parçacıklar gibi yakın olarak yeniden paketlenir ve viskoz akış ile mevcut gözenekler giderilir. Gözeneklerin giderilmesinden sonra yapı daha sıkı paketlenmiş bir hal alır [3].

2.7.6.4 Çözünme-yeniden çökme aşaması

Sıcaklık artışıyla görülen sıvı fazın etkisiyle katı parçacıkların yeniden düzenlenme işlemi sırasında yoğunlaşma oluşan sıvı faz miktarına göre büyük oranda tamamlanır. Sıvı faz içerisinde katı parçacıkların çözünmesi, sıvı film aracılığıyla taşınım ve bir başka yerde çökmeden oluşan çözünme-yeniden çökme aşamasında itici gücün ne olduğu, malzeme taşınımının nasıl gerçekleştiği, bu mekanizmanın yoğunlaşma ve mikro yapısal değişikliklere nasıl katkıda bulunduğu konusunda birçok deneysel çalışmalar yapılmış ve değişik modellemeler oluşturulmuştur [3].

2.7.6.5 Katı hal sinterlemesi

Sinterlemenin üçüncü aşaması, rijit iskelet oluştuktan sonra daha ileri yoğunlaşma olabilir. Katı hal sinterlemesine benzer bir süreç olduğu için hız ikinci aşamadan daha yavaş işlemektedir.

Mikro yapının dengeye ulaşmaya çalıştığı bir aşamadır ve bu aşamada minimum enerjiye sahip katı-sıvı ara yüzey şekline yaklaşır.

Maksimum yoğunluk gözeneklerin ya da gözenekler içerisine hapsolmuş gazların karakteristiğine büyük oranda bağlıdır. Sinterlemenin bu son aşamasında tane büyümesi oluşmaya başlar. Tane büyümesi boyunca tane boyutu dağılımı, gözenek boyutu ve partiküller arası boyun boyutu değişir [1].

2.7.6.6 Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi

Geçici sıvı faz sinterlemesi, sıvı faz sinterlemesinin iki farklı mekanizmasından biridir. Katı faz çözünme oranının yüksek olduğu durumlarda ve yüksek ergime sıcaklığına sahip katı fazın olduğu durumlarda geçerli olan geçici sıvı faz sinterlemede presleme işleminden geçmiş kompakt parça sinterleme sıcaklığına kadar çıkartıldığında sıvı faz oluşur. Yine sinterlenmiş kompakt, sinterleme sıcaklığında iken sıvı faz iç yayınma ile katı ergiye geçer ve yok olur. Kompaktın sinterleme sıcaklığında bekletilme aşamasından sonra iki veya daha fazla katı fazdan oluşan heterojen bir alaşım ya da homojen bir katı eriyik oluşabilir. %90 Cu ve %10 Sn karışımından oluşan kendinden yağlamalı yataklar, Al-Cu, Mg-Si alaşımları ve AlNiCo magnetleri alaşım katılaşma sıcaklığının altında, heterojen katı bir alaşıma örnek olarak verilebilir.

Metal tozlarının karışımından oluşan bir kompaktın sinterlenmesi, toz karışımının tam bileşimine, çözebilirlik sınırına, sıvı faz miktarına, sinterleme sıcaklığına, faz diyagramına veya sinterleme sıcaklığına ısıtma hızına bağlı olarak sürekli sıvı faz sinterlemesi (ağır alaşım mekanizması), süreksiz sıvı faz sinterlemesi veya katı hal sinterlemesi yöntemlerinden herhangi biri içinde tanımlanabilir. Bu durumu açıklamak için birkaç örnek vermek gerekirse; %90 Cu ve %10 Sn toz karışımlarından oluşan bir kompakt, katılaşma ve sıvılaşma sıcaklıkları arasında sinterlendiğinde, bakırca zengin bir katı ve kalayca zengin bir sıvı faz oluşur. Eğer oluşan bu alaşım hızlı katılaştırılırsa yapısı tungsten-nikel-bakır ağır alaşımının yapısına benzer ve

sinterleme sürekli sıvı faz sinterlemesi mekanizmasıyla açıklanabilir. Sinterleme sıcaklığında ostenit içerisinde bakırın katı çözünürlük sınırının altında bakır içeren (örneğin 1150°C’de %93 Fe- %7 Cu) demir-bakır toz karışımından oluşan kompaktlar, bakırın demir içerisinde homojen bir katı çözelti oluşturabileceği şekilde yavaş ısıtılarak sinterleme sıcaklığına çıkartılması durumunda, parçacık boyutu küçük dolayısıyla yayınma mesafesi kısa ise herhangi bir sıvı faz oluşmayacaktır. Bu durumda işlem iç yayınmayla katı hal sinterlemesi olacaktır. Eğer aynı kompaktlar hızlı bir şekilde ısıtılırsa, yani sinterleme sıcaklığında ostenit içerisinde bakır katı çözünürlük sınırının üstünde bakır içerecek şekilde demir bakır alaşımı seçilirse (örneğin 1100°C’de %7,5 Cu), bu durumda sıvı faz sinterlemesi (ağır alaşım mekanizması) söz konusu olacaktır [3].

2.8 Toz Enjeksiyon Kalıplama(TEK) Uygulama Alanları

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilen parçaların uygulama alanları çok geniş bir dağılım sergilemektedir. TEK yönteminin uygulama alanlarını pek çok malzemenin üretimi genişletmiştir. Paslanmaz çelik parçalar, seramik malzemeler ve demir esaslı parçalar buna örnek verilebilir. TEK yöntemiyle üretilen parçalar Tablo.2.6’ de görülmektedir.

Tablo 2.6 Tek Uygulama Alanları [3]

Parça	Uygulama	Özellik	Malzeme
Meme	Su püskürtücü	Aşınma direnci	Alümina
Manivela	Otomotiv	Mukavemet	Çelik
Turbo değiştirici	Otomotiv	Yüksek sıcak 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 elektronik	Isıl genleşme	Alaşım (Fe-Co)
Manyetik çekirdek	Kamera motoru	Manyetik	Demir
Rakor	Tüfek namlusu	Estetik, mukavemet	Çelik
Kovan	Kol saati	Estetik, korozyon	Paslanmaz çelik

TEK teknolojisi çok yeni bir imalat tekniği olmasına rağmen her geçen gün yeni parçaların üretilmesiyle ateşli silahlar, otomotiv, tıp, el aletleri, elektronik, optik, havacılık, beyaz eşya, tüketim malları gibi pek çok endüstri kolunda uygulama alanını genişlettiği görülmektedir. Aşağıda çeşitli TEK uygulama alanlarına örnekler verilmiştir.

Ateşli Silahlar: Birçok tabanca, tüfek ve av tüfeği gibi ateşli silahın mekanizmaları TEK teknolojisiyle üretilmiş parçalardan oluşmuştur. Bu parçalar hassas özelliklere sahip olan parçalardır. Küçük ve karmaşık şekilli parçalar buna örnek verilebilir. Bu özelliklere sahip 10-20 adet parça ateşli silahlarda TEK teknolojisiyle üretilmiştir. Gez ve arpacık, sürgü, tetik, tırnak, horoz, emniyet pimi, ejektör, mekanizma, çıkarıcı, şarjör kilidi ve diğerleri...



Şekil 2.16 Ateşli Silah Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler [17]

Otomotiv: Otomotiv sektöründe TEK teknolojisiyle üretilen pek çok parça bulunmaktadır ve özellikle emniyet mekanizmaları bu prosesle üretilmektedir. Bunlar air bag sistemi parçaları, sinyal üniteleri, yakıt enjeksiyon sistemleri, fren (ABS) sistemleri, turbo doldurucular, kapı ve kilit mekanizmaları, direksiyon ve aksesuarlar için kol, pim, levye vs. gibi yapı elemanları, selenoidler ve elektrik sistemi için muhtelif parçalardır.



Şekil 2.17 . Otomotiv Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler [17].

Tıp ve Medikal Endüstri: Medikal amaçla kullanılan parçalar genellikle 316L, 420, 440C paslanmaz veya titanyum alaşımlarından yapılır. Endoskop parçaları, makas ve forsepsler, protezler ve ortodontik bağlantı parçaları, dental matkap uçları, türbin vs.



Şekil 2.18 Medikal Uygulamalarda Kullanılan TEK Parçalara Örnekler [17].

El Aletleri Endüstrisi: Elektrikli matkaplar, tornavidalar, testereler, vidalama ekipmanları gibi el aletleri için çeşitli metal parçalar, matkap ayakları, transmisyon parçaları, mekanik parçalar vs.

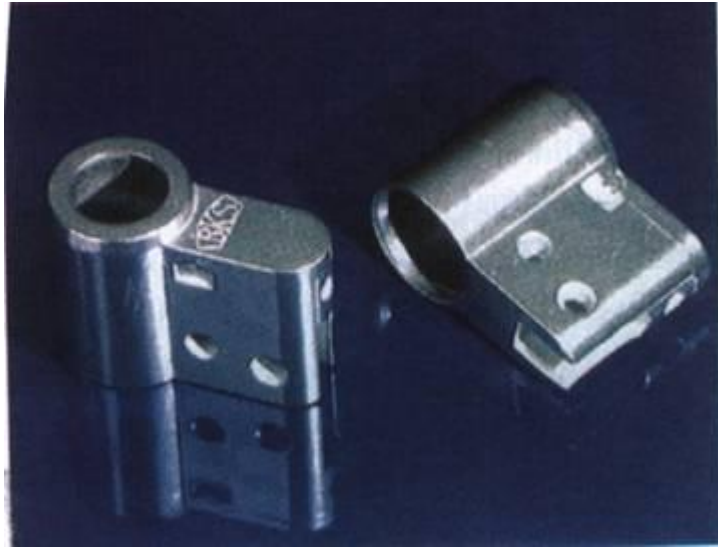


Şekil 2.19 El Aletleri Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler [17].

Elektronik Endüstrisi: Çeşitli elektronik gereçler için metal parçalar (harddisk göbekleri, dizüstü bilgisayarlar için menteşe ve kilitler), telekomünikasyon cihazları (cep telefonları, telsiz vs.), ofis ekipmanları, yazıcılar, fotokopi makineleri, fotoğraf makinesi ve kamera parçaları vb.



Şekil 2.20 Elektronik Endüstrisinde Kullanılan TEK Parçalara Örnekler [17].



Şekil 2.21 TEK ile Üretilmiş 316L Paslanmaz Çelikten Kilit Silindir Yuvası [17,18]



Şekil 2.22 TEK ile Üretilmiş Bilgisayar Harddisk Parçaları [17,18]



Şekil 2.23 Hassas ve Karmaşık Şekli Mini Boyutlu TEK Parçalar [17,18]



Şekil 2.24 Nikel Alaşımından TEK Yöntemiyle İmal Edilmiş Bir Türbin Çarkı [17,18]



Şekil 2.25 TEK Yöntemi İle Üretilen Roket Kanatçığı [17,18].

2.8.1 TEK Teknolojisiyle Üretilmiş Titanyum Parçaların Uygulama Alanları

Titanyum ve titanyum alaşım parçalarının pek çok pazar ve uygulama alanı vardır. Uzay endüstrisinde atmosfer ve dışındaki uygulama parçaları yüksek teknik riskli olan parçaların ve bilek saatleri çerçevesi gibi düşük teknik riskli ve düşük maliyetli parçaların üretiminde titanyum alaşım parçaları kullanılır. toz enjeksiyon kalıplanmış titanyum el bıçakları örnek olarak verilebilir.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Özet

Titanyum ve titanyum alaşımları; düşük yoğunluk, yüksek mukavemet, farklı ortamlardaki mükemmel korozyon direnci ve biyo-uyumluluk gibi özelliklerinden dolayı oldukça geniş uygulama alanına sahiptirler. Tüm bu farklı özelliklerinden dolayı, titanyum ve alaşımları medikal uygulamalar, dişçilik uygulamaları, sportif parçalar gibi değişik uygulama alanlarında kullanılabilirler. Buna rağmen bu tip parçaların (özellikle karmaşık geometriye sahip parçalar) üretilmelerinde bazı güçlüklerle karşılaşmaktadır. Bundan dolayı TEK prosesi titanyum ve alaşımlarının üretilmesinde alternatif olarak kullanılabilmektedir [17].

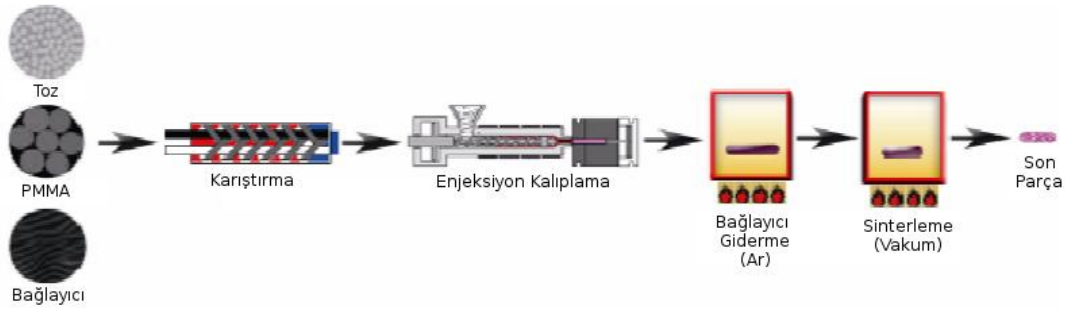
TEK prosesinin temeli plastik enjeksiyon kalıplama işlemiyle aynıdır, fakat kullanılan başlangıç malzemesinin toz (metalik ve/veya seramik) oluşu ve bazı ilave işlem basamakları plastik enjeksiyon kalıplamadan oldukça farklılık arz eder. TEK prosesi temelde dört farklı aşamadan oluşmaktadır;

1. Toz ve bağlayıcının karıştırılması
2. Hazırlanan karışımın enjekte edilmesi
3. Kalıplanmış parçaların bağlayıcısının giderilmesi
4. Sinterleme.

Sinterleme aşamasından sonra ürün doğrudan pazara sunulabildiği gibi servis şartlarına göre ikincil işlemlerde uygulanabilir.

Titanyum ve alaşımlarının TEK ile üretilmesi 1990 lı yıllarda başlamış ve günümüze kadar artan hacimlerdeki üretimlerle sürdürüle gelmiştir. Titanyumun oksijen, karbon, azot ve hidrojen gibi radikallere karşı göstermiş olduğu yüksek afinite, bu tip alaşımların üretilmesini oldukça güçleştirmektedir. Özellikle oksijen, sinterleme esnasında sinterleme davranışlarını olumsuz yönde etkileyerek süneklik ve tokluğu azaltıcı bir etki yapmaktadır. Bundan dolayı titanyum alaşımlarının sinterlenmesi esnasında koruyucu atmosfer veya vakum ortamının kullanılması kaçınılmazdır [16,17].

Deneysel çalışmalarda yapılan işlem basamakları Şekil 3.1’de gösterilmiştir. Üretici firmadan tedarik edilen Ti64 ve PMMA tozları farklı oranlarda karıştırılmış ve homojen bir karışım elde edilmiştir. Elde edilen karışım farklı bağlayıcılar ile karıştırılarak TEK için uygun besleme stoğu hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stoğu kalıplama işleminde geçirilmiş ve belirli şekillerde kalıplanmıştır. Kalıplama işlemi sonrasında Ar altında bağlayıcı giderme işlemleri ve sonrasında ise farklı sıcaklık ve sürelerde vakum altında sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sonrasında ise değişik analiz metotları kullanılarak üretilen numuneler karakterize edilmiştir.



Şekil 3.1 Deneysel çalışma işlem basamakları

3.2 Giriş

Bu çalışmada mikro gözenekli Ti64 alaşımlı parçalar gözenek oluşturma (PSH) ve TEK yöntemleriyle üretildi. Mikro gözenekli malzeme oluşması için Ti64 alaşımlı tozlar ve küresel PMMA (poly-methyl methacrylate) tozları kullanıldı. PMMA partiküllerinin mikro gözenekli titanyum alaşımı üretimindeki etkileri incelendi.

Gözenekli metal malzemeler üzerine bir çok çalışma olmasına rağmen yeni bir malzeme olarak görülmektedir. Bu malzemelerin en önemli özelliklerinden biri düşük yoğunluğa sahip olmasıdır. Bu nedenle de tercih edilmektedir [19]. Mikro gözenekli yapılar ısı alışverişi gereken uygulamalarda, medikal implant uygulamalarında, biyolojik ve kimyasal reaksiyonlar için elektrot malzemesi olarak kullanılır. Geleneksel presleme-sinterleme imalat yöntemleri kullanılarak üretilmiş parçalardan farklı olarak; bu yöntemle, daha küçük boyutlarda gözeneklere sahip parçalar üretebilmek mümkündür [20,21]. Gözenekli malzemelerin üretiminde gözenek boyutlarını kontrol altında tutarak istenilen boyutlarda gözenekler elde etmek zordur. Şu an için çok az sayıda yöntemle, yüksek üretim verimliliği ile düzgün şekilli metal parça üretilebilir. Ayrıca gözenek

boyutlarını kontrol edebilmek de çok zordur [22]. Son yapılan çalışmalarda PMMA tozlarının termal ayrışma sıcaklığı ve alüminyum alaşımları ile PMMA tozlarının en iyi sinterleme sıcaklıkları deneysel olarak optimize edilmiştir [20-23]. Nishiyabu ve arkadaşları [20,21] toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle ticari olarak üretilen mikro gözenekli metal parçaların üretim parametrelerini (PMMA partikül boyutları ve oranları, mikro gözenek yapısı ve basma özellikleri) araştırmıştır. Diğer çalışmalar da PMMA partiküllerinin parçadan ayrıştırılması işleminin yapılması ve mikro gözenekli metal alaşımların kolaylıkla toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmesini kolaylaştırdığını gösterir. Xie ve arkadaşları [22] PMMA tozlarının termal ayrışma sıcaklığını ve alüminyum ile PMMA toz karışımının en iyi sinterleme sıcaklık aralıklarını incelemişlerdir. Bu çalışmada young modülünün ve sertliğin gözeneklilik ve gözenek boyutuna etkileri tartışılmıştır. Gülsoy ve German [23] mikro gözenekli 316L paslanmaz çelik malzemelerin toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmesi aşamasında PMMA partikül boyutunun gözenekliliğe etkilerini incelemiştir.

Bu çalışmada mikro gözenekli Ti64 alaşımı TEK yöntemiyle üretildi. PMMA partiküllerinin yoğunluğa, gözenekliliğe, mikro gözenekli sinterlenmiş parçaların elastik modülüne olan etkileri incelenmiştir. Toz boyutu ve sinterlenmiş numuneler elektron mikroskobu (SEM) ile incelenerek görüntülenmiştir.

3.3 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Alet Ve Cihazlar

3.3.1 Tane Boyutu Ölçümü

Ti-6Al-4V tozlarının tane boyutu ölçümü Master Size X Ver. 1.2a (Malvern Inst. Ltd.) cihazında gerçekleştirilmiştir. Tane boyutu ölçümleri (toz + saf su) veya (toz + solüsyon)'dan oluşan karışımdaki tozların lazer ışığının farklı açılarda kırılmaları ilkesine dayanmaktadır.

3.3.2 Toz Karıştırıcı

Tozlar bağlayıcı ile karıştırılmadan önce stearik asit ile karıştırılarak yüzeylerinin aktiflenmesi gerekir. Bu aktifleme işlemi turbula karıştırıcı vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.2.'de karıştırma işleminde kullanılan turbula karıştırıcının fotoğrafı verilmiştir.



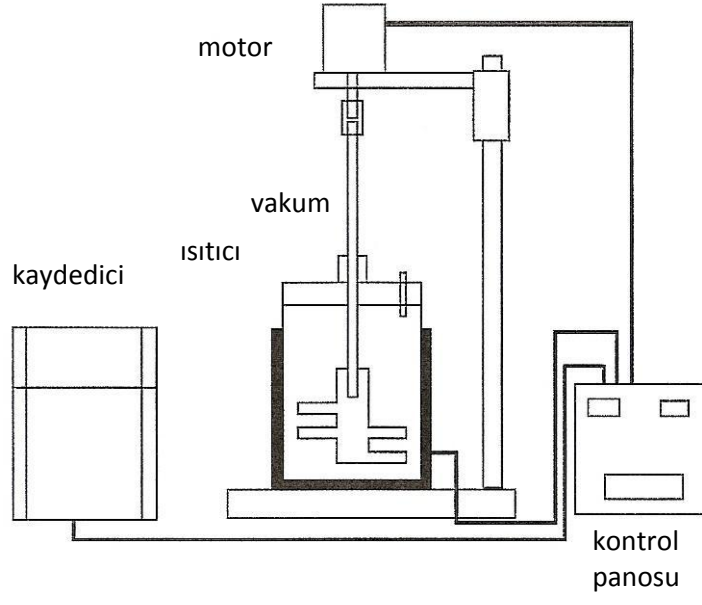
Şekil 3.2 Turbula Karıştırıcı

3.3.3 Toz-Bağlayıcı Karıştırıcı

Toz, bağlayıcı ve gözenek yapıcı PMMA partiküllerinin karıştırılması işlemi için tek paletli karıştırıcılar kullanılmıştır. Vakum altında karıştırma işlemi yapılmaktadır. Bunun nedeni karıştırma esnasında oluşabilecek hava baloncuklarını önlemektir. Bu karıştırıcıda istenilen sıcaklığa ve istenilen karıştırma hızına ulaşılabilir. Karıştırma haznesinin kolay boşaltılabilmesi ve karışımın kirlenmemesi için karıştırma haznesi geniş ağızlı ve korozyona dirençli paslanmaz çeliğe sahip bir karıştırıcıdır. Karıştırıcı motorundan alınan çıkışlar bir kaydediciye bağlanarak karıştırma esnasındaki tork değişimleri sabit devirde ölçülebilmektedir. Karıştırıcının teknik özellikleri aşağıdaki Tablo 3.1’de, şematik ve genel görünüşü Şekil 3.3 ve Şekil 3.4’ de gösterilmiştir.

Tablo 3.1 Karıştırıcı Teknik Özellikleri

Karıştırıcı haznesi	500 cc
Sıcaklık aralığı	30 °C – 300 °C
Karıştırma hızı	30-200 dev/dak



Şekil 3.3 Karıştırıcının Şematik Görünüşü



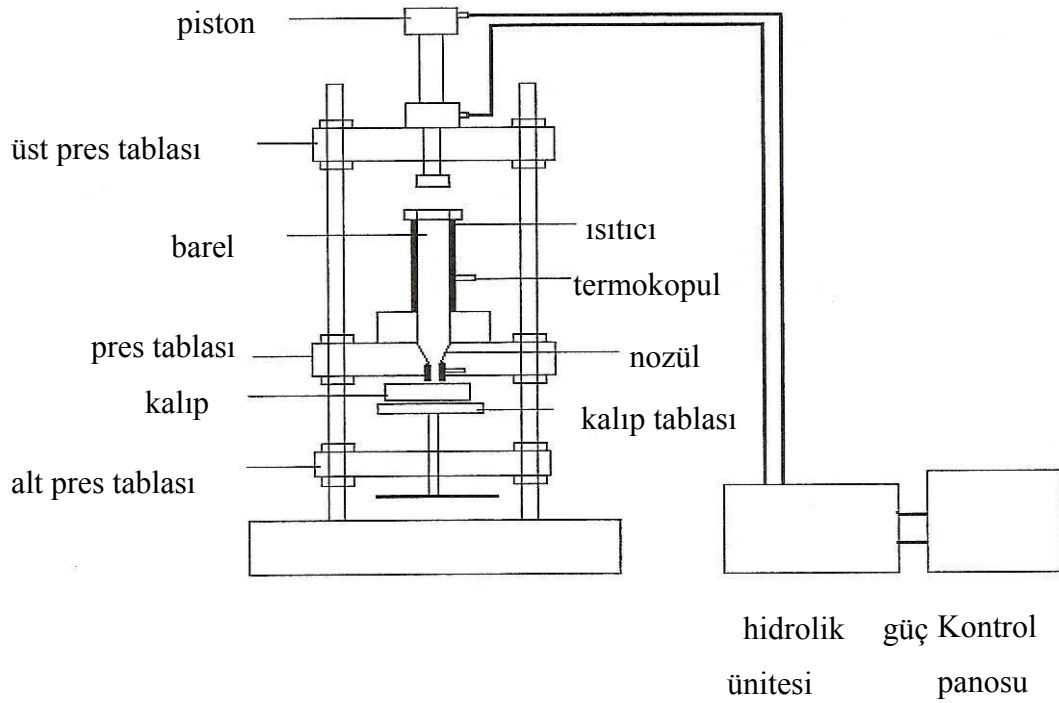
Şekil 3.4 Karıştırıcı Genel Görünüşü

3.3.4 Enjeksiyon Kalıplama Cihazı

Enjeksiyon kalıplama cihazı özel bir kalıplama cihazı olup sadece deneysel ve küçük hacimli parçaların kalıplanabilmesi için kullanılmaktadır. Cihazdaki basınç hidrolik sistemlerle sağlanmaktadır. Kalıp sıkma işlemi manuel olarak yapılmaktadır. Nozül ve barel sıcaklıkları ayrı ayrı birbirinden bağımsız olarak ayarlanarak kalıplama basıncı istenilen düzeyde tutulmaktadır. Kalıplama basıncının kontrolü kalıplama esnasında lineer olarak değişir. Tablo 3.2’de kalıplama cihazına ait teknik özellikler, Şekil 3.5.’de şematik görünüşü ve Şekil 3.6’da genel görünüşü verilmiştir.

Tablo 3.2 Enjeksiyon Kalıplama Cihazı Teknik Özellikleri

Kalıplama basıncı	10-30 bar
Kalıp sıkma basıncı	Manuel
Kalıp sıcaklığı	20 °C – 60 °C
Barel sıcaklığı	30 °C – 300 °C
Nozül sıcaklığı	30 °C – 300 °C



Şekil 3.5 Enjeksiyon Presi Şematik Görünüşü



Şekil 3.6 . Enjeksiyon Presi Genel Görünüşü

3.3.5 Bağlayıcı Giderme ve Sinterleme Fırını

Sinterleme işlemleri Protherm marka atmosfer kontrollü fırında gerçekleştirilmiştir. Kanthal teller ve silisyum karbür elemanlarının kullanımı ile ulaşabileceği maksimum sıcaklık 1600 °C dir. Sinterleme, bağlayıcı giderme ve gözenek yapıcı partiküllerin (PMMA) ayrıştırılması işlemleri yapılmaktadır. Şekil.3.7.'de sinterleme fırınının genel görünüşü verilmiştir.



Şekil 3.7 Sinterleme Fırınının Genel Görünüşü

3.3.6 Metalografik Numune İnceleme

Tüm ısıtım işlem basamakları bitmiş ve sinterlenmiş numuneler metalografik çalışma yapılabilmesi için bakalite alınmıştır. Zımpara işlemine 120 nolu zımparadan başlanmıştır. Sırasıyla 240, 320, 400, 600, 800, 1200 ve 2500 nolu zımparalar ile zımparalama işlemi yapılmıştır. Parlatma işlemi ise 5 µm ve 1µm lik elmas pasta ile yapılmıştır. Son olarak dağlama işlemi Kroll reaktifi (1-3 ml HF, 2-6 ml HNO₃, 1000 ml H₂O) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Görüntüleme işleminde ise Olympus BX51M marka optik mikroskop kullanılmış ve farklı büyütmelerde aydınlık alanda görüntüleme işlemleri yapılmıştır.

3.3.7 Elektron Mikroskobu Çalışmaları

Elektron mikroskobu çalışmaları Joel 6335 F-FEG Scanning Elektron Microscope marka elektron mikroskoplarında yapılmıştır. Deneylerde kullanılan bütün toz malzemelerin ve numunelerin ve oluşan mikro gözenekli malzemenin mikro yapısı bu mikroskopta incelenmiştir. Mikroskop üzerinde bulunan EDX ünitesi ile O ve N analizleri yapılmıştır.

3.3.8 Yoğunluk Ölçümleri

Yoğunluk ölçümleri için Precia-205 0,0001 gr hassasiyete sahip terazilerde yapılmıştır. Bütün numunelerin yoğunlukları ölçülürken MPIF standartlarına bağlı kalınmış ve arşimet prensibine göre ölçüm yapılmıştır. Şekil 3.8’de yoğunluk ölçümleri yapılan terazinin genel görünüşü verilmiştir.



Şekil 3.8 Terazinin Genel Görünüşü

3.3.9 Sertlik Ölçümleri

Tüm numunelerin sertlikleri MPIF 43 standartlarına bağlı kalınarak Instron-Wolpert DIA-TESTOR 7551 marka universal sertlik ölçme cihazında HRC cinsinden ölçülmüştür.

3.3.10 Basma Deneyleri

Basma deneyi yapılan işlem bakımından çekme deneyinin tersidir. Basma kuvvetlerinin uygulandığı yerlerde kullanılan malzemeler genellikle gevrek malzemelerdir. Gri dökme demirler, beton ve demir dışı malzemelerin basma kuvvetleri çekme kuvvetlerinden çok yüksek olduğundan bu gibi malzemeler basma kuvvetlerinin olduğu yerlerde kullanılır ve basma deneyi ile muayene edilir. Basma deneyi ile mekanik özellikler de belirlenir. Basma deneyi aşamasında numunelerin kesitleri sürekli

arttığından çekme deneyinde görülen boyun verme oluşumu görülmez. Basma numunesi hazırlarken numunenin çapı (d_0) ile yüksekliği (h_0) arasındaki orana dikkat edilmesi gerekir. (h_0/d_0) oranının çok büyük olması numunenin deney esnasında bükülerek gerilmelerin homojen olarak numunenin üzerine dağılmasını engeller. Bu nedenle üst limit olarak (h_0/d_0) <10 oranı tavsiye edilir. Basma numunesinin yüksekliğinin çapa göre çok kısa olması da istenmez, alt limit olarak da (h_0/d_0) $>1,5$ oranı tavsiye edilir. Numune boyutlarının (h_0/d_0) $<1,5$ olması durumunda, numune ile numunenin basıldığı plakalar arasındaki sürtünme, deney sonuçlarını etkileyecek değerlere yükselir. Genel olarak, basma numunelerinde (h_0/d_0) >2 oranı en fazla kullanılan orandır. Bununla beraber, farklı malzemeler için farklı (h_0/d_0) oranı kullanılmaktadır. Metalik malzemeler için basma numunelerinde genellikle $h_0/d_0 = 2$ oranı kullanılır.

Bu çalışmada hazırlanan numunelerin basma deneyleri Zwick Z250 marka cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Basma deneyi 1 mm/dak. hızda uygulanmıştır. En az üç numune kullanılmıştır. Tüm numunelere aynı şartlar altında basma deneyi uygulanmıştır.

3.3.11 Termo Gravimetrik Analiz

Termal analiz, sıcaklık değişimlerinin etkisiyle malzemenin ısı, sıcaklık, entalpi, kütle, hacim gibi özelliklerindeki değişimi analiz eden yöntemdir. Termo gravimetrik analiz malzemenin kütlesinin sıcaklığa ve zamana göre ölçülmesi işlemidir. Bu yöntemde numuneler sabit bir sıcaklık değerine ısıtılır yada sabit sıcaklık değerinde tutulur. Ayrıca doğrusal olmayan sıcaklık programları da kullanılabilir. Termo gravimetrik analizde, atmosfer kontrollü bir ortam bulunmaktadır. Oksitlenme istenmeyen bir durum olduğundan atmosfer kontrollü ortam tercih edilir. Termo gravimetrik analiz (TGA) yöntemiyle numuneler bir sıcaklık kontrollü ölçüm programına tabii tutulur. Böylece sıcaklık fonksiyonları ölçülmüştür. TGA ölçümünün sonucunda kütlenin zamana yada sıcaklığa karşı eğrileri görüntülenebilir. TGA eğrilerine alternatif olarak TGA eğrilerinin birinci türevi, zaman ve sıcaklığa bağlı olarak kullanılır ve bu değerler kütle değişimini gösterir. Bu eğrilere DTG eğrileri denir. Kütle değişikliği numunenin malzeme kaybıyla ya da ortamla reaksiyona girmesiyle oluşur. Bu oluşum TGA eğrilerinde bir adım şeklinde veya DTG eğrilerinde bir doruk noktası şeklinde oluşur.

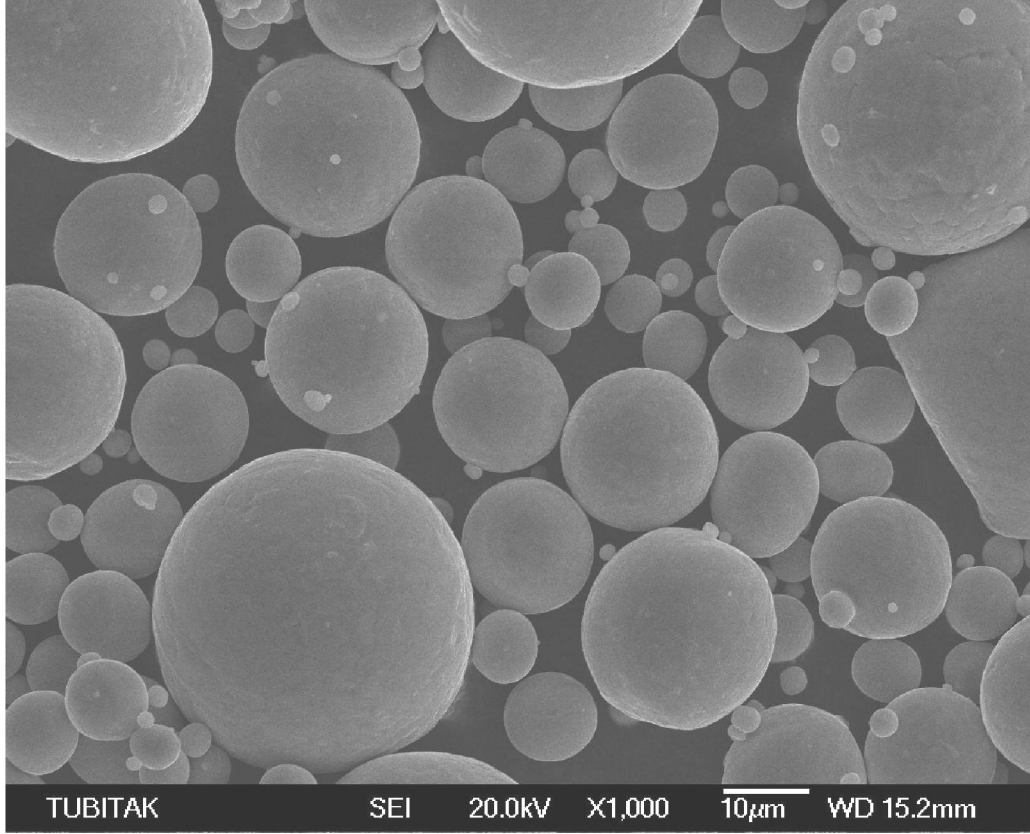
TGA eğrilerinde görülen kütle kaybı gözenek yapıcı PMMA partiküllerinin buharlaşarak numuneden uzaklaşmasıyla gerçekleşmektedir. Bu çalışmada değişen sıcaklık ve zamana bağlı olarak numunelerdeki kütle değişimi termo gravimetrik analiz yöntemiyle ölçülmüştür.

3.4 Deney Malzemeleri

Malzeme seçiminde ilk olarak, Ti64 tozlarının temin edilmesi tercih edilmiş ve tozlar SOLEA Corp. (France) firmasından alınmıştır. Alınan bu tozlar küresel şekilli tozlar olup, gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiştir. Gözenek yapıcı PMMA partikülleri küresel şekilli tozlardır ve Sunjin Chemical Co.,Ltd. firmasından temin edilmiştir. Ti64 tozlarının ve PMMA tozlarının özellikleri Tablo.3.3’ de verilmiştir. Üretici firmadan alınan Ti64 tozlarının kimyasal analiz değerleri Tablo.3.4’de verilmiştir. Ti64 tozlarına ait SEM fotoğrafı Şekil 3.9.’da verilmiştir.

Tablo 3.3 Ti-6Al-4V Tozlarına Ait Kimyasal Analiz Değerleri

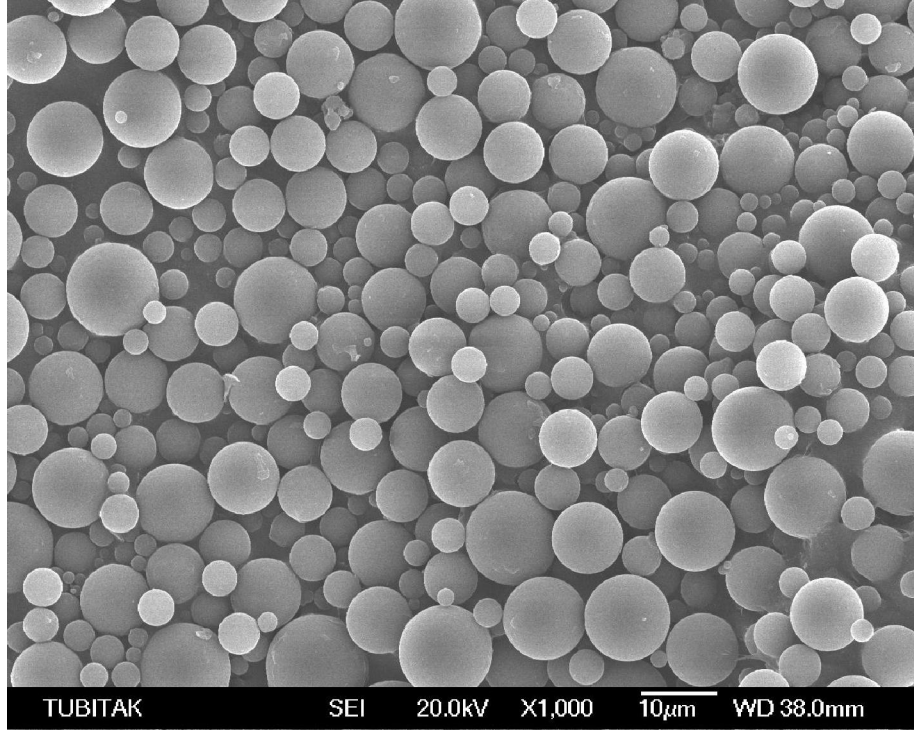
		Ti64	
		Nominal	Max.
kompozisyon	Al	5,9	6,5
	V	3,9	4,5
	Fe	0,19	0,25
	O	0,12	0,13
	C	0,01	0,08
Kimyasal (% ağırlık)	N	0,01	0,05
	H	0,004	0,012
	Ti	Kalan	Kalan



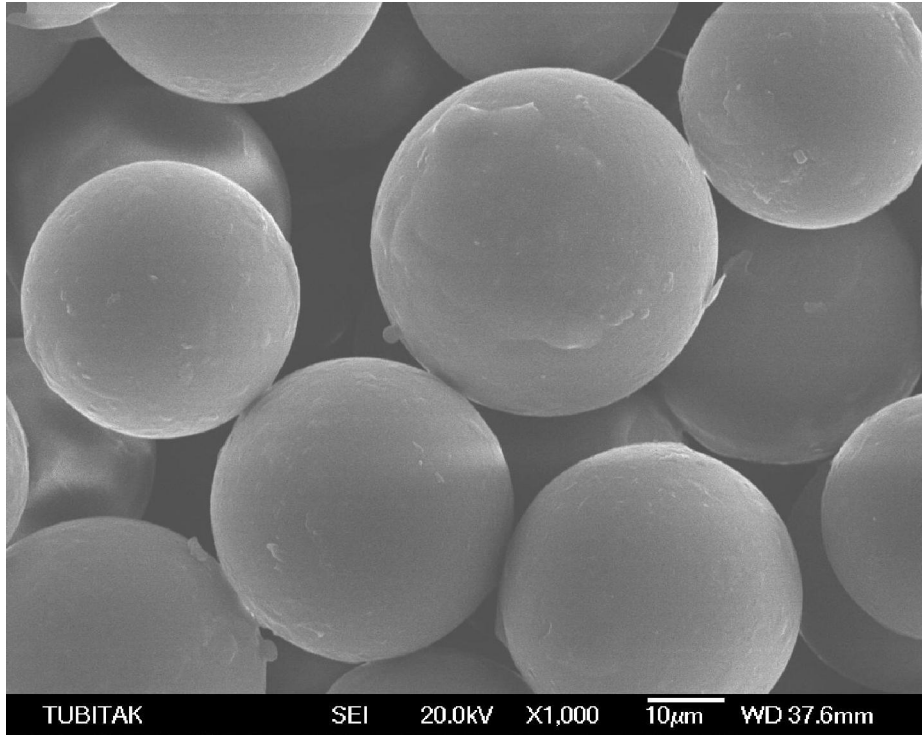
Şekil 3.9 Ti64 Tozlarına Ait SEM Fotoğrafi

Tablo 3.4 Malzemelerin Fiziksel Özellikleri

	Ti64	PMMA
Alınan firma	SOLEA Corp. (France)	Sunjin Chemical Co.,Ltd
Üretim Metodu	Gaz Atomizasyon	NA
Toz Şekli	Küresel	Küresel
Boyut, μm		
D ₁₀	10.32	29
D ₅₀	24.61	41
D ₉₀	45.61	58



(a)



(b)

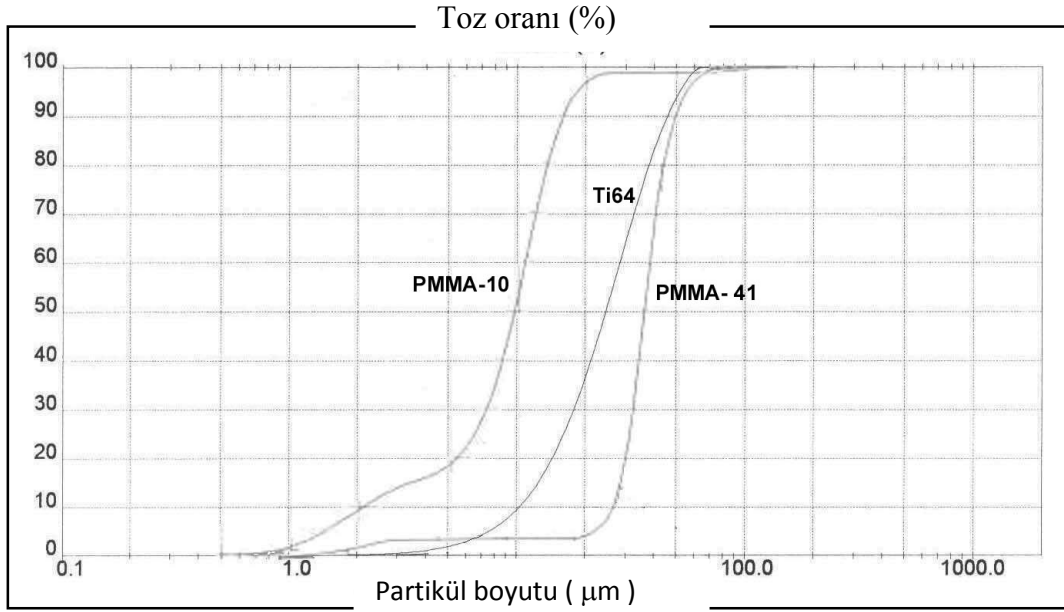
Şekil 3.10 (a) 10µm PMMA partikülleri (b) 41µm PMMA partiküllerinin SEM fotoğrafları

Ti64 alaşımını oluşturan elementler içerisinde en yüksek değere sahip element %6,5 değerinde Alüminyum, daha sonra %4,5 ile vanadyum, %0,01 değerinde karbon ve en düşük değere sahip azot bulunur. Karbon ve oksijen değeri oldukça düşüktür ve sinterleme işlemi esnasında karbon ve oksijeni kontrol altında tutmak büyük önem taşımaktadır. Kullanılan Ti64 tozlarına ait tane boyutu ölçümü ve dağılımı Master Size X Ver.1.2a cihazında yapılmıştır.

Toz bağlayıcı olarak kullanılan bağlayıcılar; parafin mum, carnauba mum ve PP (Polypropilen)dir. Tüm bu bağlayıcılar ve yüzey aktifleyici olarak kullanılan stearik asit MERCK firmasından alınmıştır. Bu maddelerin özellikleri Tablo.3. 6'da verilmektedir. Şekil 3.11'de Ti64 tozları ve PMMA partiküllerinin tane boyutu dağılım eğrileri verilmiştir.

Tablo 3.5 Bağlayıcı Yüzey Aktifleyici ve Gözenek Yapıcılar (PMMA) Ait Teknik Özellikler

Bağlayıcı	Üretici Firma	Yoğunluk	Ergime sıcaklık aralığı (°C)	Ergime sıcaklığı (°C)	Ayrışma Sıcaklık aralığı
PW	Merck	0,90	90-98	93	180-320
CW	Merck	0,97	112-120	115	195-335
PP	Merck	0,89	161-172	166	350-470
SA	Merck	0,85	73-84	79	260-305
PMMA	Sunjin Chemical Co.	1,16	145-160	151	250-410



Şekil 3.11 Tozları ve PMMA Partiküllerinin Tane Boyutu Dağılım Eğrileri

3.5 Numunelerin Hazırlanması

3.5.1 Karıştırma işlemi

İstenilen özelliklerde ürün elde etmek için karıştırma işlemini homojen olarak yapmak çok önemlidir. Bu çalışmada Ti64 tozları, bağlayıcı olarak kullanılan polimer esaslı bağlayıcılar (PP - Parafin mum - Karnauba mum- stearik asit) PMMA partikülleri karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Ti64 tozları ile PMMA partikülleri belirli oranlarda(%50-%60-%70) her bir karışım 2 saat süre ile Turbula karıştırıcı da karıştırılmıştır. 175°C de 30 dak. vakum ortamında; öncelikle polimer esaslı bağlayıcılar ertitilip, içerisine Ti64 tozları ile PMMA toz karışımı artan oranlı olarak karıştırma işlemi için ilave edilir. Elde edilen karışımların içeriğinde bulunan PMMA partiküllerinin tane boyutları ve yüzdece oranları ile polimer esaslı bağlayıcıların yüzdece oranlarına bağlı olarak oluşturulan karışımlar A-B-C şeklinde isimlendirilmiştir. PMMA partiküllerinin tane boyutları ve yüzdece oranları ile polimer esaslı bağlayıcıların yüzdece oranları ile verilen kodlar Tablo.3.7’da verilmiştir.

Tablo 3.6 Toz Karışımın özellikleri

Numune ismi	Ortalama PMMA Toz boyutu, μm	% PMMA	%Bağlayıcı
A	41	50	20
B	41	60	20
C	41	70	20
D	10	50	20
E	10	60	20
F	10	70	20
Dolu numune	---	---	32,5

Karıştırma işlemi sırasında bağlayıcıların homojen bir şekilde karışması için bağlayıcıların sıvı haldeyken biribiri içerisinde homojen olarak karışmış olmasına dikkat edilmiştir. Toz karışımları karıştırıcının haznesine konularak toz ve bağlayıcı 175°C’de 75 dev/dak.’da 30 dak. vakum altında karıştırılmıştır. Karışımın içerisinde hava kabarcıklarının oluşmasını engellemek amacıyla karıştırma işlemi süresince ortam vakumlanmıştır. Karışımın homojen olduğunu anlayabilmek için tork değerleri önemlidir. Karıştırma işleminin başlangıcında karışımın torku yüksek değerlerdedir. Karışım işlemine devam ettikçe karışımın torku düşmeye başlamış ve karıştırma işlemine uzun süre devam edildiğinde karışım torkunun kararlı bir hale geldiği görülmüştür. Böylece homojen bir karışım elde edilmiştir.

3.5.2 Kalıplama İşlemi

Kalıplama işlemi enjeksiyon kalıplama cihazında yapılmıştır. Karıştırma işleminde elde edilen karışım enjeksiyon kalıplama cihazında 10MPa basınç kullanılarak kalıplama yapılmıştır. 20mm yükseklikte ve 15mm çapında silindirik numuneler elde edilmiştir. Kalıplama işlemi sırasında barel ve nozül sıcaklıkları 170°C’de ve kalıp sıcaklığı 35°C’de tutulmuştur. Tüm numune baskıları için kalıplama basıncı 10MPa ve kalıplama

süresi 20sn düzeyinde tutulmuştur. Numuneleri kalıplama işlemi için MPIF 50 ve 59 standartlarına uygun numune baskısı yapabilen kalıp dizayn edilmiştir. Kalıplama sonrasında numune yoğunlukları Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. MPIF 50 standardı toz enjeksiyon kalıplanmış parçaların çekme deneyi için geliştirilmiştir.

3.5.3 Bağlayıcılar İle Gözenek Yapıcı PMMA Partiküllerin Giderilmesi ve Sinterleme İşlemleri

Bir çok bileşenden oluşan bağlayıcılar, gözenek yapıcı PMMA partikülleri ve Ti64 tozlardan oluşan kalıplanmış numuneler, PMMA partiküllerini giderme ve sinterleme işlemlerine tabii tutulmuştur. Bağlayıcı ve PMMA partiküllerini giderme ve sinterleme işlemleri yüksek saflıkta Ar gazı ve yüksek vakum ortamında gerçekleştirilmiştir. Bağlayıcı giderme işlemi için termal bağlayıcı giderme metodları kullanılmıştır. Bağlayıcı ve gözenek yapıcıların (PMMA) giderilmesi Şekil.3.7' de teknik özellikleri verilmiş sinterleme fırınında yapılmıştır.

Termal bağlayıcı giderme işleminde numuneler adım adım belirli sıcaklık aralığında ve belirli sürelerde bekletilmiştir. Bu işlem belirli bir ısı çevrime göre yapılmıştır. Isıl çevrim basamakları belirlenirken ısıtma hızlarına dikkat edilmiş ve 1-2 °C/dak. maksimum ısıtma hızı olarak belirlenmiştir. Termal bağlayıcı giderme işlemi 10^{-4} torr vakum altında ve Ar gazı kullanılarak, farklı hızlarda 600 °C sıcaklığa çıkılmış ve ara duraklama sıcaklıklarında beklenilmiştir. Bu işlem 4 saat sürmüştür. Bağlayıcı giderme işleminin vakum altında yapılmasının sebebi numunelerin ısı çevrim sırasında oksitlenmesini önlemektir.

Ön sinterleme işlemi için 5°C/dak. ısıtma hızlarında 900 °C sıcaklığa çıkılarak 1saatte çevrim tamamlanmıştır. Termal bağlayıcı giderme işleminin sonunda numuneler fırından çıkartılmadan sinterlenmiştir. Sinterleme de ısı çevrime ek olarak numuneler 10 °C/dak. ısıtma hızında 10^{-4} torr vakum altında ve 1250 °C sıcaklıkta sinterlenmiştir. Sinterleme çevriminin tamamlanması sonrasında numuneler fırın içerisinde vakum altında soğumaya bırakılmıştır. Numunelerin yüzeyinde gözle görülebilen herhangi bir distorsiyona ya da istenmeyen çatlaklara rastlanmamıştır. İşlem sonrasında numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. Şekil.3.12, Şekil.3.13 ve Şekil.3.14'de sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 3.12 Sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafı



Şekil 3.13 Sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafı

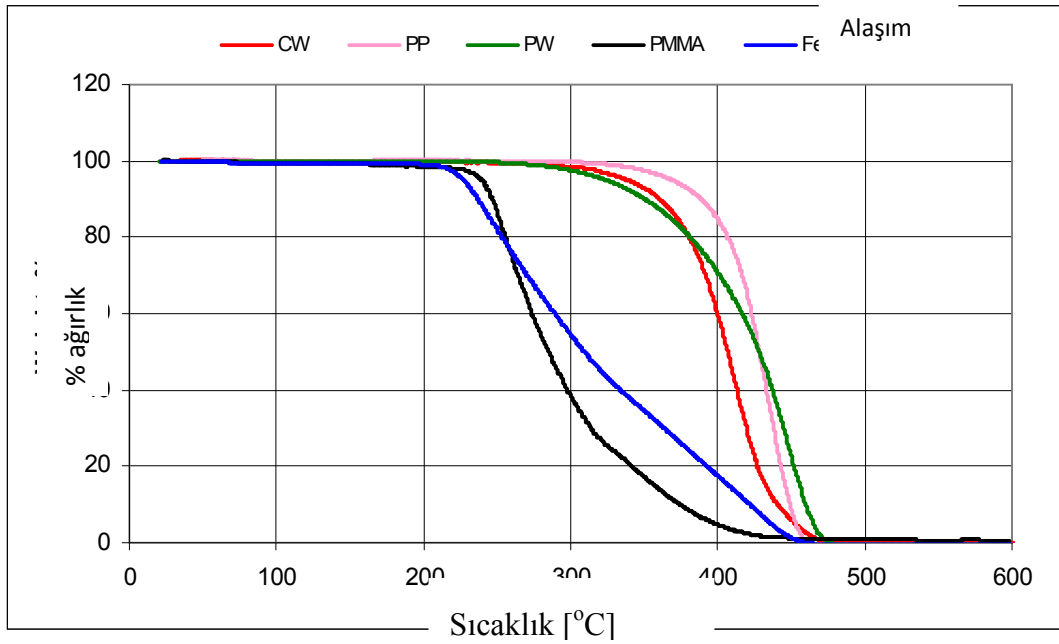


Şekil 3.14 Sinterleme sonrası numunelerin fotoğrafı

4. SONUÇLAR

4.1 Termo Gravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

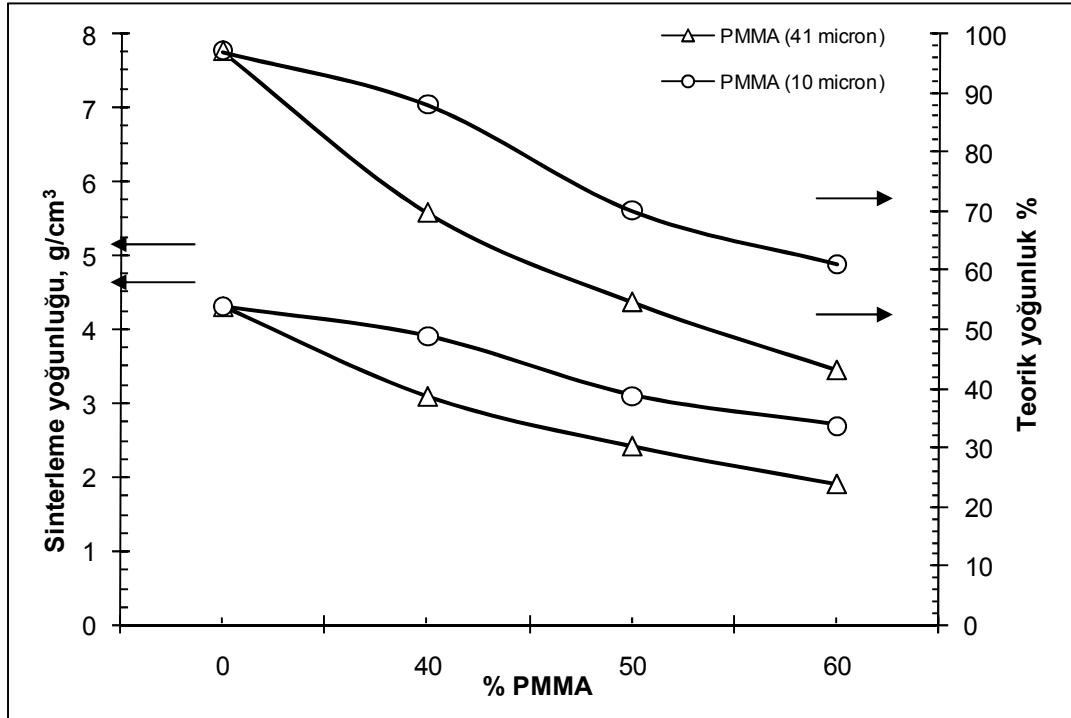
Termo gravimetrik analiz sonuçları ısıtma hızında numunelerde oluşan değişiklikleri göstermeye yardımcı olmaktadır. Şekil. 4.1 10 °C/ dak. ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Bu analiz sıcaklığın artmasıyla birlikte malzemenin yapısındaki değişimi gösterir. Sıcaklığın artmasıyla birlikte öncelikle bağlayıcılar daha sonra PMMA ortamdan ayrışır. 200 °C'nin altında sıcaklıklarda numuneden herhangi bir madde ayrışmamaktadır. Fakat sıcaklık 200 °C'ye ulaştığında bağlayıcı olarak kullanılan mumlar ayrışmaya başlar. Böylece Ti64 partiküllerinin çevresinde gaz çıkışının olabilmesi için pek çok yol oluşur. Bu şekilde numunelerden bağlayıcıları uzaklaştırmak mümkün olur. Sıcaklık 300 °C'ye ulaştığında ve sonrasında sıcaklığın giderek artmasıyla numunelerdeki bağlayıcılar ayrışır. Son olarak 475 °C üzerindeki sıcaklıkta tüm bağlayıcı bileşenleri ayrışmış ve dekompoze olmuş olur.



Şekil 4.1 Bağlayıcılar ve diğer bileşenlerin termo gravimetrik analiz eğrileri

4.2 Sinterleme Sonrası Yoğunluk Sonuçları

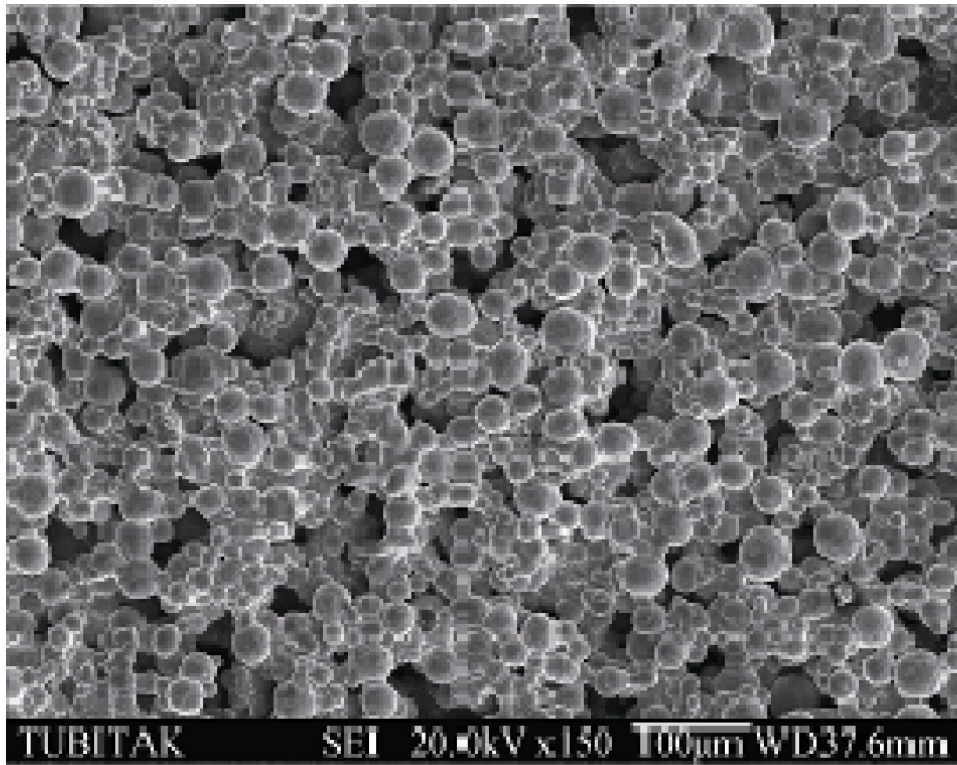
PMMA partiküllerinin sinterleme yoğunluğuna ve mikro gözenekliliğe etkileri Şekil. 4. 2' de gösterilmiştir. Gözenek oluşturmak amacıyla kullanılan PMMA partiküllerinin karışım içindeki oranına göre gözenek miktarı değişmektedir. Sinterleme sonrasında tüm numuneler incelendiğinde; karışımın içeriğindeki PMMA partikülleri arttıkça; yoğunlukta azalma görülürken gözeneklilikte artış gözlenmiştir. PMMA partikülleri içermeyen ve 1250 °C'de sinterlenen numunelerin yoğunlukları 4,30 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Sinterleme sonrasında ölçülen yoğunluk, PMMA partiküllerinin karışımındaki oranına göre değişim göstermiştir. Tane boyutu 41µm olan %50 oranında PMMA partikülleri içeren numunenin yoğunluğu 3,09 g/cm³ , %60 PMMA partikülleri içeren numunenin yoğunluğu 2,42 g/cm³ ve %70 PMMA partikülleri içeren numunenin yoğunluğu ise 1,91 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Benzer şekilde tane boyutu 10 µm olan %50, %60 ve %70 PMMA partikülleri içeren numunelerin ölçülen yoğunlukları sırasıyla 3,90 g/cm³ , 3,10 g/cm³ ve 2,70 g/cm³ olarak tespit edilmiştir.



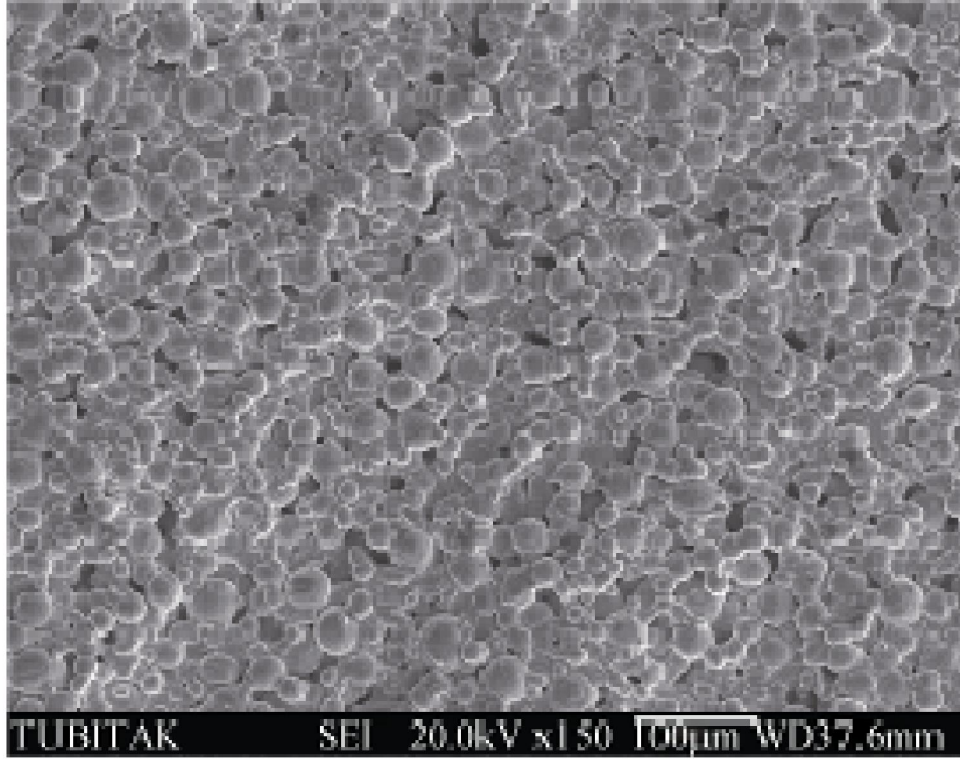
Şekil 4.2 PMMA Partikül Boyutunun Sinterleme Yoğunluğuna Etkileri

4.3 SEM İnceleme Sonuçları

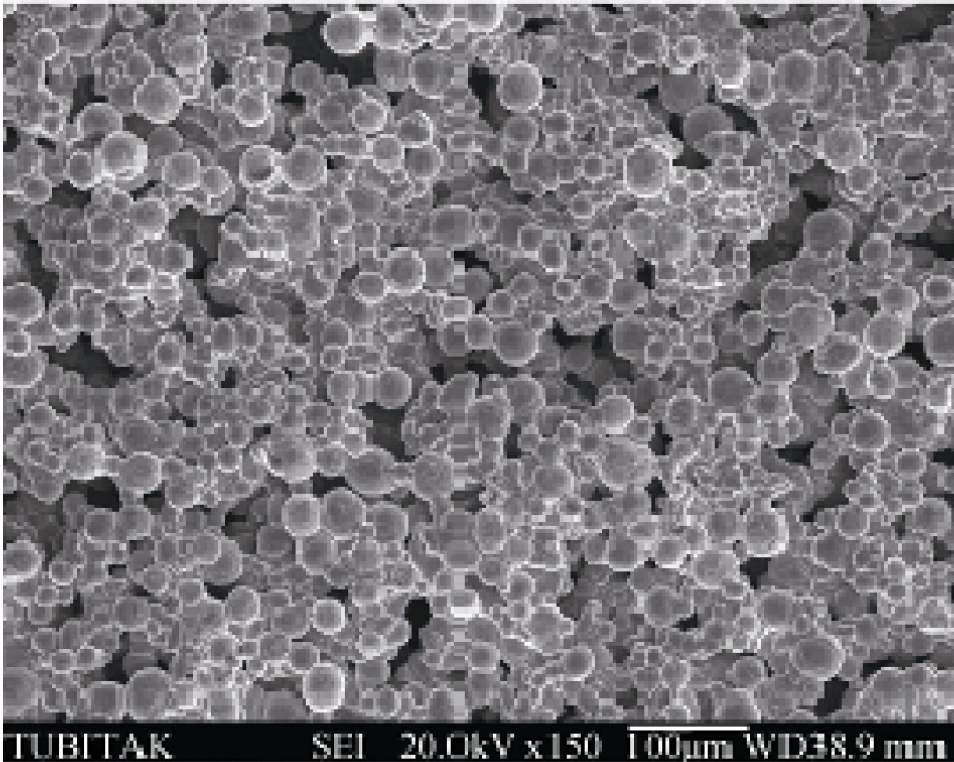
Elektron mikroskobundan elde edilen görüntüler incelendiğinde, numunelerin homojen olarak dağılmış mikro gözenekli bir yapıya sahip olduğu görülmüştür. PMMA partikülleri, karıştırma işlemi sırasında homojen olarak karıştığı anlaşılmıştır. Oluşan mikro gözeneklerin boyutu ve dağılımı karışıma eklenen PMMA partiküllerinin boyutuna ve karışımdaki oranlarına göre kontrol edilebilmektedir. A, B, C ve PMMA partikülleri içermeyen örnekler karşılaştırıldığında A, B, ve C örnekleri yüksek mikro gözenekli bir yapıya sahiptir. Ancak PMMA partikülleri içermeyen numunelerde mikro gözenekli yapı oluşmamıştır. Aynı şekilde farklı boyutta PMMA partikülleri kullanılan D, E, F ve PMMA partikülleri içermeyen numuneler karşılaştırılmıştır. Ortalama PMMA partikülleri boyutunun ve numunedeki oranının artmasıyla numunelerdeki mikro gözeneklilik ve gözenek boyutunun arttığı görülmektedir. Şekil.4.3'te 1250 °C 'de 60 dak. sinterlenen numunelerin SEM fotoğrafları verilmiştir.



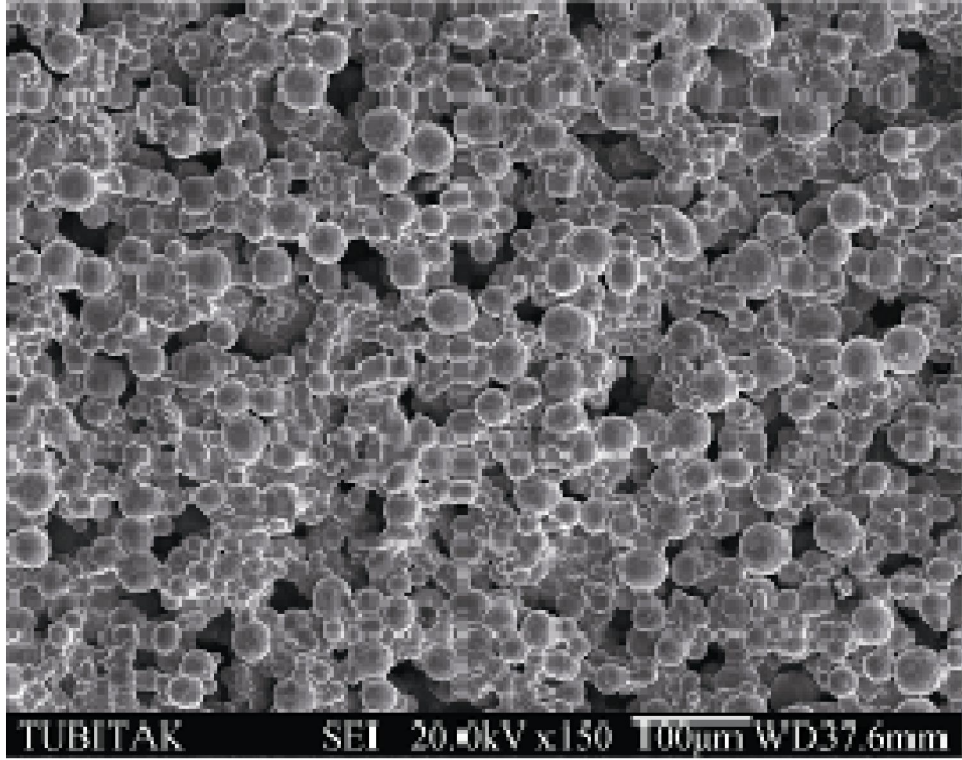
(a) %50 PMMA partikülleri içeren A tipi numune



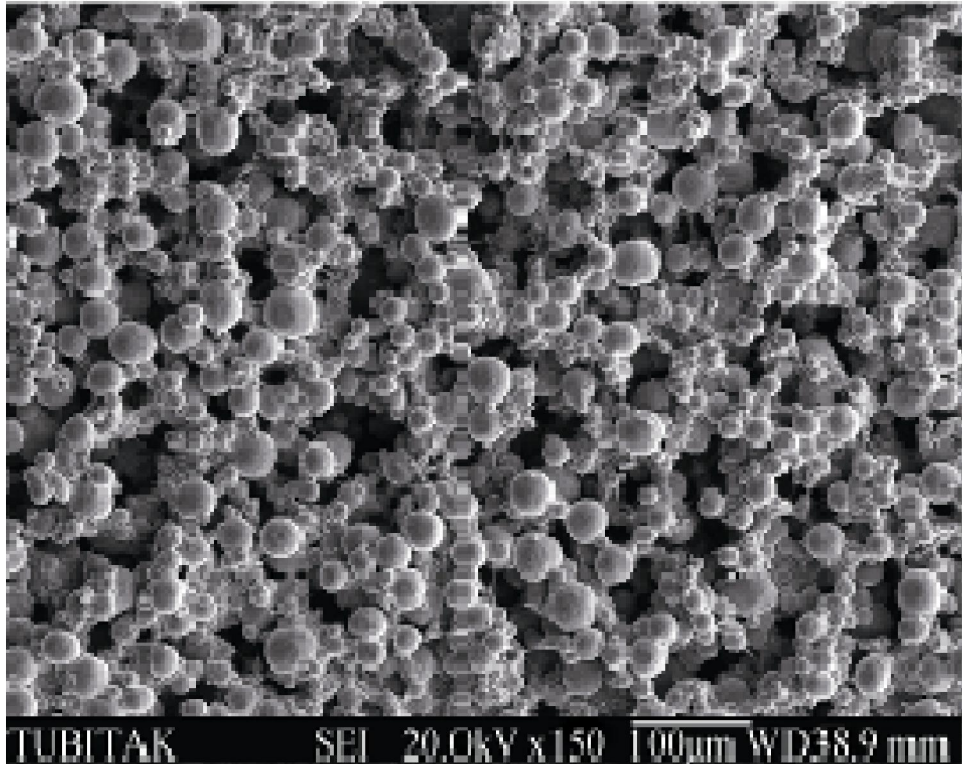
(b) %50 PMMA partikülleri içeren D tipi numune



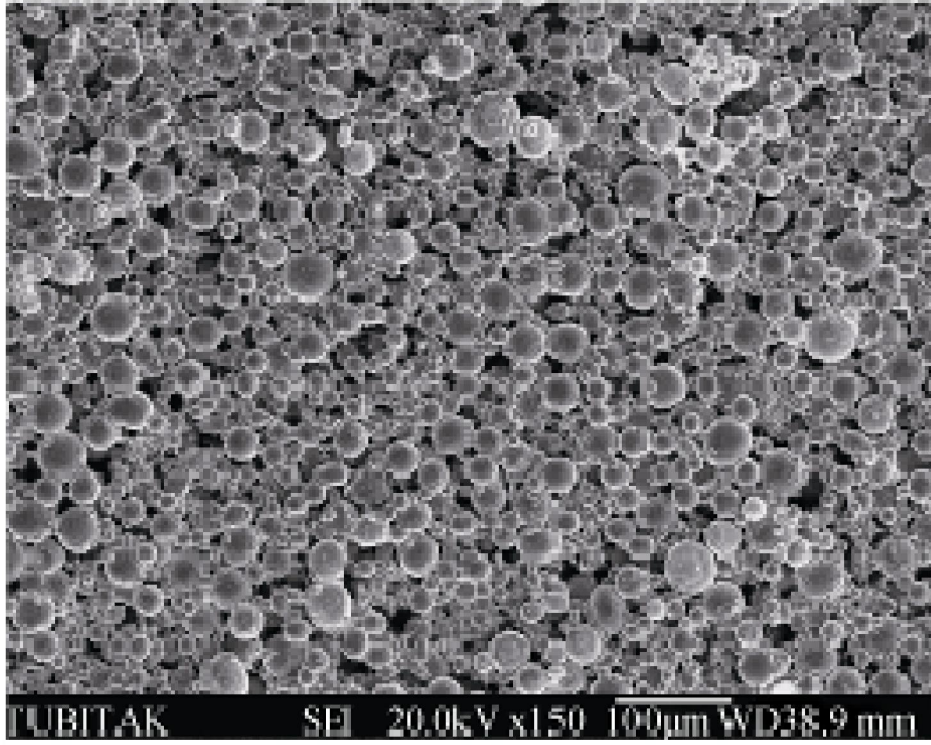
(c) %60 PMMA partikülleri içeren B tipi numune



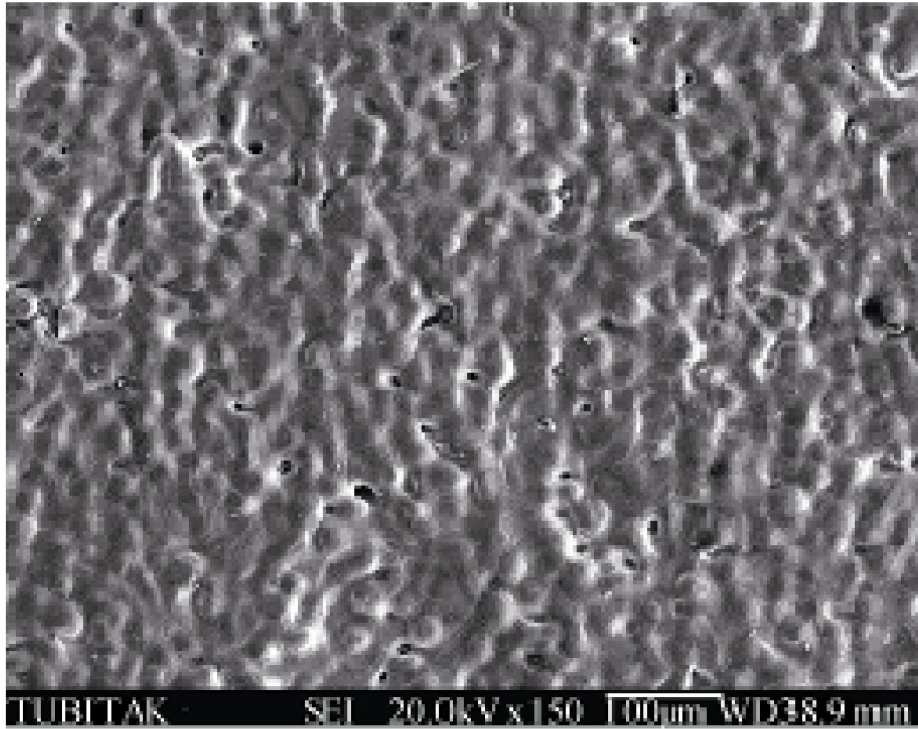
(d) %60 PMMA partikülleri içeren E tipi numune



(e) %70 PMMA partikülleri içeren D tipi numne



(f) %70 PMMA partik  lleri i  eren F tipi numune



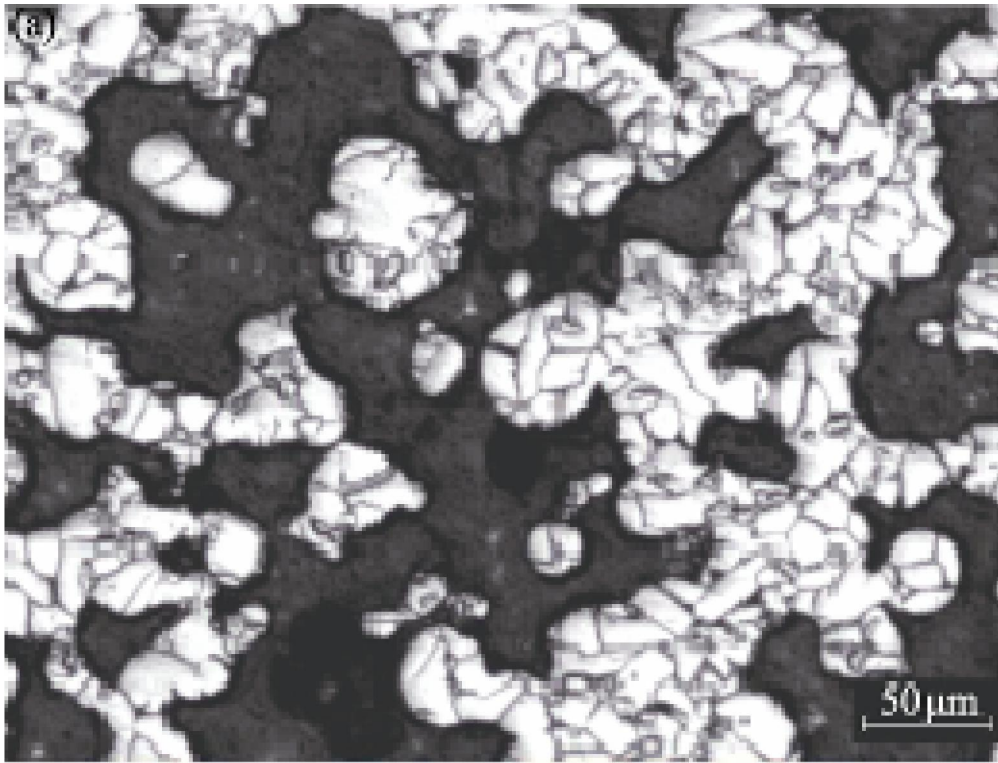
(g) PMMA partik  lleri i  ermeyen numune

  ekil 4.3 1250   C 'de 60 dak. sinterlenen numunelerin SEM foto  rafları

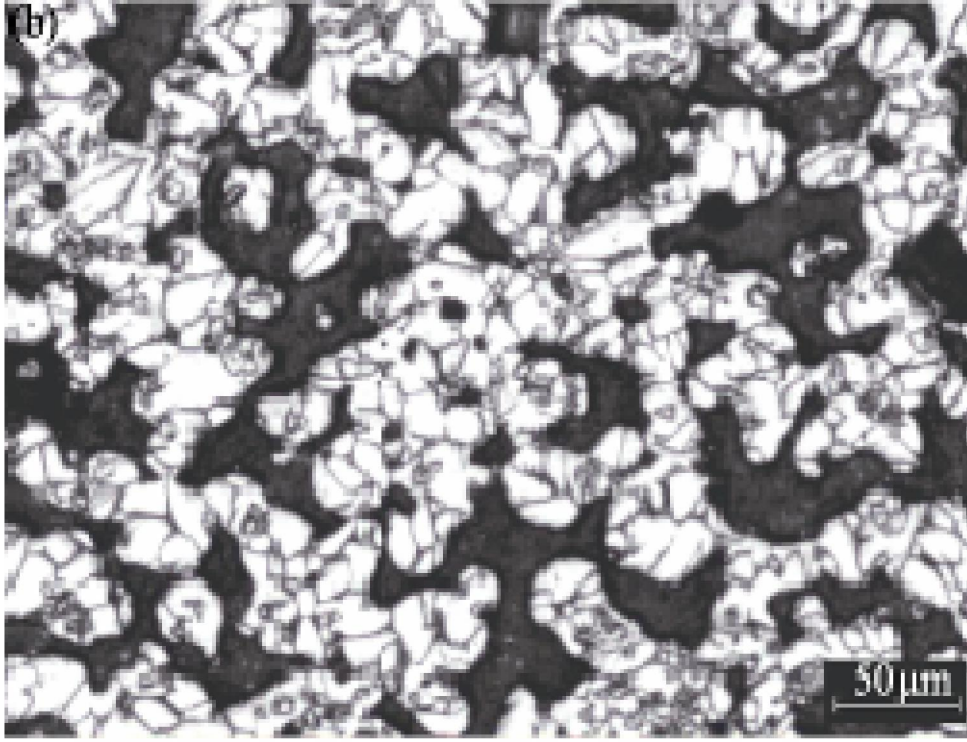
4.4 Metalografik İnceleme Sonuçları

Optik mikroskopta 1250 °C’de 60 dak. sinterlenen numunelerin görüntüleri bu bölümde Şekil.4.4’te verilmiştir. PMMA partiküllerini içermeyen ana malzemenin (Ti64) mikro yapısına bakıldığında gözenekli yapı tane sınırlarında ve tane içerisinde düşük görülmekle birlikte sinterleme yoğunluğu yüksek değerlerdedir. %70 oranında PMMA partikülleri içeren numuneler incelendiğinde sinterleme yoğunluğu düşük olarak ölçülmekte ve istenilen şekilde yüksek gözenekliliğe sahip malzeme elde edildiği görülmektedir. PMMA partiküllerinin tane boyutu ve karışımındaki oranı mikroyapıdaki gözenekliliği arttırdığı görülmektedir.

Mikroyapı incelendiğinde mikroyapı kolonsal tane yapısı (Wismantaten) göstermektedir. Bu tip mikroyapı içerisinde α ve β gibi iki önemli faz görülmektedir. α ve β fazlarının lameler olarak bulunması mikroyapıyı kolonsal hale getirmektedir. A fazının oranı sinterleme süresine ve sıcaklıklarına bağlı olarak değişir [24,25].



(a)Optik mikroskopta 1250 °C’de 60 dak. sinterlenen C tipi numune



(b)Optik mikroskopta 1250 °C’de 60 dak. sinterlenen F tipi



c) PMMA partikülleri içermeyen numune

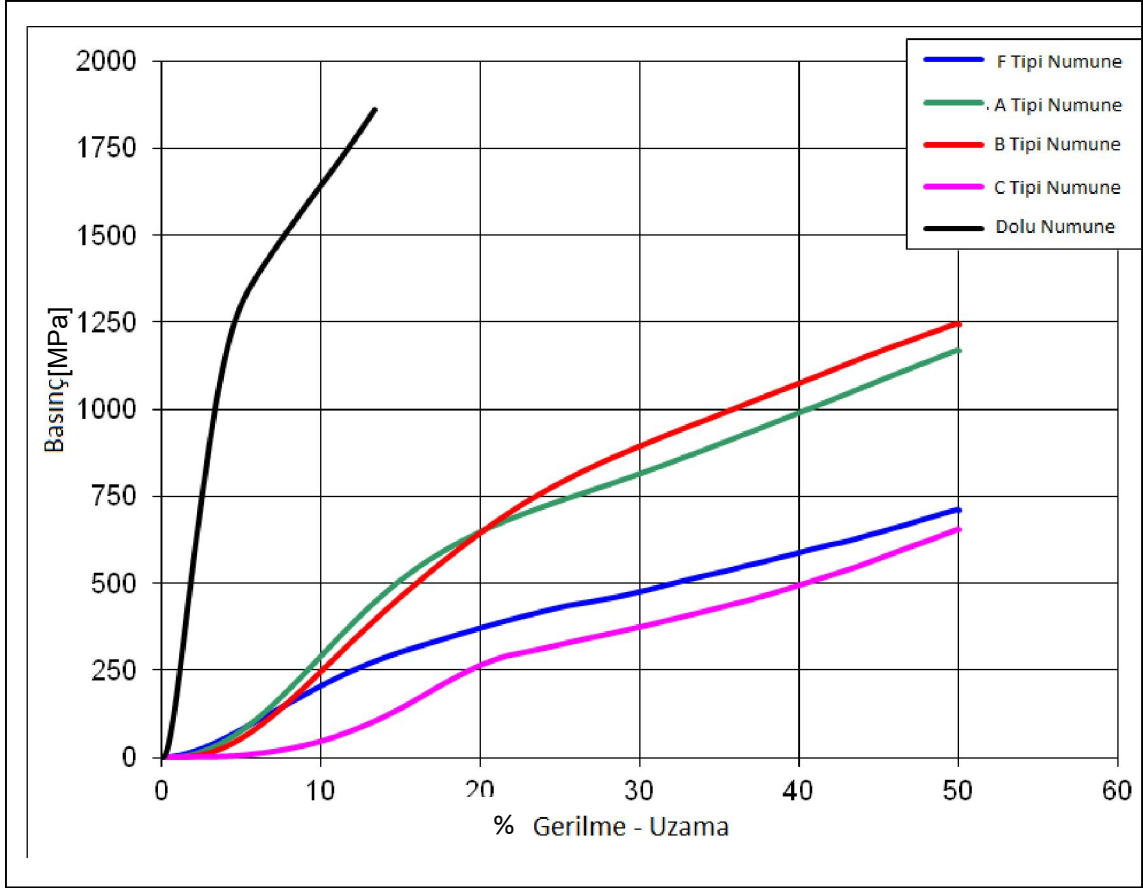
Şekil 4.3 Optik mikroskopta 1250 °C’de 60 dak. sinterlenen

(a) C tipi numune (b) F tipi numune (c) PMMA partikülleri içermeyen numune fotoğrafları

4.5 Basma Deneyi Sonuçları

Şekil 4.5.'te tüm numunelerin yapılan basma deneyi sonucunda elde edilen basınç-gerilme uzama eğrileri verilmiştir. Tane boyutu 41µm olan %50 ve %70 PMMA partikülleri ihtiva eden numunelere sırasıyla 1169MPa ve 653MPa ve tane boyutu 10µm olan %50 ve %70 PMMA partikülleri ihtiva eden numunelere ise sırasıyla 1242 MPa ve 711MPa kuvvet uygulanmıştır. Düşük basma gerilmeleri ve elastisite modülündeki azalma ile gözeneklilikte artış görülmüştür.

Tablo4.1'de sinterleme yoğunluğu, basınç gerilmesi, elastisite modülü, numuneler içinde karbon ve oksijen oranları gibi değerler; aynı zamanda ek olarak PMMA partiküllerinin boyutları ve karışımdaki oranları ile azalan sinterleme yoğunlukları ve elastisite modülleri verilmiştir. Elde edilen verilerden gözeneklilik miktarının azalmasıyla elastisite modülünün arttığı görülmektedir. Bunun sonucunda tane boyutu 41µm ve 10µm olan %50 PMMA ihtiva eden numunelerden elde edilen elastisite modülü değerleri sırasıyla 2,14 ve 2,19 GPa 'dır. Tane boyutu 41µm ve 10µm olan ancak %70 PMMA ihtiva eden gözenek miktarı fazla olan numunelerden elde edilen değerler sırasıyla 0,89 ve 1,72 GPa'dır. [24-25]



Şekil 4.4 Basınç-gerilme uzama eğrileri

4.5.1 Kimyasal Analiz Sonuçları

TEK yöntemiyle Ti64 alaşımları üretiminde %C-O değerleri fazlasıyla önem taşımaktadır. %C-O değerleri sadece mekanik özellikleri değil aynı zamanda boyutsal kararlılık ve korozyon özelliklerini de belirler. 1250 °C ‘de 1 saat sinterlenen numunelerde başlangıçtaki durumdan daha fazla bir oranda oksijen ve karbon bulunur. Artan karbon ve oksijen oranları ayrıştırma aşamasında yok olmaktadır. Düşük oranlarda oksijen ve karbon TEK yöntemiyle üretilen malzemelerde yüksek dayanım ve süneklik görülmektedir. Tablo4.1 ‘de %C ve %O değerleri verilmiştir [24,25].

Tablo 4.1 Mikro gözenekli Ti64 numunelerin özellikleri

Kod	PMMA tane boyutu	%PMMA oranı	Sinterleme Yoğunluğu (g·cm ⁻³)	Basınç Gerilmesi/MPa	Elastisite Modülü/Gpa	% C oranı	% O oranı
A	41	50	3,09	1170	2,1	0,25	0,28
C	41	70	1,91	653	0,8	0,33	0,30
D	10	50	3,90	1244	2,2	0,22	0,29
F	10	70	2,7	711	1,7	0,38	0,31
Base	0	0	4,33	1923.2	37,4	0,12	0,27

5. TARTIŞMA VE DEĞERLENDİRME

Toz metalurjisi üretim yöntemiyle istenilen ölçülerde ve seri üretim imkanı sunan bir üretim metodudur. Ayrıca toz metalurjisiyle üretilen malzemelerin mühendislik özellikleri giderek artmaktadır. Örnek olarak üretilen malzemenin teorik yoğunluk gibi özelliklerinde artış gösterir. Toz enjeksiyon kalıplama yöntemiyle de karmaşık şekilli küçük parçaların üretiminde net ölçülere yakın değerler elde edilebilmektedir. Aynı zamanda tam yoğunluk değerlerine ulaşması bakımından da oldukça önem taşımaktadır. TEK işlemlerinde kullanılan toz boyutu oldukça düşük olduğundan toz metalurjisi uygulamaları ile karşılaştırıldığında, kalıplanabilirliği yüksektir. Ortama toz partikül boyutu küçük olan tozlarla yapılan uygulamalarda, daima hızlı ve yoğun kütle taşınımları görülür. Tam yoğunluklu parça üretilebilmesi de mümkündür. TEK de teorik yoğunluk değerleri %99,9 seviyesindedir. Tam yoğunluk değerleri ise %96 ve üzeri değerlerdedir.

Düşük yoğunluğa sahip parça üretilebilmesi için kullanılan PMMA partikülleri sinterleme esnasında buharlaşarak malzemeyi terk eder ve partiküller yerine gözenekler oluşur. Böylece malzemenin yapısı gözenekli bir yapıya dönüşür. Malzemenin gözenekli bir yapı haline gelmesi, eklenen PMMA partiküllerinin malzemeye eklenme oranına göre değişmektedir. Partikül oranı arttıkça malzemede oluşan gözenek miktarı da artmaktadır. Bu da malzemenin yoğunluğunun düşük olmasını sağlar. İstenilen özelliklerde malzeme elde edilmiş olur.

Bu çalışmada Ti64 tozlarının belirli oranlarda PMMA tozları ve bağlayıcılarla karıştırılıp kalıplandıktan sonra 1250 °C’de 30 dak. sinterleme yapılarak malzemedeki mikro yapıda oluşan gözenek miktarı incelenmiştir. Öncelikle Ti64 tozları, seçilen uygun bağlayıcılar ve PMMA partikülleri 175°C’de 30 dak. vakum altında karıştırılmıştır. PMMA partiküllerinin oranı gözenek oluşumunda önemli rol oynamaktadır. PMMA partiküllerinin malzemeye katılma oranı arttıkça oluşan gözenek miktarı da artmaktadır. Bu nedenle PMMA partikülleri %50 , %60 ve %70 oranlarında karışıma eklenmiştir. Deneysel çalışmalardan elde edilen verilere göre PMMA oranının artmasıyla gözenek miktarında da artma görülmüştür. Bağlayıcılar ve PMMA tozları ve Ti64 tozlarından oluşan toz karışım, karıştırma işleminden sonra soğutma potasına

alınarak el ile granül hale getirilir. Daha sonra kalıplanmak üzere sıcaklığı 175 °C olan barrel ve nozül ve 35-40 °C kalıplama sıcaklığı ile 10MPa kalıplama basıncı ile baskı uygulanarak 20sn. süreyle kalıplanmıştır. Bağlayıcılar, Ti64 tozları ve PMMA partiküllerinden oluşan karışım kalıplanabilme özelliği açısından iyi özellikler sergilemektedir. Kalıplama sırasında herhangi bir boşluk oluşmamaktadır. Karışıma eklenen bağlayıcı ve gözenek yapıcı PMMA tozlarının buharlaştırılarak ortamdan uzaklaştırılması için sinterleme işlemleri uygulanmıştır.

Sinterleme işleminde öncelikle istediğimiz, bağlayıcıları ortamdan uzaklaştırmaktır. Belirli sıcaklıklara gelindiğinde ayrışmalar görülür. 200 °C'nin altındaki sıcaklıklarda bağlayıcı ya da PMMA partiküllerinden hiçbirinde herhangi bir ayrışma olmaz. 200°C'ye gelindiğinde öncelikle bağlayıcılar ayrışmaya başlar; ortamdan uzakaşan bağlayıcılar buharlaşırken gaz çıkışı için yollar meydana getirir. Gaz çıkışı için oluşan bu yollar PMMA partiküllerinin buharlaşarak malzemeyi terketmesine yardımcı olur. Sıcaklık 300 °C'ye ulaştığında bağlayıcılar ve PMMA partikülleri ayrışmaya başlar ve sonrasında sıcaklığın artmaya devam etmesiyle bağlayıcılar ve PMMA partikülleri ayrışır. Son olarak 475 °C üzerindeki sıcaklıklarda tüm bağlayıcılar ve PMMA partikülleri ayrılmış olur.

Bu çalışmadaki numuneler için, 1250 °C'de 60 dak. parametrelerinde gerçekleşen sinterleme işleminden sonra yapılan incelemelerde PMMA oranının yüksek olduğu numunelerin homojen gözenekli bir yapıya sahip olduğu görülmüştür. Tane boyutu 41µm olan %50 oranında PMMA partikülleri içeren numuneler incelendiğinde ölçülen yoğunluk 3,09 g/cm³, %60 PMMA partikülleri içeren numunenin yoğunluğu 2,42 g/cm³ ve %70 PMMA partikülleri içeren numunenin yoğunluğu ise 1.91 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Yine tane boyutu 10 µm olan %50, %60 ve %70 PMMA partikülleri içeren numunelerin ölçülen yoğunlukları sırasıyla 3,90 g/cm³, 3,10 g/cm³ ve 2,70 g/cm³ olarak tespit edilmiştir. Gözeneklilik oranı arttıkça malzemenin yoğunluğunda düşüş görülmüştür. Yapılan bu tez çalışması sonucunda PMMA partiküllerinin malzemedeki oranı ve tane boyutu, malzemenin homojen gözenekli bir yapıya sahip olmasını etkileyen parametreler olduğu ortaya çıkmıştır. Dolayısıyla gözenekli bir yapı oluşumu ile malzemenin yoğunluğunun da düşük olduğu gözlenmiştir.

Gözenek miktarında artış görülürken elastisite modülünde azalma görülmektedir. 41µm tane boyutunda %50 ve %70 oranında PMMA partikülleri içeren numunelere sırasıyla 1169 MPa ve 653 MPa kuvvet uygulanmıştır. Tane boyutu 10µm olan PMMA partiküllerinden %50 ve %70 oranında ihtiva eden numunelere ise sırasıyla 1242 MPa ve 711MPa kuvvet uygulanmıştır. Yapılan çalışmalar incelendiğinde, tane boyutu 41µm ve 10µm olan %50 PMMA içeren numunelerin elastisite modülü değerleri sırasıyla 2,14 ve 2,19GPa olarak ölçülmüştür. Gözenek miktarı fazla olan, tane boyutu 41µm ve 10µm, %70 PMMA partikülleri içeren numunelerden sırasıyla 0,89 ve 1,72 GPa değerler elde edilmiştir. Sonuç olarak düşük basma gerilmeleri ve elastisite modülündeki azalma ile gözeneklilikte artış olduğu ve dolayısıyla gözenekliliğin artmasıyla malzemenin yoğunluğunda azalma olduğu gözlenmiştir.

Bu çalışmada elde edilen genel sonuçlar aşağıda sıralanmıştır;

1. Mikro gözenekli Ti64 alaşımları Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi ile kolaylıkla üretilmektedir.
2. Gözenek yapıcı olarak kullanılan PMMA partiküllerinin tane boyutu ve malzemeye katılma oranı gözeneklilik miktarını belirlemektedir. PMMA partiküllerinin malzemeye katılma oranı arttıkça gözeneklilik miktarı artar.
3. PMMA partiküllerinin karışımdaki yüzdesi arttıkça sinterleme yoğunluğunda azalma olmuştur.
4. Toz enjeksiyon kalıplama metodu kullanılarak yapılan üretimlerde, C, O ve N gibi radikal elementlere karşı aşırı ilgi duyan bu tip alaşımların üretiminde elemental olarak kirlenmelerle karşılaşılabilir.

6. ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında elde edilen genel sonuçlar, tartışma ve değerlendirme ışığı altında aşağıda belirtilen çalışmaların ileride gerçekleşmesinin yararlı olacağı düşüncesindeyim.

1. Farklı boyutlarda ve farklı şekillerdeki boşluk yapıcı malzemelerin kullanımının denenmesi.
2. Boşluk yapıcı malzeme olarak kullanılan PMMA yerine daha düşük karbon zincirine sahip boşluk yapıcı malzemelerin ullanılması.
3. Sinterlenmiş mikro gözenekli parçaların SBF ve biyouyum testlerinin yapılması.

KAYNAKLAR

- [1] F.H.Froes and J.R.Pickers, (1984), J. of Metals, 36 No. 1 p. 14
- [2] Froes, F.H., et.al., (1980), Developments in titanium powder metallurgy, Journal of Metals, ABD, 32 (2): 47-54.
- [3] Gülsoy, H. Özkan.(2003), Toz Enjeksiyon Kalıplama Metodu ile Üretilmiş 17-4 Ph Paslanmaz Çelik Parçalara Yapılan İki Tip Bor İlavesinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi, Doktora Tezi, Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye,.
- [4] Smith, W.F., (2001), Structure and properties of engineering alloys, Çev: Erdogan, M., Mühendislik Alasımlarının Yapı ve Özellikleri, Second Edition, 2: 446-497, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara.
- [5] Froes, F.H. And Eylon, D., (1986), Titanium, rapid solidification technology, 325-338 Varrendable, PA, TMS, ABD.
- [6]. Arunachalam, V.S., (1976), Powder metallurgy of titanium, defense metallurgical research laboratory, Titanium and Titanium Alloys, edited by Williams, J.C. And Belov, A.F., Scientific and Technological Aspects, 3: 2305-2313, New York and London.
- [7]. Eylon, D., Omlor, R.E., Bacon R.T. And Froes F.H., (1980), Morphological and microstructural evalution of various titanium alloy powder, Powder Metallurgy of Titanium Alloys, edited by Froes, F.H. and Smugeresky, Jonh E., The Metalurgical Society, 71-82, Las Vegas, Nevada,.
- [8] Çakar Y. (2006), Toz Enjeksiyon Kalıplama İle Üretilmiş Ti-6Al-4V Parçalarda İşlem Yapı ve Özellik İlişkileri, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [9] Kroll, W.J., Electrochem, J., (1940) ,Personal report, vacuum, 1 (3): 162.
- [10] Simith, M.A., Hunter, J.A., Sharman, J.D.B., Scamans, G.M. And Sykes, J.M., (2004), Effect of thermal and mechanical treatments on a titanium-based conversioncoating for aluminium alloys, Corrosion Science, 46 (7): 1713-1727, ABD.

- [11] Rüdinger, K. And Schnecke, H., (1976), Practical experience with pick up of gases during melting in the vacuum arc furnace, Titanium and Titanium Alloys ,edited by Williams, J.L., Belov, A.F., Krefeld, Fed. Rep., 1: 153-166, New York and London.
- [12] Acılar,M., (2002), Al / SiC Kompozitlerin Vakum İnfiltrasyon Yöntemi İle Üretimi Ve Aşınma Davranışlarının Araştırılması, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi (44-62) Ankara.
- 13Karatas, Ç., Özbilen, S., Sarıtas, S., (1996) , Toz enjeksiyon kalıplamada bağlayıcıların giderilmesi, I. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı, Gazi Üniversitesi, Ankara,567-579.
- [14]Dalkılıç, M., (2001)Toz enjeksiyon kalıplama ile üretilmiş 17-4 çökeltiyle sertleştirilmiş paslanmaz çelik gaz ve su atomize toz parçalarının karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, 5-12, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [15] Dumlupınar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi
<http://mf.dpu.edu.tr/~runal/toz/sinterleme/sintering.html> (04/01/2010).
- [16] German, Randall M.; (1997) Bose, Animesh: Injection Molding of Metals and Ceramics, MPIF, Princeton, USA.
- [17] Ergül,E.,Gülsoy,H.Ö.,Günay,V.,(2007) , Tİ-AL-4V Parçaların toz enjeksiyon Kalıplama Metodu İle Üretilmesi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- [18]Tasarım ve İmalat teknolojileri Portalı, <http://www.turkcadcam.net/rapor/mim-2/index.html> (12/01/2010).
- [19] Ashby MF., Evans A., Fleck NA., Gibson LJ., Hutchinson JW. and Wadley HNG.,(2000),Metal Foams A Design Guide, Elsevier Science.
- [20] Nishiyabu K., Matsuzaki S., Okubo K., Ishida M., Tanaka S., (2005), Mater. Sci. Forum, 492-493, p.765.
- [21] Nishiyabu K., Matsuzaki S., Tanaka S. (2007), Mater. Sci. Forum, 534-536, p.981.
- [22] Gain AK., Song HY., Lee BT., (2006)Scripta Materialia, , 54, p.2081.
- [23] Gulsoy HO, German RM,(2008), Scripta Materialia, , Vol. 58, 4, p.295.

- [24] Ergul E., Gulsoy H.O., and Gunay V., (2009), Effect of sintering parameters on mechanical properties of injection moulded Ti-6Al-4V alloys, Powder Metall., 52: 65.
- [25] Guo S.B., Qu X.H., He X.B., Zhou T., and Duan B.H., (2006) Powder injection molding of Ti-6Al-4V alloy, J. Mater. Process. Technol., 173: 310.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Gülşah ENGİN
Doğum Yeri ve Tarihi : Beyoğlu-7 Nisan 1979
Yabancı Dil : İngilizce
E- Posta : gulsah-engin@hotmail.com

Derece	Bölüm/Program	Üniversite/Lise	Mezuniyet Yıl
Lise	Fen-Matematik	Pertevniyal Lisesi	1997
Lisans	Metal Öğretmenliği	Gazi Üniversitesi	2008

Bilimsel Eserler

- Engin G.**, Aydemir B., Gülsoy H.O., “Injection Molding of Micro-Porous Titanium Alloy with Space Holder Technique”, Rare Metals, Vol.30, No.6, Dec 2011,
- Engin G.**, Gülsoy H.Ö., “Injection Molding of Micro-Porous Titanium Alloy Parts”, CELLMAT 2010, 27-29 October 2010, Dresden

Projeler

- Mikro Gözenekli Titanyum Parçaların Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemiyle Üretilmesi Ve Karakterizasyonu, Marmara Üniversitesi, FEN-C-YLP-280110-0004, Proje Araştırmacısı, 2008

Ödüller

- Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Öğretmenliği Bölümü Birinciliği(Yüksek Onur Derecesi)
- Yayın Teşvik Ödülü, UBYTP-TÜBİTAK,2011