İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METAL ENJEKSİYON KALIPLAMA İLE GÖZENEKLİ METAL ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Met. Müh. Sedat İHVAN
(506051417)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 5 Mayıs 2008
Tezin Savunulduğu Tarih : 4 Eylül 2008

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Yılmaz TAPTIK
Diğer Jüri Üyeleri: Prof. Dr. Mehmet KOZ
Yrd. Doç. Dr. Özgül KELEŞ

EYLÜL 2008

ÖNSÖZ

Toz metalurjisiyle parçaları şekillendirmenin bir yöntemi olan metal enjeksiyon kalıplama ile gözenekli metal parçaların üretildiği bu çalışmada uygun bağlayıcı bileşimleri ve bağlayıcı giderme yöntemleri araştırılmış, köpükleştirme sıcaklıklarının poroziteye etkisi incelenmiştir.

Tez çalışmalarım ve yüksek öğrenim hayatım boyunca kendisinden çok şey öğrendiğim değerli hocam Prof. Dr. Yılmaz TAPTIK'a en derin şükranlarımı sunarım.

Yüksek lisans tez çalışmam sırasında, destek, önerileri ve eleştirileriyle bana yol gösteren sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Özgül KELEŞ'e en içten teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, Metal Enjeksiyon Kalıplama ile ilgili bana yol gösteren ve gerekli imkanları sağlayan hocam Yrd. Doç. Burak ÖZKAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Tezim sırasında çok önemli yardımlarını gördüğüm, mesleki yöntem ve görgü anlamında bana örnek olan arkadaşım Ar. Gör. Fırat EŞİT'e en samimi teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca tezimde önemli yardımlarını gördüğüm Dr. Serdar AKTAŞ'a, Ar. Gör. A. Umut Söyler'e, Ar.Gör. Önder GÜNEY'E, Mert Ali MİNİSKER'e ve Mustafa CEYLAN'a teşekkür ederim.

Son olarak beni bu günlere getiren, koşulsuz ve tereddütsüz bir şekilde her türlü maddi ve manevi fedakarlığı benden esirgemeyen aileme en yürekten teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Eylül, 2008 Sedat İHVAN

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ **ii**
İÇİNDEKİLER **iii**
KISALTMALAR **vi**
TABLO LİSTESİ **vi**
ŞEKİL LİSTESİ **vii**
ÖZET **ix**
SUMMARY **x**

1. GİRİŞ
1.1 Giriş ve Çalışmanın Amacı 1

2. METAL ENJEKSİYON KALIPLAMA **3**
2.1 Yönteme Genel Bakış 3
2.2 Metal Enjeksiyon Kalıplamada Proses Adımları 6
2.2.1 Besleme Stoğu 6
2.2.1.1 Reolojik Özellikler 7
2.2.1.2 Toz Özellikleri 11
2.2.1.3 Bağlayıcılar 12
2.2.2 Kalıplama 14
2.2.3 Bağlayıcı Uçurma 15
2.2.4 Sinterleme 18

3. ALÜMİNYUM KÖPÜĞÜ **21**
3.1 Gözenekli Malzemeler ve Metal Köpükleri 21
3.1.1 Açık hücreli Yapılar 22
3.1.2 Kapalı hücreli Yapılar 23
3.2 Metal Köpüklerinin Kullanım Alanları 23
3.3 Metal Köpüğü Üretim Yöntemleri 25
3.3.1 Direk Üretim 26
3.3.1.1 Ergimiş Metalin İçine Gaz Enjeksiyonu 26
3.3.1.2 Ergimiş Metalin içine Köpükleştirici Partiküller Eklemek 27
3.3.2 Endirekt Üretim 27
3.3.2.1 Yarı-karı Metalin İçine Köpükleştirici Eklemek 28
3.3.2.2 Köpükleştirici içeren İngotların Köpükleştirilmesi 28
3.3.2.3 Köpükleşme Sırasında Gaz Oluşturmak 29
3.3.2.4 Yanma Reaksiyonu ile Köpükleşme 29
3.4 Köpükleşme 29
3.4.1 Köpükleşmenin Aşamaları 30
3.4.2 Stabilizasyon 30
3.5 Alüminyum Köpüğü 31
3.5.1 Mekanik Özellikler 32

3.5.1.1 Basma ve Çekme Mukavemeti 32
3.5.2.2 Yorulma 34
3.5.2.3 Kırılma Tokluğu 35
3.5.2 Fiziksel Özellikler 35
3.5.2.1 Ses Yalıtkanlığı 35
3.5.2.2 Isı Yalıtkanlığı 35
4. DENEYLER ve SONUÇLAR 36
4.1 Alüminyum Tozunun Dökme ve Çökme Yoğunlukları 37
4.2 Partikül Boyut Analizleri 39
4.3 TG-DTA Analizleri 41
4.4 Besleme Stoğu Hazırlama Denemeleri 46
4.4.1 Toz ve Bağlayıcı Karıştırma 47
4.4.2 Peletleme 47
4.5 Metal Enjeksiyon Kalıplama Denemeleri 49
4.6 Bağlayıcı Uçurma Denemeleri 51
4.6.1 Termal Uçurma Denemeleri 52
4.6.2 Solventte Çözme Denemeleri 53
4.7 Köpükleşme Deneyleri 56
4.8 SEM Analizleri 57
4.9 EDS Analizleri 58
4.10 X-Işınları Analizleri 59
4.11 Porozite ve Yüzey Alanı Ölçümleri 59

5. GENEL SONUÇLAR 61

KAYNAKLAR 64

EKLER 69

ÖZGEÇMİŞ 70

KISALTMALAR

MEK : Metal Enjeksiyon Kalıplama
YMK : Yüzey Merkezli Kübik Kristal Yapısı
PE : Polietilen
SA : Stearik Asit
PW : Parafin mumu
POM : Poliasetal

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 4.1 Alüminyum tozunun özellikleri.....38
Tablo 4.2 TiH_2 tozunun özellikleri.....38
Tablo 4.3 TG-DTA garfiklerinden çıkan özet sonuçlar.....42
Tablo 4.4 Bağlayıcıların kompozisyonları ve besleme stoğunun katı yükleme oranları.....49
Tablo 4.5 Metal enjeksiyon kalıplama parametreleri.....49
Tablo 4.6 A ve B besleme stoğu ile kalıplanmış parçalardaki parafini solventte çözme koşulları.....54
Tablo 4.7 Solventte çözme aşamasının ardından termal uçurma denemeleri.....55

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No.

Şekil 2.1: Belli başlı üretim yöntemlerinin üretilen parça miktarı ve şekline göre kapasiteleri görülmektedir.....4
Şekil 2.2: Enjeksiyon Kalıplama Makinesi'nin bölümleri.....4
Şekil 2.3: MEK'da proses akış şeması.....6
Şekil 2.4: İki farklı besleme stoğunun değişen toz oranlarına göre rölatif viskozitesindeki değişim.....9
Şekil 2.5: Besleme stoğunun değişen toz oranına göre yoğunluğunun değişimi. Yoğunluğun 0,6 toz hacim oranından sonra düştüğü ve artış çizgisinden saptığı görülmektedir.....10
Şekil 2.6: Surfaktanlı ve surfaktansız bağlayıcı örnekleri.....13
Şekil 2.7: Sekiz değişik bağlayıcı uçurma yönteminin termal ve solvent uçurma gruplarıyla olan ilişkisinde katalitik uçurmanın iki grupla da ilişkisi mevcuttur.....17
Şekil 2.8: Partiküller arasında meydana gelen taşınım mekanizmaları.....20
Şekil 2.9: Sinterlemenin ilk aşamasında meydana gelen birbiriyle bağ yapmış partiküller.....20
Şekil 3.1: Bir fazın diğer bir faz içinde dağılımıyla meydana gelen yapılar.....22
Şekil 3.2: Açık hücreli sünger yapısının fotoğrafik(a) ve şematik(b) görüntüsü.....23
Şekil 3.3: Kapalı hücreli köpük yapısı.....23
Şekil 3.4: AlSi12 köpüğünün basma gerilmesi altında değişik yoğunluklarda gösterdiği davranış.....25
Şekil 3.5: Metal köpüklerinin üretim yöntemi, stabilizasyon yöntemi ve gaz kaynakları açısından sınıflandırılması.....25
Şekil 3.6: Direk üretimin şematik görüntüsü.....26
Şekil 3.7: Endirekt üretimin akış şeması.....28
Şekil 3.8: Köpüğün stabilitesine etki eden dört ana faktör.....31
Şekil 3.9: Köpük yapısının şematik Gerilme-Birim Şekil Değiştirme diyagramı. 1 noktası köpüğün herhangi bir birim şekil değiştirmedeki basma gerilmesini ($\sigma_{\varepsilon'}$), 2 üst akma gerilmesini(σ_u), 3 tahmini plato bölgesini, 4 ise alt akma gerilmesini belirtmektedir(σ_1).....33
Şekil 3.10: Büyük bir köpük numunesinde Çevrim Sayısı-Birim Şekil Değişimi grafiği. Dik çizgiye karşılık gelen rakam yorulma ömrünü (N_f) ve ilk yorulma çatlağının oluştuğu anı, eğrilere karşılık gelen rakamlar en büyük gerilmedeki (σ_{UTS})kuvveti ifade etmektedir.....34
Şekil 4.1: Alüminyum tozunun ölçülü silindirdeki dökme ve çökme yükseklikleri.....37
Şekil 4.2: TiH_2'nin Azot atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.....40

Şekil 4.3: Parafinin Argon atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği…….....…….…….41
Şekil 4.4: Polietilenin Argon atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.....41
Şekil 4.5: Poliasetalin Argon atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.....42
Şekil 4.6: Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış hacmen %25 PW- %25 PE-%50 Al(%1.5 wt TiH_2) içeren parçaya ait TG-DTA grafiği.....43
Şekil 4.7: Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış hacmen %21,375 PW %21,375 PE- %2,25 SA - %55 Al(%1.5 wtTiH_2) içeren parçaya ait TG-DTA grafiği.....44
Şekil 4.8: Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış hacmen %22,05 PW %11,25 PE-%11,25 POM- %0,45 SA-%55 Al(%1.5 wt TiH_2) içeren parçaya ait TG-DTA grafiği.....44
Şekil 4.9: Deney akış şeması.....45
Şekil 4.10: A kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek…….....47
Şekil 4.11: B kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek…….....…..47
Şekil 4.12: C kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek…….....48
Şekil 4.13: D kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek……....…….48
Şekil 4.14: Metal Enjeksiyon Kalıplama makinesi……..…..50
Şekil 4.15: Enjeksiyon kalıplanmış parçalar……..…50
Şekil 4.16: Kalıplanmış numunelerin termal uçurma rejimleri……..52
Şekil 4.17: Serbest halde fırında yayılan numune (a) ve termal uçurma sırasında parçaları deformasyondan korumak amacıyla beher içindeki alumina tozuna gömme yöntemi (b)……..…….....52
Şekil 4.18: Termal uçurma sırasında B ve C bağlayıcılarıyla kalıplanmış parça (a) ve D besleme stoğu ile kalıplanmış ve tüm bağlayıcısı termal olarak giderilmiş numune (b)…….52
Şekil 4.19: Çeker ocaktaki solventte çözme düzeneği……...53
Şekil 4.20: Solventte uygun olmayan koşullarda bekletilen numunedeki çatlaklı görüntü……..……...54
Şekil 4.21: B ve C bağlayıcısı ile kalıplanmış numunelerin (a) solventte çözmenin ardından (b) kalan polimerin termal olarak çözünmesi sonucu (c) renk ve şekillerinin görünüşü.....55
Şekil 4.22: Sinterlenmiş numune.....56
Şekil 4.23: Önce solventte çözünmüş numunelerde görülen hata (a) ve termal yöntemle bağlayıcısı giderilmiş numunedeki boşluk (b).....57
Şekil 4.24: Solvent ve termal uçurmadan sonra 700°C'de (a) ve 800°C'de (b) sinterlenmiş numuneler.....57
Şekil 4.25: EDS yöntemiyle tespit edilen titanyum oksit partikülü……...58
Şekil 4.26: Şekil 4.22'deki partikülün olduğu bölgeden çekilmiş elementer analiz verileri.....…….58
Şekil 4.27: Sinterlenmiş numunenin X-Işınları analizi.....59

METAL ENJEKSİYON KALIPLAMA İLE GÖZENEKLİ METAL ÜRETİMİ

ÖZET

Metal enjeksiyon kalıplamayla gözenekli metal üretimi, son yıllarda üzerine yoğunlaşılan "toz metalurjisiyle metal köpüğü üretme"nin bir yöntemidir. Metal Enjeksiyon Kalıplama (MEK), endüstride seri üretimdeki hızı, düşük üretim maliyeti, karmaşık şekilli parça üretimine olanak tanıması ve hassas boyut toleranslarını yakalayabilmesi gibi özellikleriyle önemli bir yere sahiptir. Ne var ki, alüminyum metali ve alaşımlarının enjeksiyon kalıplama ile üretimine veya konu ile ilgili araştırmalara pek rastlanmamaktadır.

Metal köpükleri yüksek rijitlik-yoğunluk oranı, yüksek enerji absorbsiyonu ve ısı, ses yalıtımı gibi birkaç özelliği bünyesinde barındıran "multi-fonksiyonel" yapıları sayesinde gelecek vaat eden makro-poroziteli malzemelerdir. Bu malzemeler özellikle son 10-15 yılda daha yoğun olarak araştırılmış ve maliyetlerin düşürülmesi ve köpükleşmeyle ilgili önemli gelişmeler sağlanmıştır. Fakat özellikle alüminyum ve alüminyum alaşımlarıyla yapılan köpüklere olan ilgi yoğunlaşmıştır.

Metal köpüklerini üretmenin bir yolu toz metalurjisidir. Bu yöntemde, metal tozlarıyla köpükleştirici malzeme karıştırılıp kompaktlandıktan sonra kompakt, metalin en az ergime noktasına kadar ısıtılarak köpükleştirilir. Burada kompakt yoğunluğu, metalin ergime noktası ve köpükleştiricinin bozunma noktası önem taşımaktadır.

Çalışmada, alüminyum ve titanyum hidrür tozları uygun bağlayıcılarla optimum hacim oranında karıştırılmış ve MEK ile kompaktlanmış, ardından parçalarda hata oluşumuna neden olmayan bağlayıcı uçurma işlemlerinden sonra kompaktın gözenek oluşturması denenmiştir.

Çalışmanın amacı alüminyum tozlarını MEK ile kompaktlarken uygun bağlayıcı bileşimlerini, katı yüklemeyi ve bağlayıcı giderme yöntemini tayin edip gözenekli bir yapı oluşturmaktır.

MANUFACTURING OF CELLULAR METALS VIA METAL INJECTION MOLDING

SUMMARY

Metal injection molding (MIM), is a process of making cellular metals via powder metallurgy which attention has been paid in recent years. MIM has a considerable importance in industry with its low cost, high production rate, capability of producing complex parts and ability to achieve close tolerances. However, injection molding of aluminium and aluminium alloy compacts are far less investgated and produced.

Metal foams are promising functional materials with macro-porosity that have high rigidity-density ratio, high energy, sound and thermal absorbtion capability. These materials are researched intensively in the last 10-15 years and some significant developments are achieved related foaming and reducing costs. However, the major attention is given into aluminum and aluminum alloy foams.

One way to produce metal foams is the powder metallurgy. In this method, metal powders and blowing agents are mixed and compacted to produce precursors, then heated up to the metal's melting point for foaming. The most critical issue about foaming is the stability. Foam has to keep its hight, shape, density and cell volume until solidification and not to collapse. Here, compact density, degradation temperature of titanium hydride and melting point of aluminium are important points.

In this work, aluminum and titanium hydride powders are compacted via MIM with selected binders and determined solid loading and foamed after a debinding route for defect-free parts.

The aim of this work is to determine the appropriate binder composition, solid loading and debinding technique for successful injection molding of aluminum and to produce a porous material.

1. GİRİŞ VE ÇALIŞMANIN AMACI

Alüminyum metali % 8 ile yerkabuğunda en çok bulunan metaldir. Doğada serbest halde bulunmayan alüminyum, genellikle oksit, granit ve değişik mineraller içinde bileşik halindedir. Yumuşak, hafif ve dövülebilir özelliklere sahiptir. Çeliğin üçte bir yoğunluğuna sahip alüminyum metali, saf haldeyken yüzeyinde oluşan kararlı oksit tabakası nedeniyle korozyona dayanıklıdır.

Alüminyumun ilk olarak Antik Yunan ve Romalılar tarafından kullanıldığı belirlenmiştir. 1761'de baz malzemeye ismini veren Morveau'dan sonra 1787'de Lavoisier elindeki malzemeyi keşfedilmemiş bir metalin oksidi olduğunu düşünmüştür. Alüminyumu bulan kişi olarak literatürdeki yerini alan Oersted'in iki yıl önce metali saf olmayan durumda elde etmesine karşın Wöhler 1827'de susuz alüminyum klorürü potasyumla karıştırarak metali ayrıştırmıştır. Alüminyumun cevherden eldesinde halen kullanılan Hall-Heroult prosesini, yöntemde adı geçen iki bilim adamı 1886'da Amerika ve Avrupa'da birbirlerinden habersiz olarak bulmuşlardır. 1886'da Hall-Heroult prosesinin kullanılmasının başlamasına kadar geçen süre içinde alüminyum yalnızca nadir olarak laboratuvarlarda elde edilmiştir [1]. Alüminyum 150 yılı aşkın bir süredir ticari olarak kullanılmaktadır [2].

Dünyada metal tüketiminde çelikten hemen sonra gelen alüminyum, endüstride yapı, dekorasyon, otomotiv, havacılık ve daha birçok sektörde hafif, mukavim, yüksek korozyon direnci, iyi elektrik ve ısıl iletkenlik gibi özellikleri nedeniyle geniş uygulama alanına sahiptir. Saf haldeyken genellikle istenen mukavemetin yakalanamaması nedeniyle daha çok alaşımları kullanılır. Alüminyum alaşımları, üretim metotları esas alındığında yoğun olarak dövme ve döküm yöntemleri kullanılarak üretilir [3]. Bunun yanında ekstrüzyon, haddeleme, toz metalürjisi gibi yöntemler de üretiminde kullanılabilir.

Alüminyumun diğer önemli özelliklerinin yanında düşük yoğunluklu oluşu havacılık, uzay ve otomotiv endüstrisindeki yerini giderek sağlamlaştırmaktadır. Yıllar içinde metalin alaşımlama, kaynak ve ısıl işlem konularında ilerlemeler sağlanmıştır. Ayrıca

alüminyumun yorulma ve yüksek sıcaklıklara dayanımı geliştirilmiştir. Ne var ki ilerlemeler bu noktada durmamış, alüminyum hücresel yapılara dönüştürülerek daha hafif ve rijitlik/yoğunluk oranı bulk alüminyuma göre daha fazla olan fonksiyonel malzemelere yönelinmiştir. Bu çalışmada alüminyumun fonksiyonel malzeme olarak kullanılmasına olanak veren metalik köpük üretimi ve üretilen alüminyum köpüklerin karakteristikleri incelenmiştir.

Metal köpükleri yüksek rijitlik-yoğunluk oranı, yüksek enerji absorbsiyonu ve ısı, ses yalıtımı gibi birkaç özelliği bünyesinde barındıran "çok-fonksiyonlu" yapıları sayesinde gelecek vaat eden makro-poroziteli malzemelerdir. Ek olarak titreşim sönümleme ve ses absorbsiyonu gibi akustik uygulamalara yatkınlıkları, manyetik geçirgenlik gibi özellikleri de mevcuttur.

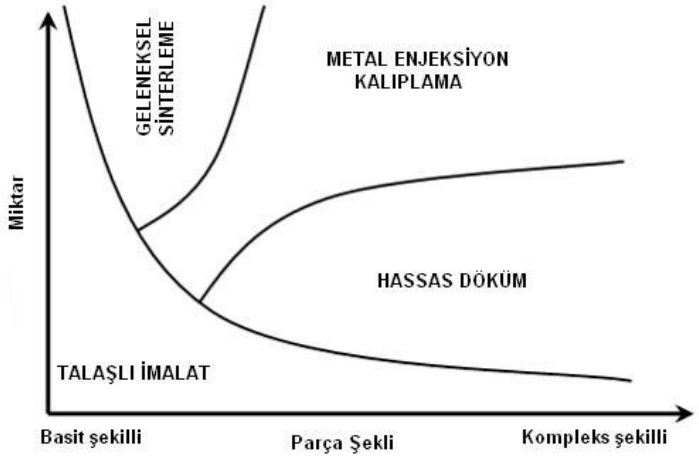
Bu malzemeler özellikle son 10–15 yılda daha yoğun olarak araştırılmış ve maliyetlerin düşürülmesi ve köpüğün kalitesinin artması gibi önemli gelişmeler sağlanmıştır. Ayrıca metal köpükleri geri dönüştürülebilen malzemelerdir. Çelik, alüminyum, çinko, titanyum, bakır ve hatta kurşun gibi metallerin köpükleri imal edilebilmektedir. Çelik genellikle yapısal uygulamalarda, çinko enerji sönümleyici olarak ve hafif taşıyıcı parçalarda, titanyum kimyasal uygulamalarda, bakır ısı değiştiricisi olarak kullanılır. Fakat özellikle alüminyum ve alüminyum alaşımlarıyla yapılan köpüklere olan ilgi yoğunlaşmıştır. Bunun en önemli nedenleri yapının spesifik mukavemeti ve sönümleme özellikleridir. Alüminyum köpüğünün bugün en yaygın üretim metotlarından biri toz metalurjisi yöntemidir. Bu çalışmada bu gözenekli yapı üretimi bir toz metalurjisi yöntemi olan metal enjeksiyon kalıplama ile üretilmeye çalışılmıştır.

2. METAL ENJEKSİYON KALIPLAMA

2.1 Yönteme Genel Bakış

Toz metalurjisi değişik boyut, şekil ve paketleme özelliklerindeki metal tozlarının hassas boyut toleranslarıyla şekillendirilmesi veya kompaktlanmasının ardından partiküllerin sinterleme ile termal olarak bağlanmasına dayalı bir üretim yöntemidir [4]. Enjeksiyon Kalıplama ise katı termoplastik bir malzemenin akışkanlık kazanıncaya değin ısıtılmasının ardından basınç altında kapalı bir kalıp boşluğuna nakledilip kalıbın şeklini alırken soğumasından ibarettir [5]. MEK (Metal Enjeksiyon Kalıplama) prosesi de yukarıda bahsedilen yöntemlerin, yani konvansiyonel toz metalurjisi ile plastik enjeksiyon kalıplamayı birleştiren hassas boyut toleranslı bir üretim şeklidir [6].

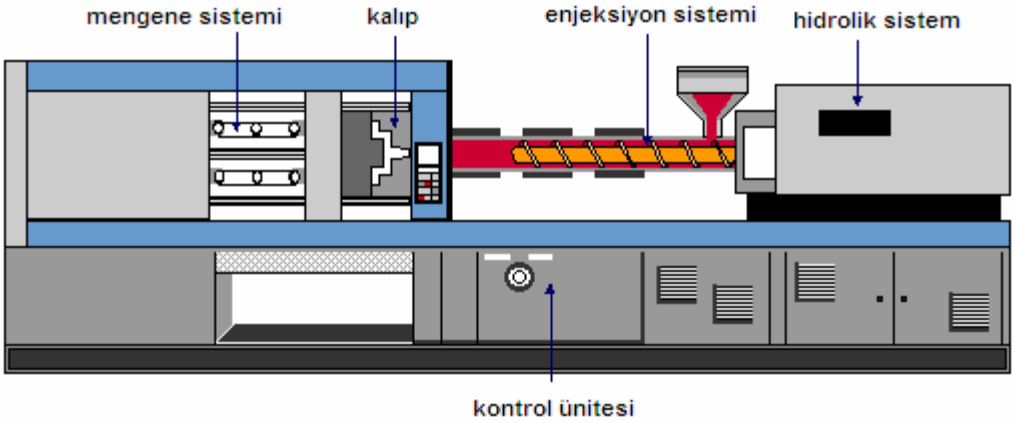
Bu yeni üretim yönteminde küçük ve karmaşık geometrili metal parçalar çok sayıda üretilebilmektedir [7]. Yöntem, karmaşık şekilli parçaların yüksek performansla ve düşük maliyetle üretimine olanak sağlayan bir teknoloji olduğu için endüstride daha fazla tercih edilmeye başlamıştır [8]. Üretim parametreleri optimize edildikten sonra parçalar ikincil işlemlere çok az gereksinim duyularak, yüksek yüzey kalitesiyle, hassas boyut toleranslarıyla, hızlı bir şekilde ve parça başına düşük bir maliyetle üretilebilmektedir. Yöntem birçok talaşlı imalat ve döküm gibi yöntemleri birleştirip bazı proses adımlarına gerek duyulmaksızın düşük maliyeli parça üretimine olanak sağlar [9]. Ne var ki enjeksiyon kalıplama ancak küçük ve orta büyüklükteki parçaların üretimi için uygundur. Ayrıca makine ve yan donanım maliyetleri diğer üretim metotlarına göre daha fazladır. Bu da, yöntemin avantajlarının çok sayıda parçanın üretileceği durumlarda ortaya çıkması sonucunu doğurur. Şekil 2.1'de MEK'nın diğer üretim yöntemleriyle karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 2.1: Belli başlı üretim yöntemlerinin üretilen parça miktarı ve şekline göre kapasiteleri görülmektedir.

İlk enjeksiyon kalıplama makinesinin patenti 1872'de John Hyatt [10] tarafından alınmıştır. 1920'lerde Avrupa'da önemli ölçüde geliştirilmiş, 1951 yılında ilk sonsuz vida sistemi prosese eklenip ergimiş malzemelerin devamlı olarak kalıplanması sağlanmıştır. En önemli gelişmeler ise 1980'lerde, bilgisayar teknolojisinin de ilerlemesiyle birlikte gerçekleşmiştir. Bu tarihten sonra MEK, endüstride yaygınlaşmaya başlamıştır.

Bir enjeksiyon kalıplama makinesi Şekil 2.2'de de görüldüğü gibi kabaca hidrolik, enjeksiyon, kalıp, mengene ve kontrol ünitelerinden oluşmaktadır.

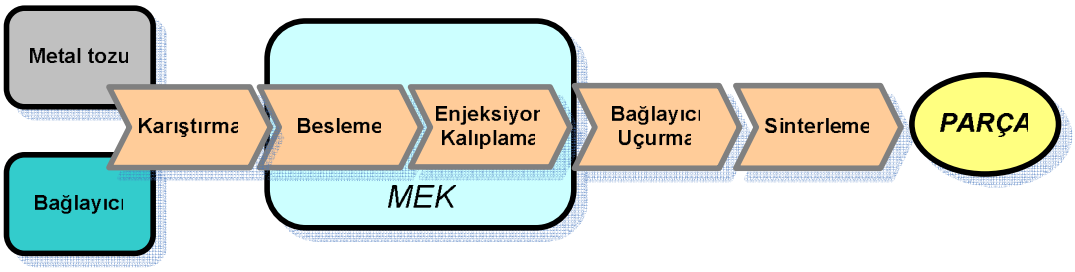


Şekil 2.2: Enjeksiyon Kalıplama Makinesi'nin bölümleri.

Hidrolik ünitesi sonsuz vidanın hareketini sağlar. Enjeksiyon ünitesinde polimer malzeme ergime sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa kadar ısıtılır ve böylece plastiklik kazanır. İç kısımdaki sonsuz vida döndüğünde kalıp için gerekli malzemeyi istenen basınçta kalıba enjekte eder ve kalıp dolduğunda durur. Parça bir süre kalıpta

beklerken soğur ve katılaşır. Daha sonra kalıp mengene yardımıyla açılır ve parça bir bölmeye düşer veya robot kol ile alınır. Her parça için gerçekleşen bu işlemler bütününe döngü denir. Sonsuz vidanın hızı, enjeksiyon hızı, enjeksiyon basıncı, besleme stoğu sıcaklığı, kalıp sıcaklığı ve soğuma zamanı önemli enjeksiyon kalıplama parametreleridir.

Polimerlere kıyasla daha yüksek mukavemete ve rijitliğe sahip olan metal ve seramikleri enjeksiyon kalıplama ile üretebilmek için onları prosese toz şeklinde dahil etmek ve beslenen malzemenin gerekli akışkan özellikleri sağlayabilmesi için yine polimerleri kullanmak gerekir. MEK' da amaç metal ve seramik parçalar üretmek olduğundan prosese katılacak polimerler "bağlayıcı" olarak adlandırılırlar. Kalıplanmış malzemeye ise "yeşil parça" adı verilir. Bir toz metalurjisi yöntemi olan proseste, akışkan termoplastik malzemelerle birlikte kalıplanan parçalar, polimerlerin kalıplanmasından farklı olarak, sinterlenir. Fakat makineden çıkan yeşil parça sinterlemeden önce bağlayıcı uçurma işlemine tabi tutulur. Çünkü sinterleme işlemindeki difüzyon olayının gerçekleşebilmesi için partiküllerin birbirine temas etmesi gerekir. Bağlayıcıları yeşil parçadan uzaklaştırmak için uygulanan yöntemler Bölüm 2.2.3.'de anlatılacaktır. Bağlayıcılar yeşil parçadan uzaklaştığında parça ortalama olarak % 15 oranında büzülür. Büzülme yüzdesi polimerlerin genleşme katsayıları göz önüne alındığında büyük oranda bağlayıcı miktarına ve cinsine bağlıdır. Bağlayıcısı yapıdan uzaklaştırılmış parçaya "gri parça" denir. Bu durumda parça sinterlemeye hazır hale getirilmiştir. Bu çalışmada sinterleme işlemi yerine köpükleştirme işlemi uygulanacaktır. Şekil 2.3.'de MEK prosesindeki adımlar görülmektedir. Buna göre metal (veya seramik) tozları ile bağlayıcı karıştırılır ve ardından enjeksiyon makinesine beslenir. Makinede kalıplanan parçanın bağlayıcısı uçurulur. Proseste, bağlayıcı polimer ve/veya parafin bazlı olup polimerlerin cam geçiş sıcaklığı olan 150-200°C arasında ısıtılır ve polimerin cinsine göre çıkışta 35-140 MPa arasında preslenir [11], ardından parçalar sinterlenir ve son işlemler uygulanır.



Şekil 2.3: MEK'da proses akış şeması.

2.2 Metal Enjeksiyon Kalıplamada Proses Adımları

MEK, dört proses adımından oluşur:

- Besleme stoğu hazırlama
- Enjeksiyon kalıplama
- Bağlayıcı uçurma
- Sinterleme [12].

2.2.1 Besleme Stoğu

MEK'da metal tozlarını direkt olarak sisteme beslemek ve kompaktlamak mümkün değildir. Çünkü metal tozları makinede gerekli akışkanlığı sağlayamaz ve dolayısıyla tozlar kalıp içerisine istenen basınçta iletilemez. Dolayısıyla tozları homojen olarak ve yüksek basınçta kalıplamak mümkün olmaz. Bu sorun aynen plastik enjeksiyon kalıplamada olduğu gibi metal tozlarını da polimer bağlayıcılar yardımıyla akışkanlaştırılarak çözülür. Fakat bu işlemden önce metal tozları ile uygun polimer bağlayıcılar önceden hesaplanmış bir metal/polimer bağlayıcı oranında karıştırılır ve granül veya pelet şeklinde makinaya beslenir. Pelet haline getirilmiş metal-bağlayıcı karışımına besleme stoğu denir. Peletler daha sonra makinede bağlayıcının tekrar ergimesiyle kalıp içinde belirli bir şekli alabilir. Plastik enjeksiyon kalıplamanın tersine MEK'da akıştaki değişimlere bağlı olarak kalıp kenarlarında segregasyon gözlenebilir. Toz ve bağlayıcının yoğunluklarının oldukça farklı oluşu ve polimerlerin yoğunluğunun sıcaklıktan kolay etkilenmesi bunun başlıca sebeplerindendir.

Enjeksiyon kalıplamada besleme stoğu büyük öneme sahiptir. Kalıplamadan önce uygun bağlayıcıyı, uygun toz boyutunu ve uygun toz/bağlayıcı oranını belirlemek gerekir. Bunun yanında enjeksiyon sırasında ayrılmamaları için toz ve bağlayıcının birbirine iyi yapışması gerekir. Metallerin genellikle hidrofilik ve polimerlerin de hidrofobik yüzey özelliklerine sahip olmaları nedeniyle çoğu zaman yapıya bir miktar surfaktan polimerler de katılır. Tüm bu nedenlerle reolojik testler başta olmak üzere birtakım ön testler yapılır. Bu ön testler kalıplamada besleme stoğunun davranışı hakkında önemli bilgiler verir. Çünkü toz ve bağlayıcı özellikleri karışımın makinedeki akış özelliklerine direkt olarak etki eder. Besleme stoğunun akış özellikleri olumlu reolojik özellikler göstermeli ve kalıbı iyi doldurmalıdır. Bu özelliklere sahip en düşük bağlayıcı oranına sahip karışım uygun besleme stoğudur [12]. Böylelikle yüksek yeşil parça yoğunluğu ve sinterleme sırasında düşük büzülme/çekme elde edilebilir [13]. Pelet hazırlamak için toz ve bağlayıcılar uygun şekilde seçilmelidir. Seçilen toz ve bağlayıcılar da uygun sıcaklıkta ve oranda karıştırılmalıdır.

2.2.1.1 Reolojik Özellikler

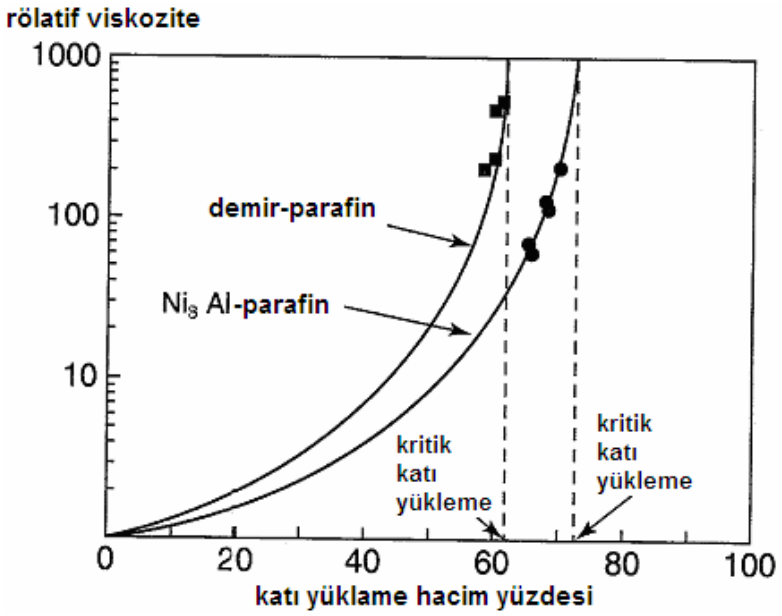
Reoloji, Faith A. Morrison'un [14] tanımlamasına göre malzemelerin beklenmedik akma özellikleri gösterdikleri durumları inceleyen bilim dalıdır. Gerilme altında su ve yağ gibi akışkanlar normal akma davranışları gösterirken mayonez, hamur, çikolata gibi örnekler bu şekilde davranmaz. Çalışmada reolojik özellikleri incelenecek olan polimer malzemeler viskoelastik davranıp genel anlamda gerilme, birim şekil değişimi ve sıcaklığa bağlı olarak karmaşık reolojik özellikler sergilerler [15].

MEK prosesinin endüstride kabul görmesi besleme stoğunun reolojik özellikleriyle ilgili bazı konuların anlaşılmasından sonra gerçekleşmiştir. MEK'deki besleme stoğu quasi-plastik ve psödo-plastik akış davranışları gösterir [16]. Viskozite akış davranışını belirleyen en önemli faktördür ve viskoziteyi de sıcaklık, bağlayıcılar, tozlar ve bağlayıcı-toz karışımının oranı ve yapışma özellikleri belirler.

Bağlayıcı ve metal tozları bileşiminin belirli bir orana sahip olması gerekir. Bağlayıcının içine giderek artan oranda metal tozu katılıp karıştırıldığında metal tozları bir noktada birbiriyle temas haline geçerler. Bu noktaya kadar bileşenleri homojen olarak karıştırmak mümkündür. Daha fazla toz katıldığında ise yapıda hava

boşlukları ve aglomerasyonlar gözlenebileceğinden artık homojen bir karışımdan söz etmek olanaksız hale gelir. Tüm metal tozu partiküllerinin temas halinde olduğu bu minimum boşluklu homojen karışmış yapıdaki metal/bağlayıcı oranı "kritik katı yükleme" oranıdır. Kritik katı yükleme (ya da maksimum katı yükleme) enjeksiyon kalıplama özelliklerinden feragat etmeden sinterlenebilen ve en az büzülme sağlayan katı yüklemedir [6]. Böylece boyut hassasiyeti daha kolay sağlanır ve sinterleme sırasındaki olası çatlaklar önlenmiş olur. Bu orana ulaşıldığında besleme stoğunun proses sıcaklığındaki viskozitesi partiküllerin temas halinde olmasından dolayı oldukça yüksek olacaktır. Bileşim bağlayıcı lehine bir miktar değiştirildiğinde tozlar birbiri üzerinden kayabilecek ve viskozite birden düşerek ve istenen aralıklarda seyredecektir. Tozun bir miktar daha az, başka bir deyişle bağlayıcının bir miktar daha fazla olduğu ve viskozitenin normal değerlere düştüğü bu duruma da "optimum katı yükleme" denir. Bu durumda partiküller hala bir derecede birbirleriyle temas halindedir ve proses süresince yapı hem geometrik bir şekil alabilir, hem de o şekli koruyabilir. Buna karşılık, besleme stoğundan istenen en fazla katı yüklemeyi yakalayabilmesidir. Böylece viskozite düşük değerlere daha kolay indirilebilir ve düşük bağlayıcı oranı sayesinde büzülme ve boyut oranlarındaki sapmalar engellenir. Katı yüklemeyi arttırmak için kompakt yoğunluğunu arttırmak gerekir. Geniş partikül boyut dağılımı kullanmak kompakt yoğunluğunu arttıracağı için bir çözüm olarak sunulabilir.

Her sistem için bir kritik katı yükleme oranı vardır ve bu oran deneyle tayin edilir. Örneğin bir karışımda değişen toz oranlarında yapılan viskozite ölçümleriyle kritik katı yükleme bulunabilir. Aşağıdaki şekilde bir toz-bağlayıcı karışımının rölatif viskozite-katı yükleme grafiği görülmektedir. Rölatif viskozite karışımın viskozitesinin bağlayıcınınkine oranıdır.



Şekil 2.4: İki farklı besleme stoğunun değişen toz oranlarına göre rölatif viskozitesindeki değişim [17].

Şekil 2.4.'de demir-vaks karışımı için yaklaşık % 62, NiAl-vaks (mum) karışımı için de %72 oranlarındaki katı yüklemeye yaklaşıldığında viskozitenin ani olarak arttığı görülmektedir. Dolayısıyla kritik katı yükleme geçildiğinde karışımın kalıplanabilmesi mümkün olmayacaktır.

Katı yükleme (Φ) tozun hacimsel oranının bağlayıcı ve tozun toplam hacmine orandır ve aşağıdaki formüle göre ifade edilir.

$$\Phi = \frac{\frac{W_P}{\rho_P}}{\frac{W_P}{\rho_P} + \frac{W_P}{\rho_B}} \qquad \textbf{(2.1)}$$

Tozun ağırlık yüzdesi ise eşitlik 3.2'de belirtildiği şekliyle hesaplanır. Bağlayıcının ağırlık yüzdesi ise iki oranın toplamı 1'e eşit olacağından, eşitlik 3.2a ile hesaplanır.

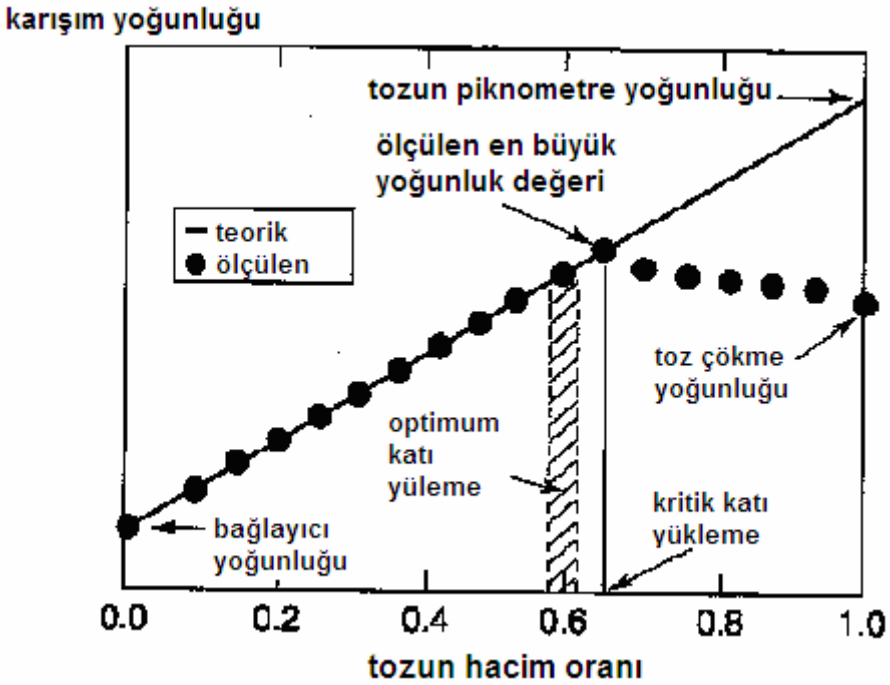
$$W_P = \frac{\rho_P \Phi}{\rho_P \Phi + \rho_B (1-\Phi)} \qquad \textbf{(2.2)}$$

$$W_B = 1 - W_P \qquad \textbf{(2.2a)}$$

Burada W_P ve W_B toz/bağlayıcı ağırlık oranını, ρ_P ve ρ_B de sırasıyla toz ve bağlayıcının yoğunluklarını temsil etmektedir. (Φ) ise hacimsel bir oran vermektedir. Kritik katı yüklemeyi yoğunluk değişiminden elde etmek de mümkündür. Toz-bağlayıcı karışımının yoğunluğu ise aşağıdaki formüle göre hesaplanır.

$$\rho_M = \Phi\rho_P + (1- \Phi)\ \rho_B \qquad \textbf{(2.3)}$$

Eşitlik 2.3'de ρ_M karışımın yoğunluğunu ifade etmektedir. Bu eşitliğe göre kritik katı yükleme oranı aşıldığında yapıda oluşan boşluklar nedeniyle yoğunluk artışı lineer çizgisinden sapmaya ve daha düşük değerlerde seyretmeye başlayacaktır. Bu yüzden en yüksek yoğunluk değeri kritik katı yükleme durumunda elde edilmiş olacaktır (Şekil 2.5).



Şekil 2.5: Besleme stoğunun değişen toz oranına göre yoğunluğunun değişimi. Yoğunluğun 0.6 toz hacim oranından sonra düştüğü ve artış çizgisinden saptığı görülmektedir [17].

Kitano ve arkadaşları [16] doğru sonuçlar veren en basit formülü aşağıdaki eşitlikle bulmuşlardır. Bu eşitliğe göre istenen besleme stoğu viskozitesine göre bir kritik katı yükleme oranı tayin edilebilir veya kritik katı yüklemeye göre viskozite bulunabilir.

$$\eta_R = \left[1 - \frac{\Phi}{\Phi_m}\right]^{-2} \qquad \textbf{(3.4)}$$

Burada η_R rölatif viskozite, Φ katı yükleme, Φ_m olası en büyük toz konsantrasyonudur.

2.2.1.2 Toz Özellikleri

Enjeksiyon kalıplamadaki toz boyutu ve şekli oldukça önemlidir. Uygulamalarda genellikle 20 μm ve altındaki boyutlarda, eşeksenli ve yuvarlatılmış tozlar kullanılır. Daha büyük toz boyutları besleme stoğunun viskozitesini yükseltir ve akış özelliklerini de olumsuz yönde etkileyebilir. Küresel tozlar üretilecek parçaya izotropik özellikler sağlaması ve bağlayıcı uçurma işlemi sırasındaki nispi kolaylığı nedeniyle tercih sebebidir. Öte yandan şekilsiz tozlar kompaktın şeklinin korunmasına yardımcı olur, fakat paketleme yoğunluğunu düşürür. Önerilen bir çözüm yöntemi küresel ve şekilsiz tozları birbirine karıştırmaktır. Böylece tozların olumlu özellikleri bir araya getirilebilir. Toz boyutlarının farkı yeterince büyük olduğunda kritik katı yükleme oranı büyür ve daha iyi bir kompaktlama sağlanır. Proseste karşılaşılan önemli bir sorun da tozların aglomere olmasıdır. Topaklanmış (aglomere) olmuş tozlar bağlayıcıyla homojen karışmayabilir. Fakat bu toz kümelerini önceden ultrasonla birbirinden ayırmak veya bağlayıcı-toz karışımı hazırlarken yüksek kesme gerilmesi uygulamak bu sorunu giderebilir.

Başarılı bir besleme stoğu hazırlamak için aşağıdaki toz özellikleri dikkate alınmalıdır [17]:

- partikül boyutu ve dağılımı
- partikül şekli
- partikülün yüzey alanı
- partiküllerarası sürtünme (paketleme ve akış özelliklerine tarafından tayin edilir)
- partikülün iç yapısı

- kimyasal bileşenler, yüzey filmi ve toza karışan diğer malzemeler

Bu özelliklerin ışığında MEK'da birtakım toz özellikleri için ölçütler belirlenmiştir. Böylece kalıbı iyi dolduran, yönlenmeye neden olmayan ve bağlayıcı uçurma sırasında boyut oranlarını koruyan tozlar tayin edilebilir. Buna göre;

- Toz boyutları 0,5 ve 20 μm arasında 4-8 μm ortalama partikül boyutunda olmalıdır. Toz boyutu dağılımı farkı iyi paketleme ve akışkanlığı sağlamak için 2'den küçük veya 7'den büyük olmalıdır [18].
- Çökme yoğunluğu teorik yoğunluğun yarısından fazla olmalı, tozlar aglomere olmamalı, küresel veya eşeksenli olmalı, ya da partikülün bir yüzünün diğerine oranı (aspect ratio) en fazla 1,2 olmalıdır.
- Yatma açısı 55 dereceden daha büyük olmalıdır.
- Tozlar iç boşluk içermemelidir.
- Partiküllerin yüzeyi temiz olmalıdır.
- Tozlar çok az segregasyona uğramalıdır.

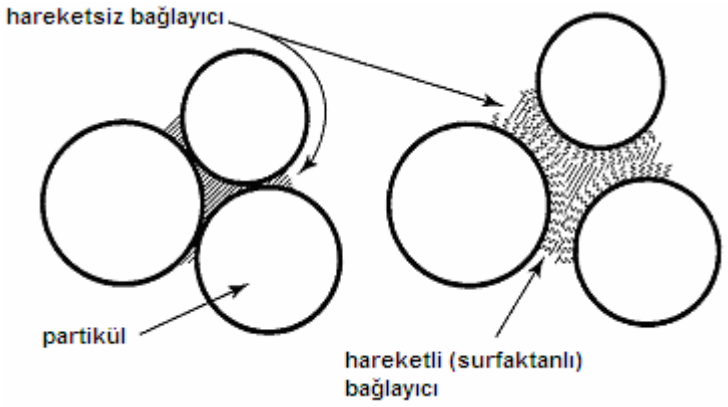
MEK endüstrisinde genellikle çeşitli çelik alaşımları, titanyum, bakır, tungsten gibi metallerle alümina ve zirkonya gibi seramikler kullanılır. Alüminyum ve alaşımlarının tozları düşük ergime sıcaklıkları nedeniyle daha çok basınçlı döküm prosesine uygundur [19]. Bu nedenle alüminyum veya alaşımlarının tozlarının MEK'da kullanılmasına ilişkin örneklere literatürde ve endüstride pek rastlanmamaktadır.

2.2.1.3 Bağlayıcılar

MEK'da kullanılan bağlayıcı sistemi genellikle plastikler, mumlar ve surfaktanlar gibi polimerlerin karışımından oluşur [6]. Proseste kullanılacak olan herhangi bir bağlayıcı bileşimi için özel bir formülasyon yoktur. Hâlihazırda kullanıcılar ve araştırıcılar en uygun bağlayıcı kompozisyonlarını üretmeye ve kullanmaya çalışmaktadır. Bağlayıcı bileşimi tayini ve bağlayıcı uçurma metal enjeksiyon kalıplamanın önemli noktalarıdır. Uygun olmayan bağlayıcı veya bağlayıcı uçurma sistemleri hatalar veya özellikle bağlayıcı uçurma aşamasında zaman kaybı olarak kendini gösterir [20]. Tipik bir bağlayıcı sisteminde üç tür bileşen bulunur. Bunlar; vakslar, plastikleştiriciler, ve surfaktanlardır. Vakslar bağlayıcının içine en büyük

hacim oranında katılan, ergime ve buharlaşma noktası düşük mumlardır. Düşük viskoziteleri de göz önünde bulundurulduğunda hem bağlayıcının viskozitesini düşürerek kalıplama sırasında kolaylık sağlarlar, hem de bağlayıcı uçurma sırasında yapıyı kolayca terk ederek yapıda porlar bırakıp plastikleştiricilerin uzaklaşmasını kolaylaştırırlar. Plastikleştiriciler ise tozları gerek kalıplama sırasında gerekse bağlayıcı uçurma sırasında bir arada tutan omurga görevini görürler. Ergime noktaları, mukavemetleri ve viskoziteleri yüksektir.

Genelde hidrofilik yapıdaki metal tozları ile hidrofobik yapıdaki bağlayıcıların temas açısı büyüktür. Dolayısıyla birlerine iyi yapışmazlar. Surfaktanlar ise bağlayıcılarla metal tozlarını temas açısını düşürerek birbirine bağlarlar. Örneğin en çok kullanılan surfaktan olan stearik asitin polar grupları toz ve bağlayıcı yüzeylerini ikisi arasında tek bir molekül katmanı oluşturarak bir araya getirir[6]. Aşağıdaki şekilde de görüldüğü gibi bu iki yüzey birbirine iyi yapışır ve birlikte hareket ederler. Bu da bağlayıcıyı daha hareketli hale getirerek viskoziteyi düşürür.



Şekil 2.6: Surfaktanlı ve surfaktansız bağlayıcı örnekleri [17].

Surfaktanların görevlerini etkin bir şekilde yapabilmeleri için önce metal tozlarıyla karıştırılmaları gerekir. Böylece yapının içinde dağılmaktan çok toz yüzeylerinde birikirler (Şekil 2.6).

Sonuç olarak bağlayıcılar birtakım istenen özelliklere sahip olmalıdır. İdeal bağlayıcı özellikler aşağıda sıralanmıştır [17]:

Akış Özellikleri:

- Bağlayıcı viskozitesi kalıplama sırasında 10 Pa.s değerinin altında olmalı
- Kalıplama sırasında viskozitede çok az değişim göstermeli

- Soğumada viskozitedeki artış hızlı olmalı
- Soğuduktan sonar mukavim ve rijit olmalı
- Akış sırasında yönlenmeyi engellemek ve partiküller arasına kolayca yer almak için molekülleri küçük olmalı

Toz etkileşimleri:

- Temas açısı düşük olmalı
- Toza iyi yapışmalı
- Yüksek sıcaklıkta ve kesme gerilmesinde bile kimyasal olarak pasif olmalı
- Karıştırma ve kalıplama sırasında ısıl kararlılık göstermeli

Bağlayıcı Uçurma:

- Değişik özelliklerde birden fazla bağlayıcı bileşeni kullanılmalı
- Bozunduğunda zehirli ve korozif etkiler göstermemeli
- Geride az kalıntı bırakmalı
- Dekompozisyon sıcaklığı karıştırma ve kalıplama sıcaklılarından yüksek olmalı
- Dekompozisyon sıcaklığı sinterleme sıcaklığından düşük olmalı
- Tozun rijit bir yapı oluşturması için yapıdan tamamen uzaklaşmalı

Üretim:

- Maliyeti düşük ve kolay bulunabilir olmalı
- Güvenli ve çevreye duyarlı olmalı
- Raf ömrü uzun, su absorbsiyonu düşük olup, uçucu madde içermemeli
- Tekrar ısıtıldığında degrade olmamalı
- Yağlayıcı özellikleri olmalı
- Mukavemeti ve rijitliği yüksek olmalı
- Isıl iletkenliği yüksek olmalı
- Isıl genleşme katsayısı düşük olmalı
- Bilinen çözücüler içinde çözünebilir olmalı
- Zincir uzunluğu kısa ve yönlenmemiş olmalı

2.2.2 Kalıplama

Kalıplamada makinaya beslenen peletler ergitilip bir kalıbın içine belirli bir basınçla itilir. Kalıbın şeklini alan parça kalıp içinde bir süre soğur. Ardından mengene

sistemi kalıbın açılmasını sağlar ve parça çıkarılır. Bu adımda istenen, parçanın en kısa sürede hatasız olarak üretilmesidir.

Başlangıçta peletler sonsuz vida sisteminin içinde karıştırılır, ısıtılır ve kalıba doğru iletilir. Kalıba giren besleme stoğunun viskozitesi ise soğuduğu için birden düşeceğinden parça kalıbı tam doldurmayabilir. Kalıbı bir miktar ısıtmak veya kalıbı kısa sürede malzemeyle doldurmak bu sorunu çözebilir. Bu açıdan besleme stoğunun kalıplanabilirliği önem taşır.

Kalıplanabilirlik, bir besleme stoğunun istenen şekli ne denli hızlı ve kolay alabildiğini tanımlayan bir terimdir [17]. Çünkü istenen özellikteki parçaların üretilebilmesi için basınç ve sıcaklığın iyi kontrol edildiği bir durum mevcuttur. Kalıplanabilirlikteki amaç bu durumu bulmaktır. Kalıplanabilirliği tespit etmek için çeşitli testler yapılabilir. Örneğin bir metal yüzeyine (tercihen kalıp malzemesi) belirli derinlik, genişlik ve uzunlukta oyulmuş bir spirale besleme stoğu doldurulur. Malzeme spiralde ilerlerken metale değen kısımlarından bir miktar katılaşır ve sonuçta belirli bir mesafe ilerler. Bu mesafeye göre de kalıplanabilirlik hakkında bilgi edinilebilir.

2.2.3 Bağlayıcı Uçurma

Kalıplamanın ardından bağlayıcı geçici görevini tamamlamıştır ve artık yapıdan uzaklaştırılması gerekir. Ne var ki bağlayıcı uçurma belki de süreçteki en hassas işlemdir. Çünkü uçurma sonrasında yapı geometrik oranlarını korumalı, çarpılma, çatlak, distorsiyon, kontaminasyon ve inhomojen uçurma gibi hatalar oluşmamalıdır. Bağlayıcı uçurma, partiküllerin dağılmadan bir arada durmasını gerektiren nazik bir prosestir ve bu nedenle işlem birkaç adımda gerçekleştirilir. Bağlayıcıyı yapıdan uzaklaştırmak bağlayıcının cinsine ve uçurma yöntemine göre birkaç saat veya birkaç gün içinde gerçekleşir. Parçaların çok küçük olduğu bazı durumlarda bağlayıcı uçurma, sinterleme işlemi ile birleştirilebilir. Bağlayıcı yapıdan uzaklaştığında parça zayıf ve kırılgan bir yapıda olmasına rağmen şeklini koruyabilecek kadar sağlam olmalıdır. Bu yüzden, bağlayıcıyı tamamen uzaklaştırmanın da imkânsızlığına bağlı olarak uçurma işleminin son aşaması sinterleme sıcaklığına ulaşıldığında tamamlanır [17].

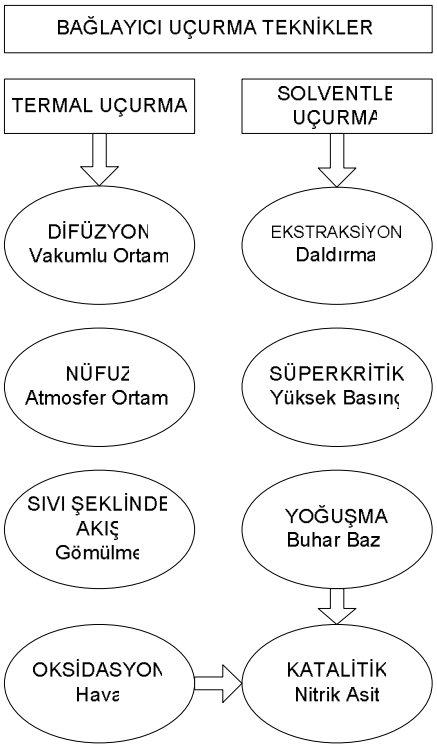
Bağlayıcıları kompaktlanmış parçalardan uzaklaştırmak için kullanılan yöntemler ikiye ayrılır. İşlemi hızlandırmak adına bu yöntemlerden birkaçı da kullanılabilir.

1. Termal Uçurma: Termal uçurmada bağlayıcı yapıdan ısının etkisiyle ve yapının içindeki gaz akışına dayalı bir şekilde; degrade olarak veya sıvı halde kompaktın yüzeylerinden akarak uzaklaşır. Burada polimer ergime noktasının çok daha üzerinde bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Buharlaştırmada ise bağlayıcının buhar basıncına göre vakumlu ortamda polimer difüzyon etkisiyle ya da ortam basıncında porlardan dışarıya doğru nüfuz ederek yapıdan uzaklaşır [17].

2. Solventle Uçurma: Bu yöntemde parça bir solvent içine daldırılır. Bağlayıcı bileşeni solventte çözünür ve sıvı akışıyla yapıdan uzaklaşır. Sonraki bağlayıcı uçurma adımları için geride boşluklu bir yapının oluşması gereklidir. Bu nedenle bağlayıcı bileşenlerinden en azından birinin solventte çözünmesi gerekir. İşlem sırasında gaz ve sıvı fazları birbirinden ayrışmayana kadar solvente basınç uygulamak (süperkritik ekstraksiyon) veya kompaktı solvent buharı içinde ısıtmak gerekir [17].

Başarılı ve çabuk bir bağlayıcı uçurma prosesi için çok bileşenli bağlayıcılar kullanmak avantajlı olmaktadır. Böylece bağlayıcı yapıdan aşamalı olarak uzaklaşacak, sonraki adımlarda parça diğer bağlayıcılarla birlikte ayakta kalacak, çarpılmalar ve çatlaklar azalacaktır. Ayrıca her bağlayıcı bileşeni uzaklaştıktan sonra diğerinin de kolay uzaklaşabilmesi için geride porlar kalmış olacaktır.

Toz boyutu, partiküller arasındaki kanalların genişliğini tayin ettiğinden ötürü bağlayıcı difüzyonunu veya taşınımını doğrudan etkiler. Dolayısıyla toz boyutu ne kadar büyükse difüzyon mesafesi büyüyeceğinden bağlayıcı uçurma da yine o kadar kolay gerçekleşecektir. MEK'da toz boyutlarının küçük olması göz önünde bulundurulursa hatalardan sakınmak için sıcaklık çok yavaş bir şekilde arttırılmalıdır [21].



Şekil 2.7: Sekiz değişik bağlayıcı uçurma yönteminin termal ve solvent uçurma gruplarıyla olan ilişkisinde katalitik uçurmanın iki grupla da ilişkisi mevcuttur [17].

Şekil 2.7'de de görülen bağlayıcı uçurma yöntemlerinde daldırma yönteminde ana bağlayıcı fazı solventte çözünerek parçadan uzaklaşır. Süperkritik ekstraksiyonda ısıtılmış parçadaki bağlayıcı basınç etkisiyle solvent içinde çözünür. Yoğuşma, parçanın ısıtılmış solvent buharına konduktan sonra bağlayıcı bileşeninin absorbe olması ve yüzeye bağlayıcının iletilmesiyle gerçekleşir. Katalitik uçurmada parça katalist içeren atmosferde depolimerize olan bağlayıcı bileşeninin buharlaşmasıyla uzaklaştırılır. Difüzyon kontrollü uçurmada parça düşük basınçlı ortamda yavaşça ısıtılır ve bağlayıcı buhar fazında uzaklaşır. Nüfuz (permeasyon) kontrollü termal uçurmada gaz yavaşça ısıtılan kompakt üzerinden geçirilerek bağlayıcının aşamalı olarak degrade olması sağlanır. Sıvı şeklinde akışta, bağlayıcı toz yatağının içindeki parçadan yine dışındaki toz tarafından emilerek uzaklaştırılır. Oksidason yönteminde ise ısıtılmış parçadaki bağlayıcı eşzamanlı olarak yanıp ortama verdiği oksijenle tozu oksitleyip aynı zamanda toz kompaktına istenen mukavemeti kazandırır.

Bağlayıcı uçurmada başlangıç esnasında sıcaklık artış hızı önemlidir. Düşük bir sıcaklık artış hızıyla partiküllerarası boşluklarda sıvı-gaz fazları birlikte bulunabilir ve gaz fazının hareketiyle birlikte porlar açılır. Fakat hızlı sıcaklık artışı olduğunda

porlar hemen doygunlaşır ve genleşmenin de etkisiyle yapı şeklini koruyamaz hale gelir. Porlar açıldıktan sonra sıcaklık artış hızı yükseltilebilir. Buradaki önemli nokta kalan bağlayıcının katılığını korumasıdır. Bağlayıcı miktarı azaldıkça yapının mukavemeti partikülleri güçlü bir şekilde birbirine bağlayan sarkaçsal bağlar ile sağlamlaşır. Bağlayıcı tamamen yapıdan uzaklaştırıldığında ise mukavemet birden düşer. Bunu önlemek için işlemin son aşaması sinterleme ile birleştirilir ya da iki işlem arasında yapıyı güçlü tutmak için çeşitli kimyasallar kullanılır.

Bağlayıcı uçurma yönteminin seçimi bağlayıcı seçimiyle doğrudan ilişkilidir. İlk adımda bağlayıcıdaki bir bileşeni solventte çözüp ardından uygulanabilecek termal uçurma için porlar oluşturmak mantıklı olabilir. Fakat günümüzde solventlerin çevreyle ilgili olumsuz özellikleri nedeniyle bu adım başka adımlarla değiştirilmektedir veya suda çözünen zararsız bileşenler kullanılmaktadır.

2.2.4 Sinterleme

Sinterleme, malzeme parçacıklarının birbiriyle birleşmesini sağlayan ve kademeli bir şekilde parçacıklar arasındaki gözenek hacmini azaltan bir yüksek sıcaklık işlemidir. Sinterleme, toz metalürjisi yoluyla metalik parçaların üretimi için olduğu kadar seramik parçaların üretiminde de sık uygulanan bir yöntemdir [3].

Metal enjeksiyon kalıplamada ise bağlayıcı uçurma aşamasından sonra gelen sinterleme işlemi birbiriyle temas eden ama birbiriyle herhangi bir bağ yapmamış zayıf ve kırılgan yapıyı ısıl bağlanmayla bir araya getirir. Daha önce de bahsedildiği gibi toz kompaktı toz özelliklerine bağlı olarak değişen şekillerde boşluklar içeriri. Ayrıca yapıdan uzaklaşan bağlayıcı da geride boşluklar bırakır. Bu boşluklar ise sinterlemede sıcaklık etkisiyle toz partiküllerini birbirine bağlayarak boşlukların giderek kapanmasına, boşlukların azalması da sinterlenen parçanın boyutlarının küçülmesine neden olur. Sıcaklık, metalin ergime noktasına yaklaştığında ise katı veya sıvı fazda atomik hareketler gerçekleşir ve bu hareketler sıcaklığın artmasıyla hızlanır [17]. Her metal için sinterleme sıcaklığı farklı olmakla birlikte metal enjeksiyon kalıplama için sinterleme sıcaklıklarının metallerin ergime noktalarına diğer toz metalürjisi yöntemlerine göre daha yakın değerlerde gerçekleştirildiği söylenebilir.

Sinterlemeden sonra parça boyutlarında meydana gelen çekme sinterlemenin derecesini belirlemede bir kriterdir. Porların azalmasından sonra kompakt yoğunluğu da değişir ve bu yoğunluk hesaplanarak sinterleme hakkında fikir elde edilebilir. Sinterleme bağlayıcıyı tamamen uzaklaştırdıktan sonra ya da geride bir miktar bağlayıcı bırakarak yapılabilir. Bağlayıcıyı tamamen uzaklaştırarak yapılan sinterlemede genellikle ön sinterleme yapılır. Sinterleme öncesi yapıda bir miktar bağlayıcı bırakıldığında ise kalan bu bağlayıcı toz partiküllerini bir arada tutacaktır. Metal enjeksiyon kalıplamada sinterleme öncesi kompakt yoğunluğu %60 civarındadır. Bu değer ön sinterlemede %70'lere, sinterleme sonrası ise %95-100'e çıkar. Dolayısıyla sinterlenen parçalarda bir miktar çekme bu işlemin doğal sonucudur ve çekme oranı da yeşil parçanın yoğunluğuyla ters orantılıdır. Buna göre, polimerlerin yoğunluklarının metallerinkine oranla oldukça düşük olduğu göz önüne alındığında, yeşil parçanın yoğunluğu ne kadar yüksek olursa, bir başka değişle katı yükleme oranı ne kadar yüksek tutulursa çekme oranı da o kadar düşük olacaktır. Bunun önemi çekme oranı arttığında parçada çarpılma gibi hataların oluşma riskinin artmasındadır. Parçadaki çekmede parçanın boyut oranları korunduğunda, bir başka değişle çekme izotropik olduğunda aşağıdaki formül yardımıyla sinter yoğunluğu hesaplanabilir.

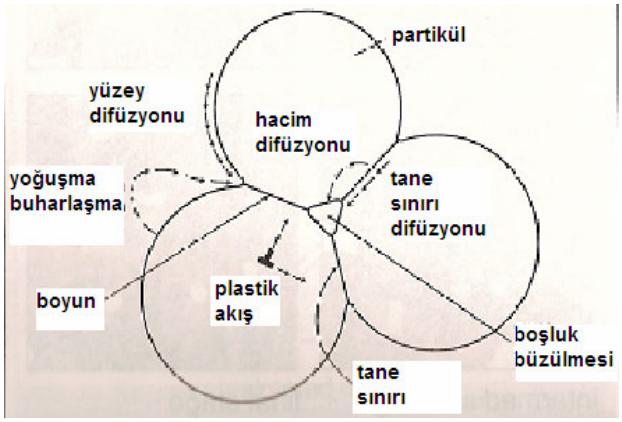
$$\rho_s = \frac{\rho_G}{\left(1 - \frac{\Delta L}{L}\right)^3} \qquad \textbf{(3.5)}$$

ρ_s : sinter yoğunluğu

ρ_G : bağlayıcı uçurmadan sonraki yoğunluk

ΔL : kompakt boyutu

L : ilk boyut

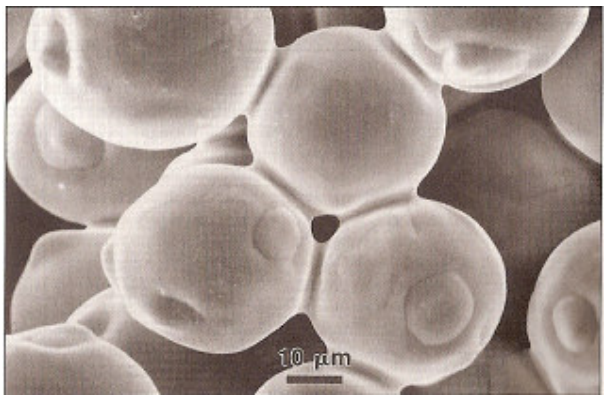


Şekil 2.8: Partiküller arasında meydana gelen taşınım mekanizmaları.

Sinterlemenin ilk aşamasında sinterleme oldukça hızlıdır. Bunun nedeni tozların yüzey enerjilerinin yüksek olmasına bağlı olarak gerçekleşen atom hareketleridir. Özellikle küresel olmayan tozların yüzey alanlarının daha geniş olması sinterleme hızını arttırır. Bu ilk aşamada tozlar birbiriyle köprüler kurar. İlerleyen aşamada da atomlar bu bağlar üzerinden hareket eder. Şekil 2.8'de sinterleme mekanizmaları şematik olarak verilmiştir. Bu giderek yoğunlaşma işlemi ve porlardaki azalma mekanizmalarla gerçekleşir [17]:

- Partikül yüzeyinden madde akışı (yüzey difüzyonu)
- Porun içinden (buharlaşma-yoğunlaşma)
- Tane sınırlarından (tane sınırı difüzyonu)
- Latis içinden (viskoz akış veya hacim difüzyonu)
- Porlar arasından atom boşluklarının ilerlemesi

Bunlar arasında metal enjeksiyon kalıplamada görülen en sık mekanizma ise tane sınırı difüzyonudur. Şekil 2.9'da bunun tipik bir örneği görülmektedir.



Şekil 2.9: Sinterlemenin ilk aşamasında meydana gelen birbiriyle bağ yapmış partiküller.

3. ALÜMİNYUM KÖPÜĞÜ

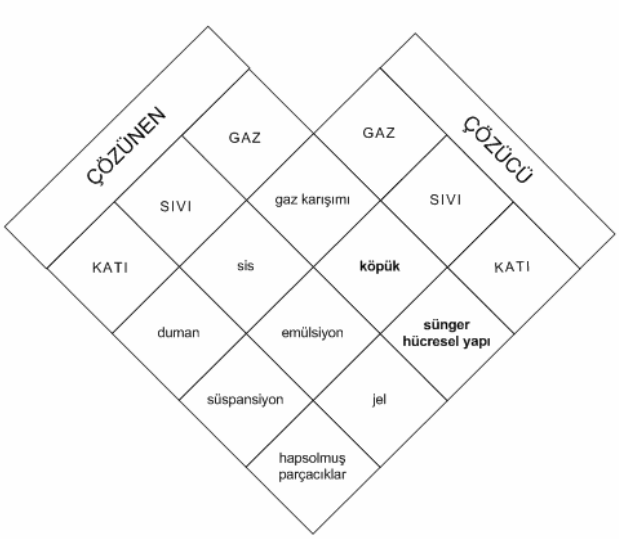
3.1 Gözenekli Malzemeler ve Metal Köpükleri

Gözenekli yapılar düşük yoğunluk-rijitlik oranı, yüksek sıcaklıklara dayanıklılık ve yüksek ısı ve ses yalıtkanlığı gibi alışılmadık fiziksel ve mekanik özelliklerin birkaçına bir arada sahiptir. Bu özellikleri nedeniyle mühendislik malzemeleri içinde "çok fonksiyonlu malzemeler" olarak anılırlar. Köpük yapılarının veya yüksek oranda boşluk içeren metallerin özellikleri gerek pratik uygulamalar gerekse bu sınıftaki malzemelerin bilimsel davranışlarının incelenmesi açısından oldukça ilgi çekicidir [22]. Doğada ahşap, kemik dokusu, bal peteği vb. gözenekli yapılara örnek olarak verilebilir. Mühendislik malzemelerine bakıldığında daha çok polimerlerden, kısmen de metallerden ve alaşımlardan yapılmış gözenekli yapılar mevcuttur.

Metal köpükleri ilk olarak 1940'da araştırılmaya ve geliştirilmeye başlanmıştır. Konuyla ilgili ilk rapor Sosnick [23] tarafından hazırlanan düşük ergime noktalı bir metalin gazifikasyon tekniğiyle üretimiyle ilgilidir. Sosnick [23] 1943'deki çalışmasında alüminyum metaliyle civayı karıştırıp sıcaklığını arttırarak köpük yapısını elde etmiştir. 1956'da alüminyum köpüğü Borksten Araştırma Laboratuvarı'nda eriyiğin içine direk gaz enjeksiyonu ile üretilmiştir. 1987'de Japon araştırmacılar konuya çok önemli katkılar sağlamışlardır. Buna ek olarak Almanya'daki IFAM (Institut Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung) ve Kanada'daki Alcan şirketleri metal köpüğü üretim yöntemlerine özellikle alüminyum köpüğü konusunda önemli katkılar sağlamışlardır [24].

Metal köpükleri üretimleri sırasında değişik sıcaklıklarda aynı anda bir arada bulunan katı, sıvı ve gaz fazları ile üretimleri dikkat ve beceri gerektiren karmaşık morfolojili malzemelerdir [25]. Şekil 3.1'de de görüldüğü gibi sıvı ve katı faz içinde

çözünmüş yapılar gözenekli malzemeleri, sıvı içinde çözünmüş gaz boşlukları köpük yapısını ifade eder.

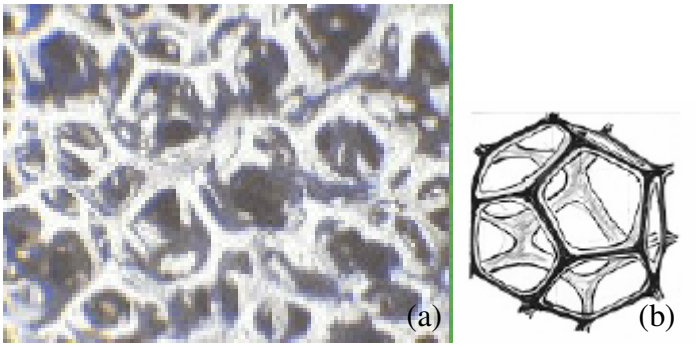


Şekil 3.1: Bir fazın diğer bir faz içinde dağılımıyla meydana gelen yapılar [26].

Metal köpükleri gözenekli yapılar ailesinin bir alt grubunda yer alır. Gözenekli malzemeler birbirini metal plakalarla veya payandalarla destekleyen ve yüksek oranda boşluk içeren katı yapılardır. Metal köpükleri ise -hücre şekilleri üretim ya da soğuma şekline bağlı olarak değişen- çok yüzlü hücrelerden oluşurlar ve esasen köpük terimi sıvı haldeyken köpük yapısında olan metaller için kullanılır. Dolayısıyla gözenekleri çeşitli yöntemlerle üretilmiş her boşluklu yapı köpük olarak değerlendirilmezken, sıvı köpük halindeyken kendini en azından belirli bir süre ayakta tutabilen yapılar metal köpüğüdür. Sıvı haldeyken gaz boşlukları yapıda homojen olarak dağılmıştır. Bir metal köpüğünde yapının hacmen %60-98'i porlardan oluşmaktadır [27]. Metal köpükleri hücre yapısına göre açık hücreli ve kapalı hücreli olarak iki temel gruba ayrılır.

3.1.1 Açık Hücreli Yapılar

Açık hücreli yapılarda gaz fazı yapının içinde hapsolmaz. Hücreler birbirlerini payandalarla desteklerler. Yapının bir örneği Şekil 3.2'de görülmektedir. Açık hücreli yapılar genellikle "sünger" olarak adlandırılır. Bu tür malzemeler yaygın olarak "ısı değiştiricisi" olarak radyatörlerde ve katalitik ısıtıcılarda kullanılırlar.

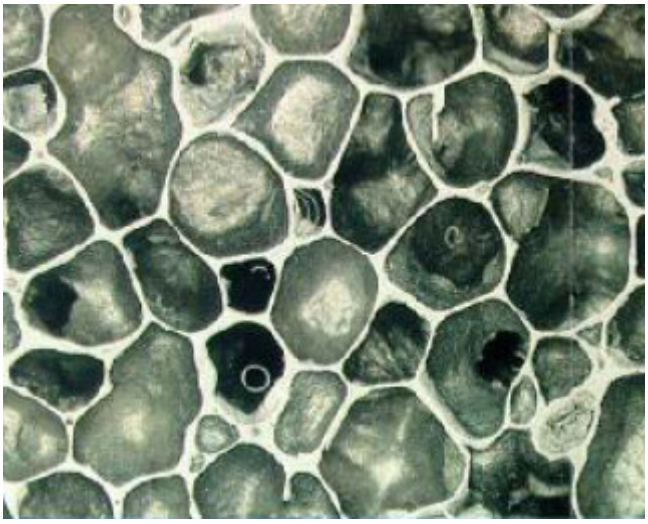


Şekil 3.2: Açık hücreli sünger yapısının fotoğrafik (a) ve şematik (b) görüntüsü [28].

Açık hücreli yapılarda önemli parametreler destekleyici payandaların malzemesi, çapı, hücrelerin şekli, boyutu ve hücrelerin oluşturduğu pencerelerin şeklidir [28].

3.1.2 Kapalı Hücreli Yapılar

Kapalı hücreli yapılarda hücreler kapalıdır ve hücre duvarları ortaklaşa kullanılırlar. Böyle yapıların içinden gaz geçemez. Şekil 3.3'de kapalı hürceli köpüklere bir örneğin kesiti görülmektedir.



Şekil 3.3: Kapalı hücreli köpük yapısı [29].

3.2 Metal Köpüklerinin Kullanım Alanları

- Biyomedikal uygulamalar:

Geleneksel biyomalzeme implantları yüksek yoğunlukları, uygun olmayan mekanik özellikleri, kemik dokusunun büyümesine olanak sağlamamaları ve implantın ömrünün kısalığı nedeniyle artık daha az tercih edilmektedir. Bu problemlerin üstesinden gelebilecek TiZr alaşımları gibi malzemelerin aynı zamanda doku

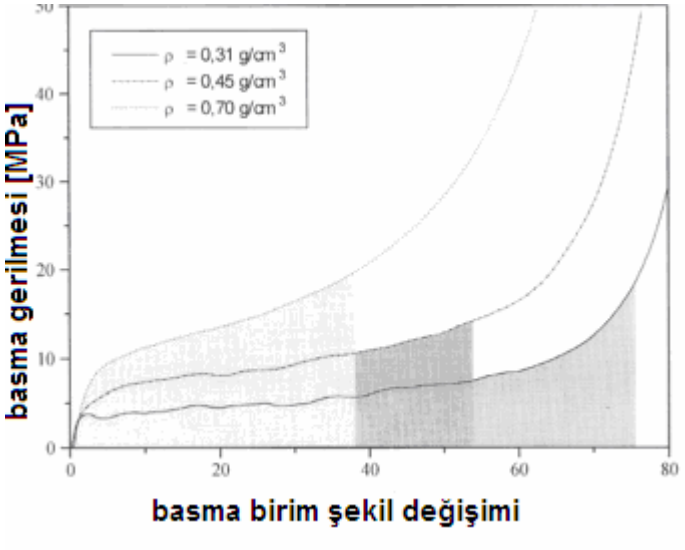
büyümesinin sağlanması için boşluklu yapıda üretilmesi gerekmektedir[30]. Bu açıdan metal köpükleri günümüzde biyomedikal uygulamalar için araştırılmaktadır.

- Yapı Uygulamaları:

Alüminyum köpüğü ise yapı bileşenlerinde kullanılmaktadır. Ashby [29], doğal ve insan yapımı yapı malzemeleriyle ilgili şunu ifade etmiştir: " Modern insan büyük yükler taşıyan yapılar inşa ederken çelik, beton ve cam gibi yoğun katı malzemeleri kullanırken, doğa, genellikle ağaç, kemik gibi gözenekli yapıları tercih eder. Bunun nedenlerinden biri ise en büyük rijitlik/yoğunluk oranının bu malzemelerle yakalanabilmesidir.

- Otomotiv Sektörü Uygulamaları:

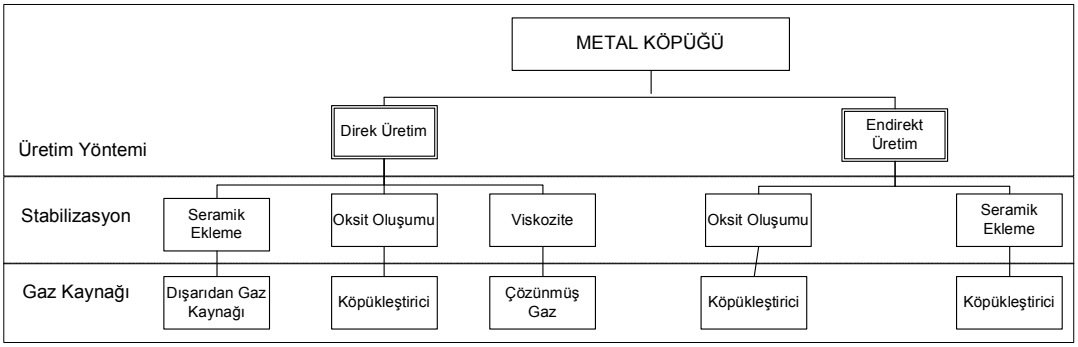
Metal köpüklerinin en tipik kullanım alanlarından biri de ulaşım araçlarındaki güvenlik uygulamalarıdır. Enerjiyi sönümleme yetenekleri sayesinde örneğin herhangi bir çarpışmada köpük yapısı deformasyona uğrayarak ortaya çıkan enerjinin tasarlanması gereken şekliyle daha azını yolculara iletecektir. Ayrıca yoğunluklarına göre daha rijit yapıda olmaları daha hafif araç üretimine de olanak sağlamaktadır. Banhart ve arkadaşlarının [31] yaptığı araştırmada Şekil 3.4'de görüldüğü gibi üç farklı yoğunluktaki alüminyum köpüğünün basma gerilmesi-birim şekil değişimi diyagramı görülmektedir. Buna göre taralı alanlar birbirine eşittir ve daha yüksek yoğunluklarda köpüğün daha az deformasyona uğradığı gösterilmiştir. Böylece uygulama alanına göre köpüğün yapısının değiştirilip mukavemeti ve enerji sönümleme yeteneği değiştirilebilir. Metal köpüklerinin enerji sönümleme yetenekleri aynı zamanda uzay endüstrisinde de kendine yer bulmaktadır. Özellikle Li-Mg köpükleri atmosfer ortamında reaktif özellikler gösterse de çok düşük yoğunluklu oldukları için vakum ortamında uzay araçlarında kullanılmaları araştırılmaktadır [32].



Şekil 3.4: AlSi12 köpüğünün basma gerilmesi altında değişik yoğunluklarda gösterdiği davranış.

3.3 Metal Köpüğü Üretim Yöntemleri

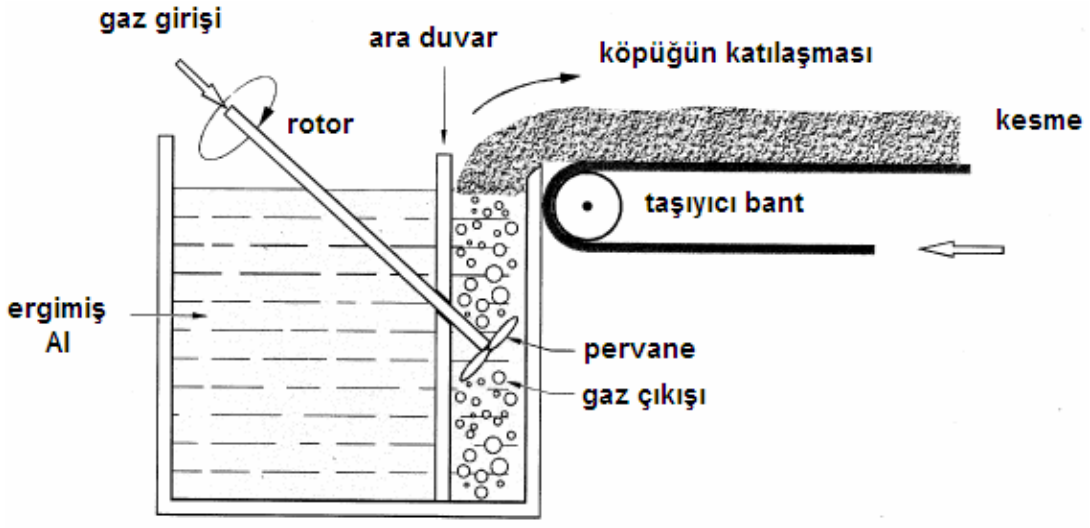
Metal köpükleri ergimiş metal içine gaz enjekte ederek direk olarak veya kompakt oluşturmak vasıtasıyla endirekt olarak üretilebilir. Şekil 3.5'de üretim yöntemleri köpüğün stabilizasyonunu sağlama yöntemleri ve sistemde köpükleşmeyi sağlayan gaz kaynakları olarak sınıflandırılmıştır. Bölüm 3.4.2'de de bahsedileceği üzere köpüğe seramik partiküller ekleyerek, metalin oksitlenmesiyle oluşan seramikleri kullanarak ya da alaşımlamayla doğrudan metalin viskozitesini değiştirerek köpük yapısını daha stabil hale getirmek mümkündür.



Şekil 3.5: Metal köpüklerinin üretim yöntemi, stabilizasyon yöntemi ve gaz kaynakları açısından sınıflandırılması [23].

3.3.1 Direk Üretim

Ergimiş metal içine gaz kabarcıkları verilerek köpük metal oluşturulması yöntemine "direk üretim" denir. Sistemin tabanından yukarı doğru bir sevk pervanesi yardımıyla belli bir hızda ve hacimde çıkan gaz kabarcıkları kaldırma kuvvetinin yardımıyla yukarıya doğru çıkarken üstte sıvı köpüğü toplar. Ardından köpük yapısı taşıyıcı bir bant vasıtasıyla taşınır ve aynı zamanda katılaştırılır. Sistemin parametreleriyle oynayarak köpüğün kalınlığı ve por yapısı kontrol edilebilir. Şekil 3.6'da yöntemin şematik işleyişi görülmektedir.



Şekil 3.6: Direk üretimin şematik görüntüsü [32].

Direk üretim yöntemlerinde köpüğü hızlı ve daha düşük maliyetli bir şekilde üretmek mümkündür. Geniş, yassı ürünler çeşitli kalınlıklarda büyük miktarda üretilebilmektedir. Yöntemin en önemli dezavantajı ise karmaşık şekilli köpük yapılarını üretmenin zorluğudur. Bu durumda endirekt üretim yöntemleri tercih edilmektedir.

3.3.1.1 Ergimiş Metalin İçine Gaz Enjeksiyonu

Bu direk üretim yönteminde ergimiş metalin içine bir boru ve ucundaki pervane yardımıyla gaz enjekte edilir. Kullanılan gazlar hava, CO_2, O_2 ve su olabilir. Ergimiş köpüğün bir kısmı drenajla aşağı doğru süzülür. Bu yapının stabil kalabilmesi için genellikle SiC ve Al_2O_3 gibi katı partiküller kullanılır. (Aluminyumun endirekt üretiminde ise bu katı partiküller yapının içinde Al_2O_3 formunda hâlihazırda bulunabilir). Çünkü sıvı köpüğün katılaşana kadar formunu koruması gerekir. Köpükleşen metal ise bantlar vasıtasıyla düzgün bir şekil alır ve aynı zamanda katılaşır. Bu yöntemle karmaşık şekilli parçalar üretmek indirek üretime göre daha zor olsa da daha hızlı ve daha düşük maliyetlidir. Fakat düşük yoğunluklu köpükler üretilebilir.

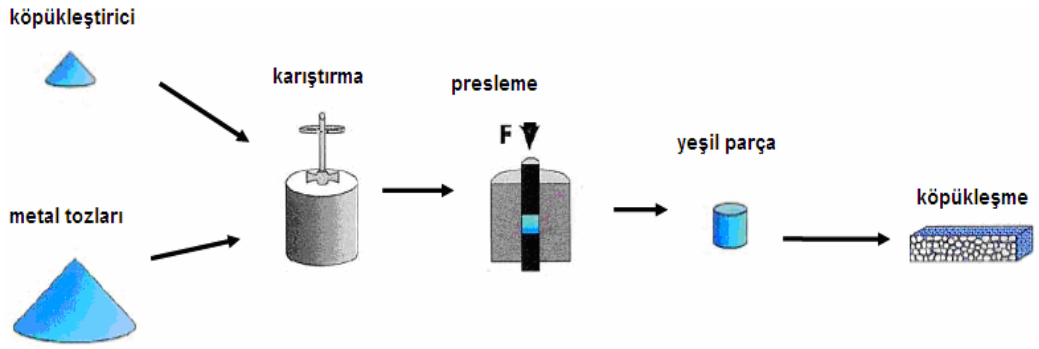
3.3.1.2 Ergimiş Metalin İçine Köpükleştirici Partiküller Eklemek

Bu yöntemde köpükleştirici tozlar ergimiş metalin içine eklenir. Gaz çıkışı hızlı bir şekilde gerçekleşir ve köpüğün çökmesine izin verilmeden katılaştırılır.

3.3.2 Endirekt Üretim

Metal köpükleri ergimiş metalin içine gaz kabarcıkları verilmeden, metal tozlarını "köpükleştirici" adı verilen kimyasallarla karıştırdıktan sonra belli bir sıcaklığa çıkararak da üretilebilir. Bu yöntemle Şekil 3.7'de adımların şematik olarak da gösterildiği gibi metal tozu ile köpükleştirici önce mümkün olduğunca homojen ve yoğun bir şekilde karıştırılıp kompaktlanır. Daha sonra bu yarı-ürün metalin ergime sıcaklığına kadar ısıtılır. Köpükleştirici ise metalin içinde köpük oluşumu için gerekli olan gazı dekompoze olarak sağlar. Endirekt üretim yöntemlerinde ortama hidrojen gazı veren metal hidritler veya CO_2 veren karbonatlı bileşikler köpükleştirici olarak kullanılır. Endüstride en çok kullanılan köpükleştirici TiH_2'dir. Bunun yanında ZrH_2 ve HfH_2 gibi metal hidritler, ergime noktası yüksek metaller için MgH_2, CaH_2, SrH_2 gibi tuzlar ve AlH_2, BH_2 ve GeH_2 gibi kovalent bağ yapan köpükleştiriciler de mevcuttur [33]. Köpükleştiricinin cinsi, partikül boyutu dağılımı ve karıştırmanın homojenliği gaz kabarcıklarının üniform dağılıp dağılmayacağını belirler. Köpükleştiricinin miktarı, sıcaklık, sıcaklık artış hızı ve zaman da köpüğün genişlemesini ve dolayısıyla yoğunluğunu belirler. Bu yöntemde üretime tozdan başlandığı için "Toz Metalurjisi Yöntemi" de denir. Metali kompaktlamak için soğuk izostatik presleme (haddeleme, endirek ekstrüzyon) ve tek eksenli presleme gibi

değişik toz metalurjisi yöntemleri kullanılabilir. Yöntemin en önemli dezavantajı ise yüksek maliyetli oluşudur.



Şekil 3.7: Endirekt üretimin akış şeması.

Köpükleştiricinin metalin ergime noktasından çok daha düşük bir sıcaklıkta gaz oluşturması metalin daha ergimeden içindeki basıncın artmasına ve dolayısıyla çatlaklara ve inhomojen por oluşumuna, hatta gazın sistemin dışına çıkışına yol açabilir. Bu nedenle köpükleştiricinin gaz oluşumunu sağladığı sıcaklığın metalin ergime sıcaklığına yakın olması istenir. Bunu sağlamak için köpükleştiriciye ısıl işlem (ön oksitleme) uygulamak veya daha düşük ergime sıcaklığına sahip metal kullanmak yoluyla bahsedilen sıcaklığın artması denenebilir.

3.3.2.1 Yarı-katı Metalin İçine Köpükleştirici Eklemek

Köpükleştiriciyle metal tozları karıştırıldıktan sonra toz karışımı kompaktlanır. Ekstrüzyonla çubuk veya levha şeklinde çıkan parça kesilir ve bir fırının içine konur. Parçalar katılaşma sıcaklığının hemen üzerine kadar ısıtılır. İstenen boyuta yakın boyutta parçalar üretilebilir [25].

3.3.2.2 Köpükleştirici içeren İngotların Köpükleştirilmesi

Bu yöntemde köpükleştiriciler ergimiş metal ile karıştırılır, katılaştırılır ve köpükleştirilir. Burada en önemli sorun köpükleştiricinin erkenden bozunmaya başlamasıdır. Bu durumu bertaraf etmek için en uygun yöntem yavaş karıştırma ve hızlı katılaşma ile köpükleştirici partiküllerinin yüzeyinde bir oksit tabakası oluşturmak, yani köpükleştiriciye bir nevi ısıl işlem uygulamaktır. Bunun yanında hassas döküm prosesi de kullanılmaktadır. Döküm sırasında köpükleştirici partiküller eriyiğe ilave edilip köpükleşme sağlanır [25].

3.3.2.3 Köpükleşme Sırasında Gaz Oluşturmak

Bu yöntem çelik esaslı köpüklerin üretiminde kullanılır. Demir tozlarıyla demir oksit tozları karbon ile karıştırılıp kompaktlanır ve köpükleştirilir. Burada köpükleştirici CO gazıdır. Bu yöntemde TiH_2 köpükleştiricisinde olduğu gibi bir bileşenin dekompozisyonu değil, iki bileşenin reaksiyonu sonucu oluşan gaz vasıtasıyla köpükleşme gerçekleştirilir [25].

3.3.2.4 Yanma Reaksiyonu ile Köpükleşme

Bu yöntemde metal tozu ve köpükleştirici karıştırılıp kompaktlandıktan sonra metalin ergime noktasının üzerinde egzotermal reaksiyon oluşması sonucu oksit-hidrat yüzeylerinde porlar oluşmaya başlar. Al-Ni intermetalik köpükleri, bu şekilde yapının içine Ti, B_4C ve TiC gibi malzemeler eklenerek üretilir [25].

3.4 Köpükleşme

Bir gaz-sıvı sistemi olan herhangi bir köpük yapısına bakıldığında hücre duvarlarının gaz boşluklarıyla bazı kurallara göre bir dengede durduğu Joseph Plateau [23] tarafından 19. yy'da açıklanmıştır. Buna göre sadece üç hücre duvarı bir doğruda ve sadece dört çizgi de bir noktada buluşabilir. Bu hücre duvarları ayrıca eşit açılarla birbirine bağlanırlar. Toz metalurjisi yöntemleriyle köpükleştirmede ise ergimiş metalin plastik akmaya karşı gösterdiği direncin düşmesi ve dolayısıyla daha sünek hale gelmesi, köpükleştiricinin küçük sıcaklık artışlarında oluşturduğu gaz artışıyla birlikte genişleme için gereken itici gücü oluşturur. Burada bahsedilen direnç ise yüzey gerilimi, viskozite ve eriyik içindeki katı oksit fazlarına bağlıdır. Sıcaklığın artmasıyla birlikte yüzey gerilimi ve viskozite giderek düşerken, yüzeydeki oksit oranı artar. Alüminyum metali için ortam atmosferinin oksijen gazı içermesi halinde bu olay daha çarpıcı bir şekilde gözlenir. Bu durumda köpükleşmeyi inert atmosferde gerçekleştirmek veya oksijene afinitesi daha düşük bir alaşım kullanmak yüzeydeki oksit miktarının azalmasıyla birlikte yüzey gerilimi ve viskoziteyi azaltır ve köpüğün daha çok genişlemesini sağlar. Aynı zamanda köpükleşme sırasında sıcaklığın daha hızlı artmasını sağlamak da aynı yönde etki yapar. Köpüğün genişlemesi ise plastik akma veya sürünme şeklinde gerçekleşir [34]. İç gaz basıncı ise her sıcaklıkta sıvının gösterdiği dirençle ilişkili bir şeklide porlar içinde bir dengeye ulaşır. Bu durumda artık en hacimli köpük yapısı oluşmuştur. Bir metal köpüğünün köpükleşme

davranışını açıklamak üzere köpükleşebilirlik terimi kullanılmaktadır. Köpükleşebilirlik, porozite oranına, köpüğün stabilizasyonuna ve köpüğün kalitesine bağlı bir tanımlamadır [35]. Bir sonraki başlıkta anlatılacağı üzere köpükleşme esnasında kopma, birleşme, çökme ve drenajdan ne kadar sakınılabilirse, metal o kadar köpükleşebilir olacaktır.

3.4.1 Köpükleşmenin Aşamaları

Kompakt, metalin katılaşma sıcaklığının hemen üzerine çıkıldığında köpükleşmeye başlayıp bu süreç metal tamamen ergiyinceye kadar devam eder [36]. Bu süreç içinde toz kompaktının köpükleşmesinde beş aşama mevcuttur:

1. Şekillendirme: Metal ve gaz kaynağı tozları karıştırılıp kompaktlanır.Burada önemli olan her bir gaz kaynağı partikülünün metal tozlarınca boşluksuz olarak çevrelenmesidir [37].

2. İlk Por Oluşumu: Gaz oluşumu başlar ve çekirdek oluşturur. Gazın oluşum sıcaklığı ve metalin ergime sıcaklığının farkına göre katı, yarı-katı veya sıvı içinde gerçekleşebilir[37].

3. Porların Artışı: Devam eden gaz oluşumu çekirdeklerin birleşmesi büyümesi için itici gücü oluşturur. Gaz oluşumu sırasında kompaktın sıcaklığı sabit kalabilir [37].

4. Çökme: Por oluşumu sırasında oluşan bazı polar da kaybolabilir. Yerçekimi etkisiyle Plateau Sınırından aşağı doğru bir sıvı metal akışı meydana gelir. Bunun sonucu olarak porlar birleşir ve film dengesiz ve ince hale gelir[37].

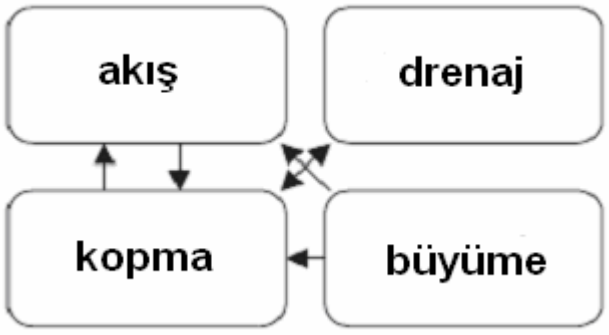
5. Katılaşma: Stabil olmayan köpüğün katılaştırılması gerekir. Hızlı soğutma, özellikle üniform değilse film deformasyonuna ve çatlak oluşumuna yol açabilir [37].

3.4.2 Stabilizasyon

Köpük yapısı sıvı haldeyken kendini bir süre ayakta tutabilmeli, yani stabil durumda kalabilmelidir. Bir başka açıdan, köpüğün istenen özelliklerini katılaşma için bir süre koruması gerekir. Stabilizasyon terimi hücre duvarlarının kopmadığı ve drenajın durduğu hali ifade eder [25]. Çünkü sıvı metal köpüklerinde stabilizasyon mekanizması doğum, yaşam ve ölüm olgusuyla açıklanır[38]. Akış, kopma, büyüme ve drenaj köpüğün stabilizasyonuna etki eden dört ana terimdir. Akış, hücrelerin değişen gaz basıncına göre birbirine göre hareket etmesidir. Drenaj, sıvı metalin yerçekimi ve kapiler kuvvetlerin etkisiyle Plateau sınırlarından aşağıya doğru akışıdır.

Kopma, filmin bir anda ortadan kalkmasıyla oluşan instabilitedir. Kopma sonrası hücreler birleşir ve büyür. Büyüme ise gazın küçük hücre duvarlarından büyüklerine difüzyonuyla olulan hücre genişlemesidir [39]. Bu terimler birbirleriyle etki halindedir ve herhangi birinde meydana gelen bir değişim bir diğerini etkileyerek stabilitenin bozulmasına neden olur. Şekil 3.8'de bu dört etkenin birbiriyle olan ilişkisi görülmektedir. Stabilite bozulduğunda ise köpük geri dönülmez bir şekilde çökmeye başlayabilir. Stabiliteye plato sınırlarının geometrisi, hücre duvar kalınlığı, yüzey geçirgenliği, yüzey hareketliliği, dilatasyonal viskozite ve elastisite gibi değişkenler etki eder [35]. Metal köpüğün stabilitesine etki eden faktörler iki ana gruba ayrılır [31]:

- **Sıvı metal içindeki katı partiküllerin etkisi:** Partiküllerin etkisi eriyikle olan reaksiyona bağlıdır. Dolayısıyla partiküllerin eriyiği ıslatma açısı ve dağılımları önemlidir.
- **Sıvı metal filminin yüzey özeliklerinin etkisi:** Sıvı filminin yüzey özellikleri ise yüzey gerilmesi ve reaktif metallerde görülen oksit tabakanın kalınlığına bağlıdır.



Şekil 3.8: Köpüğün stabilitesine etki eden dört ana faktör [39].

3.5 Alüminyum Köpüğü

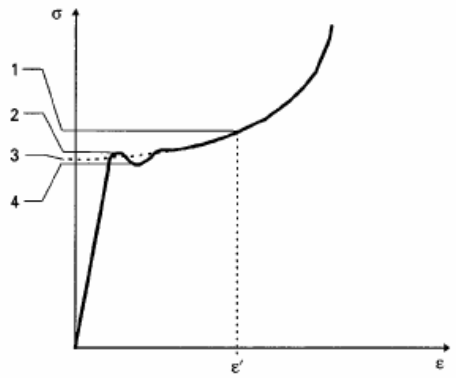
Genel olarak köpük yapılar ve özel olarak da alüminyum köpüğü gözenekli yapısından ötürü pek çok ilginç özellik sergiler ve bu da malzemeye oldukça geniş bir uygulama alanı sunar [40]. Üretilen alüminyum köpüklerinin yoğunlukları 0.4-08 g/cm^3 arasındadır, küresele yakın ve kapalı porlara sahiplerdir. Köpükleştirme yöntemi ve matriks kompozisyonuna göre por çapı 0.5-8 mm arasında değişir[29].

3.5.1 Mekanik Özellikler

Köpük yapısının nerdeyse tüm özellikleri hücre yapısına göre şekillenir ve kullanılan malzemeye göre hücre elastik bükülmeye, plastik çökmeye ve gevrek kırılmaya maruz kalabilir [41].

3.5.1.1 Basma ve Çekme Mukavemeti

Çekme mukavemeti söz konusu olduğunda alüminyum köpüğü basma gerilmesine göre daha az sünek davranır [41]. Bu açıdan köpük yapısı çekme gerilmesi altındaki yapılar için destekleyici yapılarla birlikte kullanılmaktadır. Öte yandan, alüminyum köpüğünün basma mukavemeti kayda değer enerji sönümleme kabiliyeti nedeniyle araştırmaların odağı haline gelimiştir [42]. Basma gerilmesi altındayken köpük aslında sünek olmaktan çok kırılmanın etkisi altındadır. Gerilmenin ilk aşamasında yapı küçük bir elastik davranış gösterirken, elastik bölge geçildikten sonra birbirini destekleyen hücre duvarları gerilme altında sırayla kırılmaya başlar ve yüklemeye devam edildikçe tüm hücre duvarları yıkılır ve hücreler birbirine değerek katmanlı bir yapı oluşturur. Bu yapı oluştuktan sonra malzeme artık köpük yapısından çok bulk malzeme gibi davranmaya başlar. Köpük yapısındayken bulk malzemeye göre yoğunluk daha düşük olduğundan gerilme değeri de daha düşüktür. Fakat buradaki ilginç nokta basma gerilmesinin başındaki elastik bölge geçildikten hemen sonraki aşamadır. Çünkü burada yüksek oranda boşluk içeren yapısından dolayı köpüğün deformasyon gerilmesi kayda değer bir değişim olmadan tüm köpük yapısı çökünceye kadar ortalama bir değerde seyreder [43].



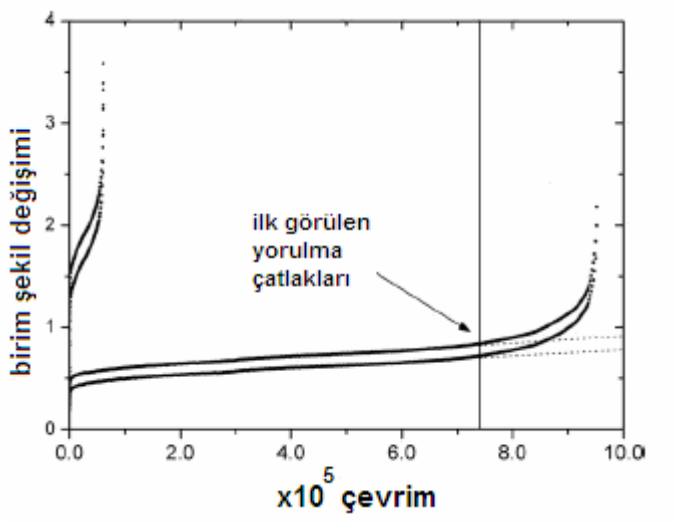
Şekil 3.9: Köpük yapısının şematik Gerilme-Birim Şekil Değiştirme diyagramı. 1 noktası köpüğün herhangi bir birim şekil değiştirmedeki basma gerilmesini ($\sigma_{\varepsilon'}$), 2 üst akma gerilmesini(σ_u), 3 tahmini plato bölgesini, 4 ise alt akma gerilmesini belirtmektedir(σ_1) [44].

Alüminyum köpüğünün elastiklik modülü ilk yükleme bölgesindeki plastik deformasyonlardan dolayı klasik gerilme-birim şekil değiştirme diyagramından farklıdır. Bu yüzden ancak titreşimli yüklemeyle daha doğru sonuçlar elde edilebilir. Basma gerilmesi-birim şekil değişimi diyagramı ise dört bölgeye ayrılır. Düşük deformasyonda elastik bir bölge gözlenir. Ardından üst ve alt akma değerleri ile karşılaşılır (Şekil 3.9'da 2 ve 4 noktaları). Daha sonra bulk alüminyumdan farklı olarak neredeyse sabit gerilmeyle devam eden bir plato ile karşılaşılır. Gerilme-Birim Şekil Değişimi diyagramındaki bu yatay bölgeye Plato Bölgesi denir**.** Bunun nedeni porların eğilip bükülmesi ve kırılmasına dayanır. Yani deformasyon sertleşmesi bu olayda rol oynamaz. Son aşamada ise artık tüm por duvarları az-çok birbirine değdiğinden gerilmede hızlı bir artış gözlenir. İlk ve son aşamanın arasında kalan bölgenin en yüksek noktasının sıfır gerilme ekseni ile arasında kalan alan ise metal köpüğünün darbe enerji absorbsiyon yeteneğini simgeler. Plato bölgesindeki bu yatay gerilme değeri en çok köpüğün yoğunluğuna göre değişir. Yoğunluk arttığında gerilme değeri de artar. Eğer köpük yeterince yoğun değilse darbe enerjisinin daha altında bir enerjiyi absorbe edecektir. Yeterinden fazla yoğun olduğundaysa yine enerjiyi tam olarak absorbe edemeyecek, iletecektir. Alüminyum köpüğünün mukavemeti üretiminden sonra ısıl işlemle arttırılabilir [45]. Sonuç olarak köpüğün enerji sönümleme yeteneği bu yapıları çarpıcı bir örnek vermek gerekirse bazı araç firmaları tarafından daha güvenli çarpışma test verilerinin elde edilmesi için araştırılmakta ve köpük yapılardan yapılan çarpışma kutuları hâlihazırda araçlarda kullanılmaktadır.

3.5.1.2 Yorulma

Bir kapalı hücreli alüminyum köpüğü olan Alporas köpük yapısının yorulma davranışı De Hosson [46] ve arkadaşları tarafından çekme testi ve çevrimsel yük altındaki koşullarda karşılaştırılarak incelenmiştir. Çalışmada, çekme testinde kırılma sırasında oluşan çatlakların hücre duvarlarının birleştiği bölgelerde çatlağın uzunluğunun arttığı bilindiğinden (yapıya köpükleşme sırasındaki viskoziteyi arttırmak amacıyla Ca ilave edilmesiyle) Al_4Ca ve $Al_{22}CaTi_2$ gibi çökelmiş fazlarla bu durum kısmen engellenmiştir. Yorulma testinde ise yorulma çatlaklarının hücre duvarlarının inceldiği kısımlarda ve yükleme eksenine dik bir yüzeyde oluştuğu gözlenmiştir. Şekil 3.10'da alüminyum köpük numunesine yapılan yorulma testinden

elde edilen Çevrim Sayısı-Birim Şekil Değişimi grafiği görülmektedir. Deneyde 10 kN yük altında R=0.1 (birim) koşulunda ≈7,4x10^5 çevrim sayısında numunede ilk yorulma çatlağının oluştuğu gözlenmiştir (koşullar; σ:10 kN/hücre, f:20 Hz, $\sigma_{min}/\sigma_{maks}$= 0.1, yer değişimi: 300 μm/dakika, numune boyutları: 33.5mm x 33.5 mm x 41 mm).



Şekil 3.10: Büyük bir köpük numunesinde Çevrim Sayısı-Birim Şekil Değişimi grafiği. Dik çizgiye karşılık gelen rakam yorulma ömrünü (N_f) ve ilk yorulma çatlağının oluştuğu anı, eğrilere karşılık gelen rakamlar en büyük gerilmedeki (σ_{UTS}) kuvveti ifade etmektedir [46].

3.5.1.3 Kırılma Tokluğu

Açık hücreli köpüklerin kırılma tokluğu Gibson ve Ashby tarafından aşağıdaki şekliyle ifade edilmiştir.

$$K_{IC}=0{,}65\sigma_y(\pi l)^{1/2}\rho'^{3/2} \quad \textbf{(3.1)}$$

$$\rho'=\rho/\rho_s \quad \textbf{(3.1a)}$$

K_{IC} : açık hücreli gevrek köpüğün kırılma tokluğu

σ_y : köpük malzemesinin akma mukavemeti

l : hücre genişliği

ρ : köpüğün yoğunluğu

ρ_s : bulk malzemenin yoğunluğu

ρ' : görece yoğunluk

Toz metalürjisi yöntemiyle köpükleştiriciler kullanılarak üretilen Alporas ticari isimli kapalı hücreli alüminyum köpüklerin kırılma tokluğu Sugimura ve arkadaşları tarafından aşağıdaki şekliyle ifade edilmiştir:

$$K_{SS} \approx (E_S \sigma_y l)^{1/2} \rho'^{3/2} \quad \textbf{(3.2)}$$

$$\rho' = \rho/\rho_s \quad \textbf{(3.2a)}$$

K_{SS} : kapalı hücreli köpüğün kararlı hal kırılma tokluğu

E_S : köpük malzemesinin Young Modülü

Eşitlik 3.1 ve 3.2 daha çok ideal köpük yapıları için geçerlidir. Ashby ve arkadaşlarının [47] yaptığı çalışmada elde edilen kırılma tokluğu değerleri bu formüllere göre daha düşük değerlerde seyretmiştir ve idealden sapma durumunun nedeni mikroyapı hataları olarak belirtilmiştir.

3.5.2 Fiziksel Özellikler

Alüminyum köpükleri çok iyi sönümleme özelliklerine sahiptir. Sesi, ısıyı ve manyetik alan etkilerini çeşitli mekanizmalarla önemli ölçüde azaltırlar.

3.5.2.1 Ses Yalıkanlığı

Kapalı hücreli alüminyum köpükleri özellikle ses yalıtkanlığı açısından iyi sonuçlar vermektedir [24]. Köpükteki bu özellik birbirini hücre duvarlarıyla ayıran gaz boşlukları ile sağlanmaktadır. Ses dalgaları köpüğün içinde hareket ederken yapının içinde iç sürtünmeyle ısıya dönüşerek etkilerini büyük oranda yitirir. Yani köpük yapısı ses enerjisini de absorbe eder. Haijin Yu ve arkadaşları [48] köpüğün bu özelliğini daha da geliştirmek için köpüğü sandviç yapısında üretmişlerdir. Böylece köpük yapısındaki çatlak ve delinmelerin ses yalıtkanlığına etkiyen olumsuz özellikleri giderilmiştir. Zararlı ses titreşimlerinin frekansları, köpüğün elastik modülün yoğunluğuna oranı dikkate alınarak üretilen yapılarla bastırılabilmektedir.

3.5.2.2 Isı Yalıtkanlığı

Açık hücreli metal köpükleri iyi ısı iletim özelliklerinden dolayı ısı değiştiricisi olarak çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Buna havacılık donanımlarındaki, otomobil radyatörlerdeki ve yüksek güçle çalışan elektronik cihazlardaki ısı değiştiricileri örnek olarak verilebilir [50]. Bunun tersine, yüksek ısı kapasiteleri ve düşük ısı iletim katsayıları nedeniyle kapalı hücreli metal köpükleri yangın geciktirici ve ısı yalıtımı uygulamalarına daha yatkındırlar [50].

4. DENEYLER ve SONUÇLAR

Deneylerde kullanılacak toz ve bağlayıcılara başlangıçta birtakım ön krakterizasyonlar yapılmış, ardından enjeksiyon kalıplama, bağlayıcı uçurma, köpükleştirme ve son karakterizasyonlar yürütülmüştür. İrdelemeler ise yapılan deney ve karakterizasyonlarla birlikte açıklanmıştır.

4.1 Alüminyum Tozunun Dökme ve Çökme Yoğunlukları

MEK prosesinde kullanılacak olan alüminyum tozlarına yapılacak ön karakterizasyonlar bağlamında dökme ve çökme yoğunlukları bu deneyde belirlenmiştir. Dökme yoğunluğu tozların serbest haldeki kapladıkları hacme bağlı yoğunluklarıdır. Bu nedenle yoğunluk değeri toz partiküllerinin arasında kalan boşluklar nedeniyle bulk malzemeye kıyasla çok daha düşüktür. Çökme yoğunluğu ise tozların bulundukları kaba alttan toz hacminde daha fazla bir azalma gözlenmeyinceye kadar hafif hafif vurulmasıyla elde edilen yoğunluk değeridir. Deneyde, 25 ml'lik iki ölçülü silindire 20'şer gramlık Al tozları etüvde kurutulduktan sonra doldurulmuş ve ilk olarak dökme yoğunlukları belirlenmiştir (Şekil 4.1). Ölçülü silindirlerin ilkinde toz 24,5 ml, ikincisinde ise 24 ml hacim kaplamıştır. Yoğunluklar ise aşağıdaki yoğunluk formülüne göre belirlenmiştir.

$d_{örnek1}=m_{örnek\ kütlesi1}/V_{dökme}$ = 20 g / 24,5 cm^3= 0,82 g / cm^3

$d_{örnek2}=m_{örnek\ kütlesi2}/V_{dökme}$ = 20 g / 24 cm^3= 0,83 g / cm^3

$d_{son}= (d_{örnek1} + d_{örnek2}) / 2$ = 0,825 g / cm^3



Şekil 4.1: Alüminyum tozunun ölçülü silindirdeki dökme ve çökme yükseklikleri.

Ardından tozun çökme yoğunluğu testi için numuneler Autotap Quantacrome çökme yoğunluğu ölçüm cihazına yerleştirilmiş ve 3000 vuruşun ardından çökme yoğunlukları hesaplanmıştır. 1500 vuruştan sonra toz seviyesinde herhangi bir azalma gözlenmemiştir. Deney sonunda toz seviyeleri belirlenmiş ve yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

$d_{örnek1}=m_{örnek\ kütlesi1}/V_{dökme}$ = 20 g / 15,8 cm^3= 1,27 g / cm^3

$d_{örnek2}=m_{örnek\ kütlesi2}/V_{dökme}$ = 20 g / 15,6 cm^3= 1,28 g / cm^3

$d_{son}= (d_{örnek1} + d_{örnek2}) / 2$ = 1,275 g / cm^3

Yapılan çökme yoğunluğu belirleme deneyi sonucunda bulunan yoğunluk değerleri irdelenmiştir. Teorik kısımda bahsedildiği kriter gereğince çökme yoğunluğunun toz malzemesinin teorik yoğunluğunun yarısından fazla olması olumlu bir sonuç olarak değerlendirilmektedir. Ne var ki bulunan bu değerler alüminyumun teorik yoğunluğu olan 2,7 g/cm^3 değerinin yarısından azdır. Dolayısıyla bu olumsuz bir durumdur. Tozların ve yüzey alanının fazla olması ve bir sonraki kısımda bahsedilecek dağılım parametresi (S_w) değerinden çıkan sonuç, çökme yoğunluğunun düşük çıkmasının önemli nedenleri olarak yorumlanmıştır.

4.2 Partikül Boyut Analizleri

Bir diğer ön karakterizasyon adımı için alüminyum ve titanyum hidrür tozlarının partikül boyut dağılımları, Mastersizer partikül boyut ölçüm cihazı ile belirlenmiştir. Tablo 4.1 ve Tablo 4.2'de tozların özellikleri görülmektedir.

Tablo 4.1: Alüminyum tozunun özellikleri.

	Toz Cinsi	Al
	Partikül Yüzey Alanı(m^2/g)	0,719
	Partikül Boyutu(μm)	11,89
	Saflığı	%99,5 Al
	Görünür Yoğunluk	32,40%
	Çökme Yoğunluğu	47,20%
Partikül Boyut Dağılımı	**D_{10} (μm)**	4.678
	D_{50} (μm)	10.599
	D_{90} (μm)	21,223

Tablo 4.2: TiH_2 tozunun özellikleri.

	Toz Cinsi	TiH_2
	Partikül Yüzey Alanı(m^2/g)	0,689
	Partikül Boyutu(μm)	16,62
Partikül Boyut Dağılımı	**D_{10} (μm)**	4,206
	D_{50} (μm)	14,508
	D_{90} (μm)	32,201

Yapılan toz analizinde toz boyutu ve şekli göz önüne alındığında alüminyumun toz boyutu teorik kısımda enjeksiyon kalıplama için bahsedilen sınırlar içinde (5-20 μm)

olmakla birlikte ortalama toz boyutu (10,599 μm) olması gereken değerden (4-8 μm) birkaç mikron daha fazladır. Ayrıca ölçüm sonunda alüminyum tozunun yüzey alanı 0,719 m^2/g olarak bulunmuştur. Aşağıdaki formüle göre hesaplandığında tozları küresel ya da küresele yakın olmadığı görülmektedir.

$$S = \frac{6}{\rho D} \qquad \textbf{(4.1)}$$

S: yüzey alanı

ρ: tozun yoğunluğu (Al için 2,7 g/cm^3)

D: partikül boyutu

$$S = \frac{6}{\rho D} = \frac{6}{2,7 \text{ x } 11,89} = 0,19 \text{ } m^2/g$$

Bu formüle göre tozların küresel olması durumunda tozun yüzey alanın 0,19 olması gerekirken, yapılan ölçümde ise alüminyum tozunun yüzey alanı 0,719 m^2/g olarak bulunmuştur. Dolayısıyla tozlar küresel ya da küresele yakın bir geometriye sahip olmadıklarından, temas yüzeyi geniş ve partiküller arası sürtünme fazla olacaktır. Bu sinterlemede kolaylık sağlarken, enjeksiyon kalıplama açısından olumsuz bir durumdur.

Partikül boyut dağılım sonuçlarından yola çıkılarak hesaplanan bir diğer parametre de aşağıdaki formüle hesaplanan partikül dağılım parametresidir.

$$S_w = \frac{2,56}{\log_{10} \frac{D_{90}}{D_{10}}} \qquad \textbf{(4.2)}$$

S_w : partikül dağılım parametresi

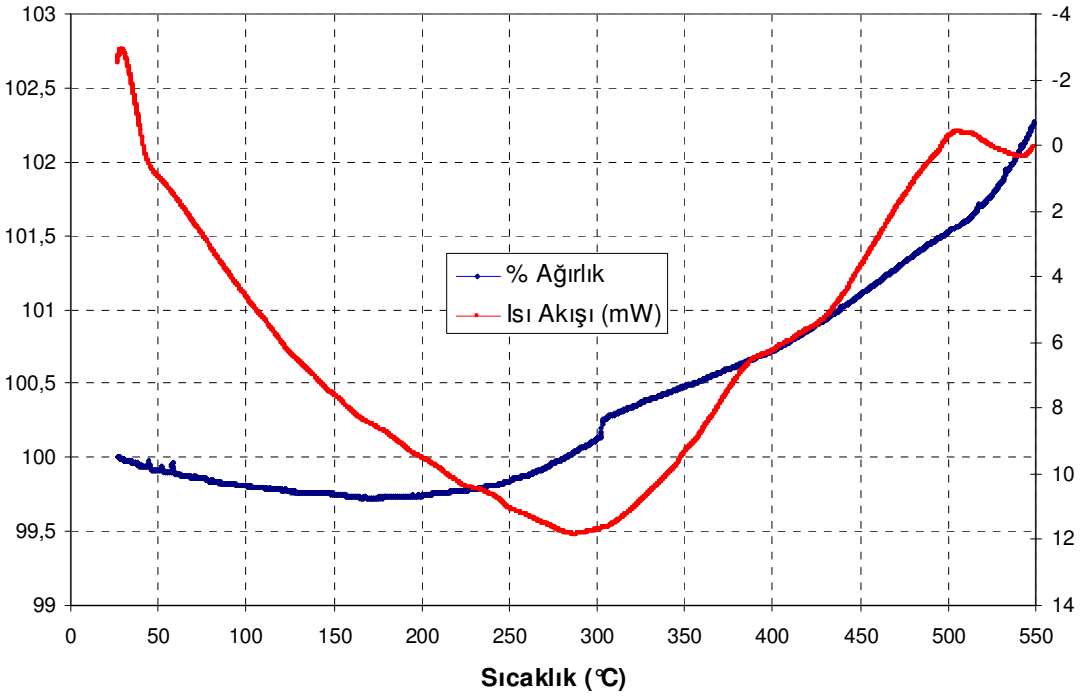
D_{90}: %90'luk kümülatif değerdeki partikül boyutu.

D_{10}: %10'luk kümülatif değerdeki partikül boyutu.

Buna göre ölçüm sonuçlarından D_{90} ve D_{10} değerleri yerine konup hesaplandığında S_w değeri alüminyum tozu için 3,89 olarak bulunur. Kalıplanması en kolay tozlarda bu değer 2'ye çok yakındır. 4-5 arası değerler ise kalıplanması zor olan tozları ifade eder. Sonuç olarak mevcut tozlar kalıplama için partikül boyutu açısından elverişli olmakla birlikte, partikül boyut dağılımı açısından çok uygun olmasa dahi kabul edilebilir sınırlar içindedir.

4.3 TG-DTA Analizleri

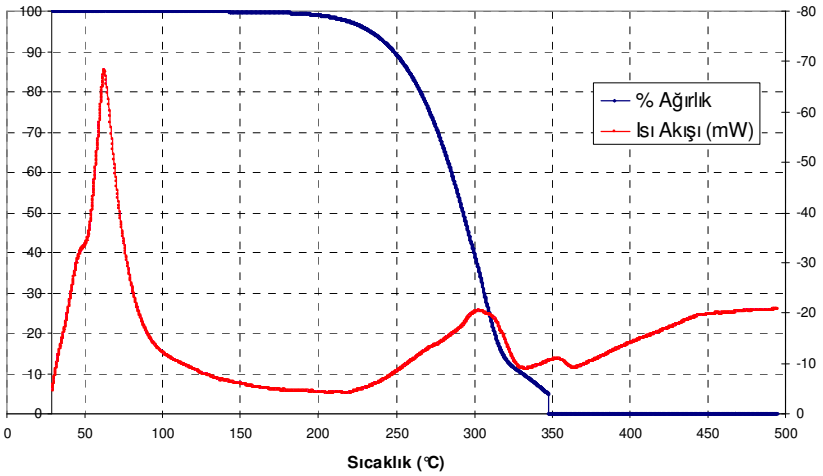
Ön karakterizasyonun son aşamasında, aşağıda enjeksiyon kalıplama deneylerinde kullanılan ve kullanılması düşünülen birtakım polimer bağlayıcı malzemelerle enjeksiyon kalıplanmış parçaların bağlayıcı uçurma sırasında yumuşama, ergime ve degrade olma/yanma sıcaklılarını belirlemek üzere Perkin Elmer Diamond TG/DTA cihazı yardımıyla hazırlanan Termogravimetrik Analiz (TG) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) grafikleri görülmektedir. Ayrıca TiH_2'nin de köpükleşme sırasındaki bozunma davranışını belirlemek üzere yine TG-DTA analizi yapılmıştır.



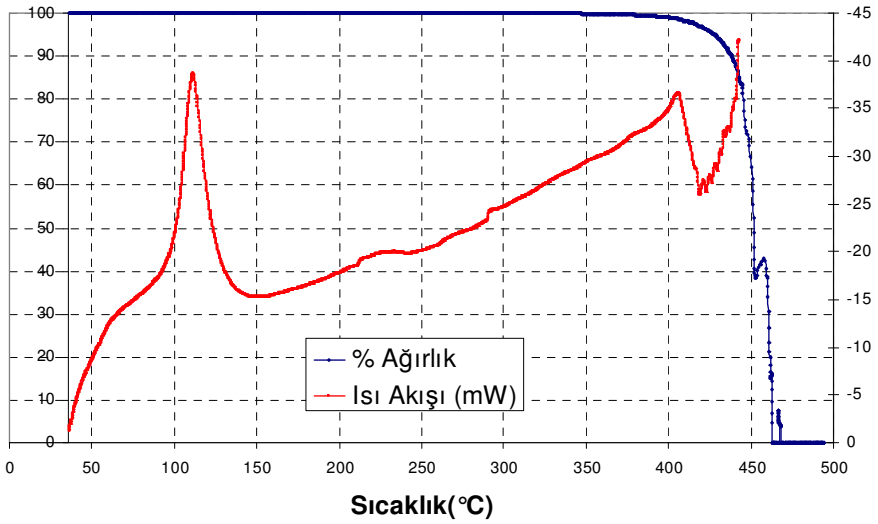
Şekil 4.2: TiH_2'nin Azot atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.

Şekil 4.2'de TiH_2 300°C'de bir reaksiyon vermiştir. Bu reaksiyon literatürdeki gibi titanium hidrürün TiH_x'e ($0,7<x<1,1$) parçalanma reaksiyonu olarak yorumlanmıştır

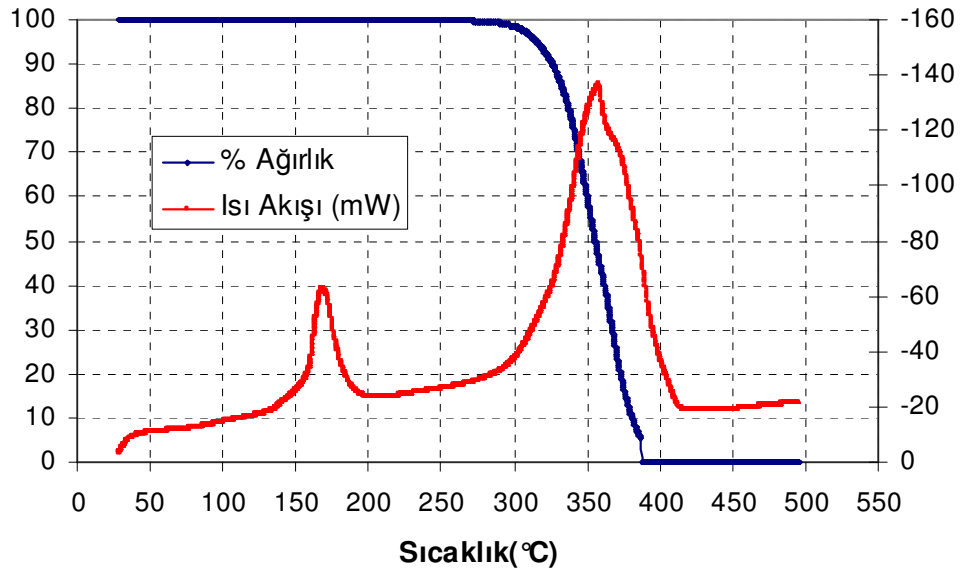
[51]. Ağırlıktaki artış ise oksitlenme reaksiyonunun bir sonucudur. 390°C'deki ikinci kırılma da titanium hidrürün bozunmaya başladığı ve titanium hidrürden titanium okside dönüştüğü sıcaklıktır, Matijasevic'in yaptığı çalışmada bu değer 380°C olarak belirlenmiştir [52].



Şekil 4.3: Parafinin Argon atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.



Şekil 4.4: Polietilenin Argon atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.



Şekil 4.5: Poliasetalin Argon atmosferinde 10,00°C/dak. ısıtma hızı ile TG-DTA grafiği.

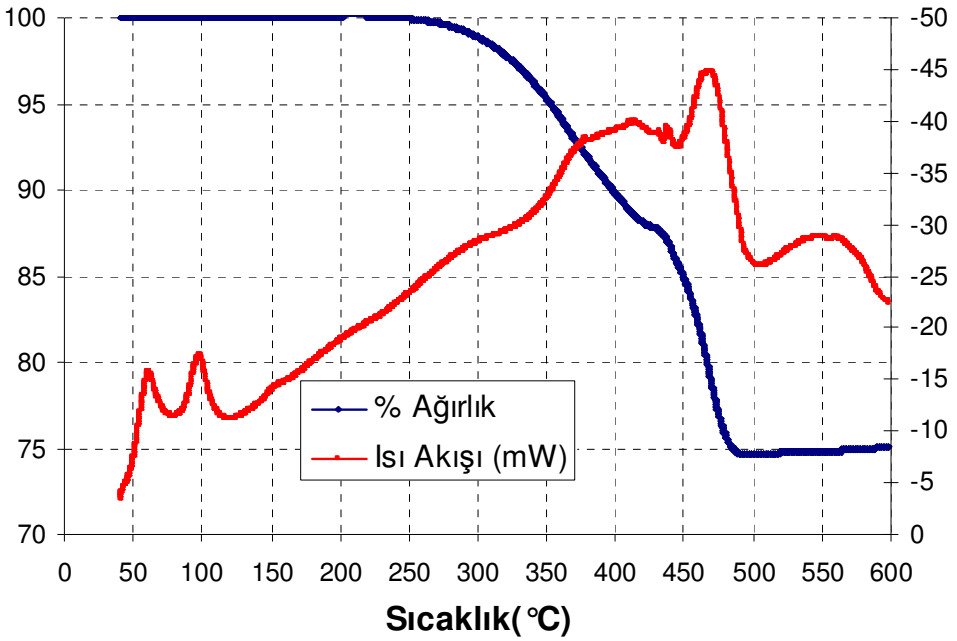
Bu deneyler sonucunda kullanılan polimerlerin ergime ve yumuşama sıcaklıklarının pik değerlerinin yanı sıra, bu reaksiyonların başlama noktaları da kolay bir şekilde belirlenebilmiştir. Bu açıdan enjeksiyon kalıplama ve özellikle de bağlayıcı uçurma aşamasında grafiklerin bu açıdan değerlendirilmesi daha olumlu sonuçlar vermiştir. Şekil 4.3, Şeki 4.4 ve Şekil 4.5'te görülen bu ölçümlerin sonuçları aşağıdaki gibi özetlenebilir.

Tablo 4.3: TG-DTA garfiklerinden çıkan özet sonuçlar.

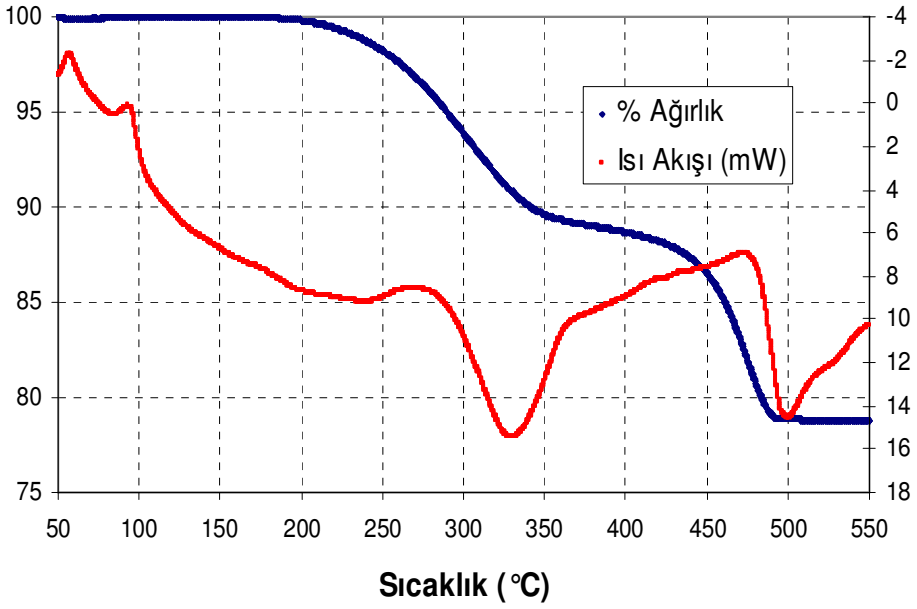
			Degrade Olma/Yanma Sıcaklığı(°C)	
	Yumuşama Sıcaklığı (°C)	Ergime Sıcaklığı(°C)	Başlangıç Değeri	Pik Değeri
Parafin	~40	63	195	305
Polietilen	58	111	~390	410
Poliasetal	~130	169	275	357

Kullanılan polimerlere ayrı ayrı yapılan ölçümlerin ardından enjeksiyon kalıplanmış parçaların bağlayıcı giderme aşamasının daha sağlıklı yapılabilmesi için TG-DTA ölçümleri yine yapılmıştır. Termal uçurma rejimleri bu grafiklere göre belirlenen

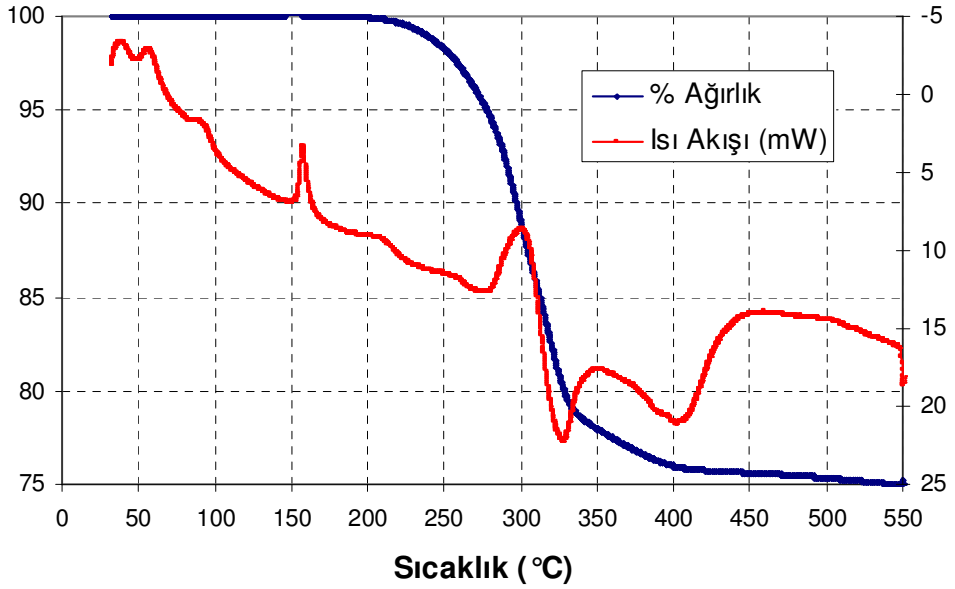
numunelerde, genellikle bağlayıcının degrade olma sıcaklığına karşılık gelen pik değerlerinden ziyade bu pik değerinin ısı akışı çizgisinden ilk sapma anı esas alınmıştır. Bahsedilen bu sapmalar ağırlık değişimi çizgisinde de kırılma şeklinde kendisini göstermiştir (Şekil 4.6, Şekil 4.7 ve Şekil 4.8). Bağlayıcıyı termal olarak giderme rejimleri belirlenirken bu değerlerin kullanılması ile bu aşama daha verimli olmuştur. Bu durum parçanın deformasyon ve çatlaklardan korunması için bağlayıcı bileşenlerinin yapıdan uzun sürede ve oldukça yavaş bir şekilde ayrılması gerektiğini ortaya çıkarmıştır.



Şekil 4.6: Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış hacmen %25 PW-%25 PE-%50 Al(%1.5 wt TiH_2) içeren parçaya ait TG-DTA grafiği.

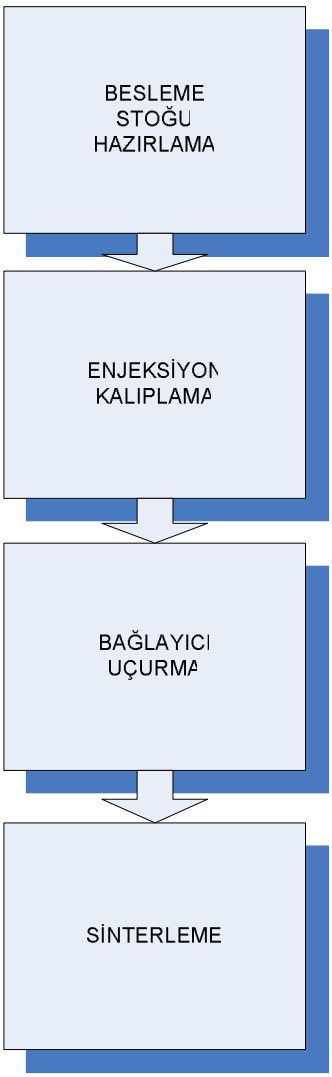


Şekil 4.7: Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış hacmen %21,375 PW %21,375 PE- %2,25 SA - %55 Al(%1.5 wtTiH_2) içeren parçaya ait TG-DTA grafiği.



Şekil 4.8: Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış hacmen %22,05 PW %11,25 PE-%11,25 POM- %0,45 SA-%55 Al(%1.5 wt TiH_2) içeren parçaya ait TG-DTA grafiği.

Deneysel çalışmalarda metal enjeksiyon kalıplamada kompaktlanacak tozlar değişik bağlayıcı bileşimlerinde makinaya beslenecek besleme stoğu haline getirilmiş ve ardından kalıplanmıştır. Daha sonra bağlayıcısı giderilen bu kompaktlar sinterlenmiş ve porozite ve iç yapı analizleri yapılmıştır. Deneyin genel akış şeması Şekil 4.9'da verilmiştir.



Şekil 4.9: Deney akış şeması.

4.4 Besleme Stoğu Hazırlama Denemeleri

Metal enjeksiyon kalıplama makinasında kalıplanmak üzere çeşitli bağlayıcı bileşimleri ve oranları içeren dört adet besleme stoğu hazırlanmıştır (Tablo 4.4).

Bağlayıcılar parafin gibi düşük ergime ve buharlaşma noktalı, polietilen ve poliasetal gibi yüksek ergime ve degrade olma sıcaklığına sahip polimerler içermektedir. Ayrıca stearik asit de bazı bileşimlere toz ve bağlayıcı arasında köprü kurup viskoziteyi düşürerek, karıştırma ve enjeksiyon kalıplamaya olası kolaylaştırıcı etkisini görmek amacıyla dahil edilmiştir. Besleme stoğunda alüminyum tozu ağırlıkça %1,5 TiH_2 içermektedir.

4.4.1 Toz ve Bağlayıcı Karıştırma

Alfa Aesar'dan alınan %99,5 oranında saf 12 μm ortalama toz boyutuna sahip Al ve % 99 oranında saf 17 μm ortalama toz boyutuna sahip TiH_2 tozları tartıldıktan sonra santrifüjlü toz karıştırma cihazında 45 devir/dak. ile yarım saat karıştırılmıştır. Ardından önce stoğa eklenecek bağlayıcılar ergitilmiş, daha sonra azar azar toz karışımı eklenmiş ve karıştırılmıştır. Karışım düz ve temiz bir yüzeye döküldükten sonra katılaşması ve soğuması için bir süre bekletilmiştir.

4.4.2 Peletleme

Soğuyan besleme stoğu pelet boyutları makineye beslenebilecek boyuta gelinceye kadar agat havanında öğütülmüştür. Bu peletler ortalama bir pelet boyutuna göre değil, en büyük pelet boyutuna göre granül haline getirilmiştir. Şekiller 4.10-4.13'de hazırlanan peletlerden A, B, C ve D besleme stoklarına ait olanları görülmektedir.



Şekil 4.10: A kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek.



Şekil 4.11: B kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek.



Şekil 4.12: C kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek.



Şekil 4.13: D kodlu besleme stoğuna ait peletlere örnek.

4.5 Metal Enjeksiyon Kalıplama Denemeleri

Enjeksiyon kalıplama makinesinde bir karışımı temsil edecek parçaların kalıplanması için ortalama 200 ml pelete ihtiyaç duyulmuştur. Bu bakımdan yapılan denemelerde ilk aşamada çıkan parçalar parti sonlarında makineyi temizlemek üzere kullanılan polipropilen içerdiği için deneylerde kullanılmamıştır. Son çıkan parçalarda makineye polipropilen beslenmediği için son kalıplanan parçalar da deneylerde kullanılmıştır.

Tablo 4.4: Bağlayıcıların kompozisyonları ve besleme stoğunun katı yükleme oranları.

Besleme Stoğu Kodu	Bağlayıcı Bileşimi (% hacim)	Katı Yükleme (% hacim)
A	100 PW	50
B	50 PE - 50 PW	50
C	47,5 PE - 47,5 PW - 5 SA	55
D	49 PW - 25 PE - 25 POM-1 SA	55

Presleme sıcaklıkları besleme stoğunun ergime sıcaklığına göre değişim göstermektedir. Tablo 4.1'de görülen besleme stokları kalıplanmak üzere uygun pelet boyutlarında Arburg marka metal enjeksiyon kalıplama makinesine beslenmiştir (Şekil 4.14). Kalıplama sırasında A kodlu besleme stoğu sonsuz vida sisteminde ilerleyememiş ve kalıplanamamıştır. Cihaz temizlendikten sonra B, C, D kodlu besleme stokları Tablo 4.5'de görülen ve besleme stoğunun en verimli şekilde kalıplandığı parametrelerle çeşitli geometrik şekillerde kalıplanmıştır (Şekil 4.15). Bu parametrelerden kalıplama basıncı dışındakilere el ile müdahale yapılabilmektedir. Kalıplama basıncını ise cihaz kendisi belirlemektedir. Kalıplamadan çıkan parçaların bazılarında çatlak ve boşluklar gibi hatalar gözlenmiş ve parametreler yeniden belirlenerek kaydadeğer bir hata içermeyen parçalar üretilmiştir. Bazı parçalar ise makineden çıkınca el ile kırılmış ve kalıplama sırasında ilk belirlenen sıcaklık ve basınç parametreleri nedeniyle homojenliğini yitirdiği görülmüştür. Bu durum parçaların yolluklarının kırılınca iç tarafının gevrek olup dış tarafında kırılmayan bir polimerce zengin bölge olmasından anlaşılmıştır. Parametreler tekrar belirlenerek tamamen gevrek olarak kırılan boşluksuz parçalar deneylerde kullanılmıştır.

Tablo 4.5: Metal enjeksiyon kalıplama parametreleri.

	B	C	D
Kalıplama Sıcaklığı (°C)	165	180	175
Kalıplama Basıncı (bar)	750	1400	730
Ütüleme Basıncı (bar)	400	650	400
Kalıp Sıcaklığı (°C)	60	60	60
Soğutma Süresi (sn)	10	10	10
Uygulanan Kuvvet (kN)	25	25	35

Polimerlerin ergime noktaları DTA (Diferansiyel Termal Analiz) ile belirlenmiş ve bu değerler enjeksiyon kalıplamada herbir besleme stoğu için belirlenmesi gereken sıcaklık değerleri açısından fikir vermiştir.



Şekil 4.14: Metal Enjeksiyon Kalıplama Makinesi.



Şekil 4.15: Enjeksiyon kalıplanmış parçalar.

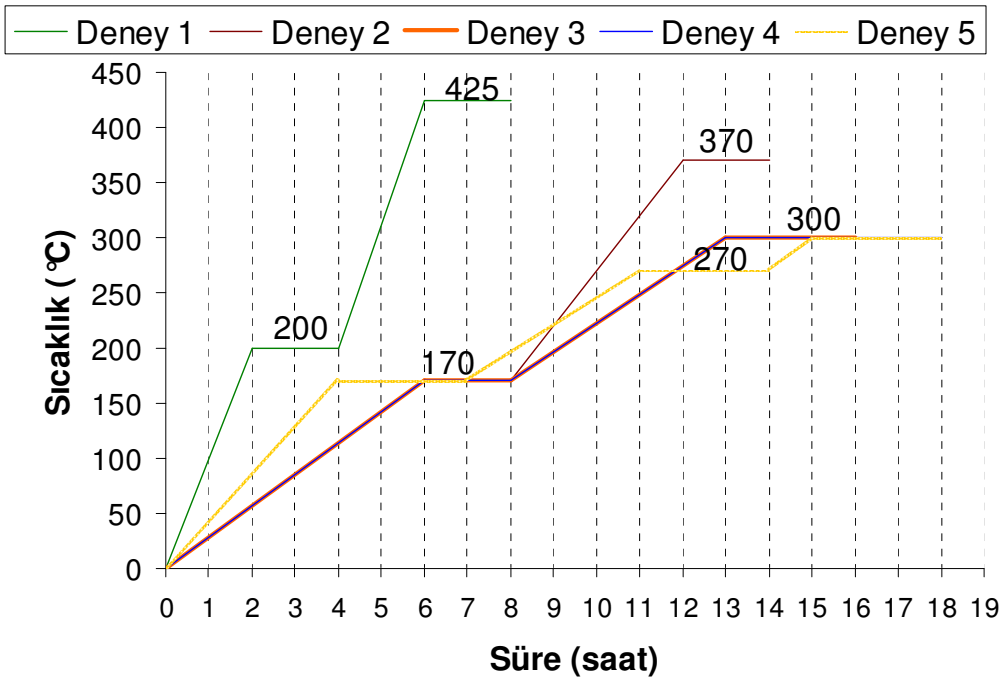
4.6 Bağlayıcı Uçurma Denemeleri

Bağlayıcıları parçalardan uzaklaştırmak ve sinterlenmeye hazır, boyut oranları korunmuş, düzgün yüzeyli gri parçalar elde etmek üzere eldeki besleme stokları için en verimli bağlayıcı uçurma yöntemi belirlenmeye çalışılmıştır. Buna göre termal yöntem ve solventte çözme yöntemleri denenmiştir.

4.6.1 Termal Uçurma Deneyleri

Metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanmış parçalar Nabertherm marka kademeli fırında bağlayıcı uçurma işlemine tabi tutulmuştur. B bağlayıcısı içeren numuneler hem olduğu gibi hem de alümina tozunun içine gömülerek fırına konulmuştur.

Parçalardaki bağlayıcılar çeşitli sıcaklık ve sıcaklık artış hızları ile yapıdan uzaklaşmıştır. Ortaya çıkan sonuçlara göre en uygun bağlayıcı uçurma grafiği belirlenmiştir.



Şekil 4.16: Kalıplanmış numunelerin termal uçurma rejimleri.

B bağlayıcısı Şekil 4.16'deki 1, 2, 3 ve 5 numaralı rejimlere göre fırında bekletilmiştir. Numune çıkarıldıktan sonra içindeki bağlayıcının yanarak numuneyi deforme ettiği ve yayıldığı gözlenmiştir. Buna göre 1'de 425°C'lik sıcaklığın polietilen için çok fazla olduğuna karar verilmiştir. 2'de ise sıcaklık ve sıcaklık artış hızı düşürülmüştür. Bu sefer polimerlerde herhangi bir yanma reaksiyonuna rastlanmamıştır. Fakat numune boyutlarını koruyamamış ve yine bulunduğu yüzeye yayılmıştır (Şekil 4.17-a). Fırın sıcaklığı ~200°C civarında seyrederken B ve C bağlayıcısı içeren numuneler boyutlarını koruyamadıklarından diğer tüm deneyler numunelerin alümina tozunun içine gömülmesi ile tamamlanmıştır (Şekil 4.17-b). Buna göre 3 numaralı rejim yeni yöntemle tekrarlanmıştır. Fakat Şekil 4.18-a'dakine

benzer deformasyonlara tekrar raslanmıştır. 4. rejimde deformasyon oranı azalmasına rağmen tamamen ortadan kaldırılamamıştır.



Şekil 4.17: Serbest halde fırında yayılan numune (a) ve termal uçurma sırasında parçaları deformasyondan korumak amacıyla beher içindeki alumina tozuna gömme yöntemi (b).

D bağlayıcısı ile kalıplanmış parçalarda termal uçurmada yüzeydeki pürüzlülük dışında deformasyon ve çatlaklara rastlanmamıştır (Şekil 4.18-b). Sıcaklık rejimi Şekil 4.16'deki 5 numaralı rejimdir.



Şekil 4.18: Termal uçurma sırasında B ve C bağlayıcılarıyla kalıplanmış parça (a) ve D besleme stoğu ile kalıplanmış ve tüm bağlayıcısı termal olarak giderilmiş numune (b).

4.6.2 Solventte Çözme Deneyleri

Sadece termal yöntemle bağlayıcısı giderilen B bağlayıcılı parçalarda deformasyonlar gözlendiğinden numuneleri ilk once solventte çözme yöntemine başvurulmuştur. Buna göre parça içindeki bağlayıcı bileşenlerinin birini çözerken diğerini çözmeyen bir çözücü olarak heptan seçilmiştir. Deneyler sağlığa zararlı etkileri bulunan heptanın solunmaması için yıkamalı çeker ocakta, sıcaklığı

sabitleyebilen bir ısıtıcı yardımıyla numunelerin beher içindeki çözücüde bekletilmesiyle yürütülmüştür (Şekil 4.19).



Şekil 4.19: Çeker ocaktaki solventte çözme düzeneği.

Tablo 4.6'da değişik sıcaklık ve sürelerde çözücü içinde bekletilmiş numunelerdeki parafinin yaklaşık uzaklaşma yüzdeleriyle birlikte işlem sonrasında parçaların deformasyon veya çatlak durumları görülmektedir. Sonuçta diğer tüm deneylerde parafin yeterince çözülememiş veya çatlaklı numuneler elde edilmiştir (Şekil 4.20). Sıcaklığın artmasıyla da numunelerdeki çatlak oluşma oranının arttığı [53] görülmüştür. Fakat 50°C'de 3 saat bekletilen numunelerde hem parafin tamamen çözünmüş, hem de parça herhangi bir deformasyon veya çatlak içermemiştir.

Tablo 4.6: A ve B besleme stoğu ile kalıplanmış parçalardaki parafini solventte çözme koşulları.

Çözücü miktarı (ml)	Çözücü türü	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	Parafinin Uçma yüzdesi	Deformasyon / Çatlak	Bağlayıcı Bileşimi
100	n-heptan	50	1	70	yok	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	50	2	80	yok	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	50	3	100	yok	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	55	1	70	yok	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	55	2	90	kısmen	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	55	3	100	var	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	60	1	90	var	%50 PE-%50 PW
100	n-heptan	50	1	50	var	%100 PW

Solventte 50°C'de 3 saat bekletilen numuneler daha sonra geriye kalan polietilenin de yapıdan uzaklaşmasını sağlamak için kademeli fırında atmosfer ortamında 4 saatte 300°C'ye çıkarılmış ve 3 saat bekletilmiştir.



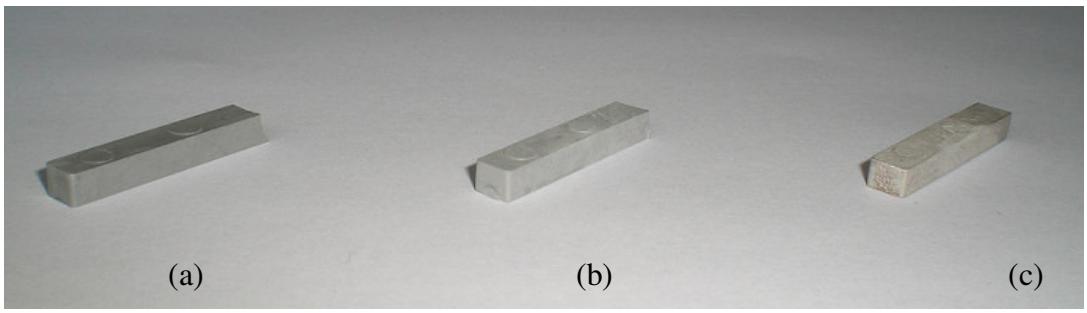
Şekil 4.20: Solventte uygun olmayan koşullarda bekletilen numunedeki çatlaklı görüntü.

Polietilenin yaklaşık %70 oranında uzaklaşması sonucunda fırında bekletme süresi yeni numuneler için 5 saate çıkarılmıştır. Bu durumda polietilenin neredeyse tamamının giderildiği gözlenmiştir (Tablo 4.7).

Tablo 4.7: Solventte çözme aşamasının ardından termal uçurma denemeleri.

Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	Polietilenin Uçma Yüzdesi	Deformasyon / Çatlak
300	3	~70	yok
300	5	95	yok

Karataş ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada olduğu gibi, bağlayıcıları önce bir çözücüde çözmek termal yönteme göre çok daha kısa sürmüştür [54]. Numunelerde solventte çözme ve termal uçurmadan sonra herhangi bir çarpılma ve çatlağa rastlanmamasının ardından numunelerin artık sinterlenmeye hazır hale geldiğine karar verilmişitir (Şekil 4.21).



Şekil 4.21: B ve C bağlayıcısı ile kalıplanmış numunelerin (a) solventte çözmenin ardından (b) kalan polimerin termal olarak çözünmesi sonucu (c) renk ve şekillerinin görünüşü.

4.7 Köpükleşme Deneyleri

Yapılan bağlayıcı uçurma denemelerinde hem sadece termal uçurma ve hem de solventte çözmenin ardından termal uçurma koşulları için belirlenen en uygun koşullara göre numuneler Nabertherm marka fırında 700-750-800°C'de hava atmosferinde 1 saat boyunca bekletilmiş ve yapıdaki poroziteler kıyaslanmıştır. Bağlayıcı uçurma yöntemine göre yapıda meydan gelen hata ve kusurlar incelenmiş ve nedenleri irdelenmiştir. Şekil 4.22'de sinterlenen numunelerden bir örnek görülmektedir.



Şekil 4.22: Sinterlenmiş numune.

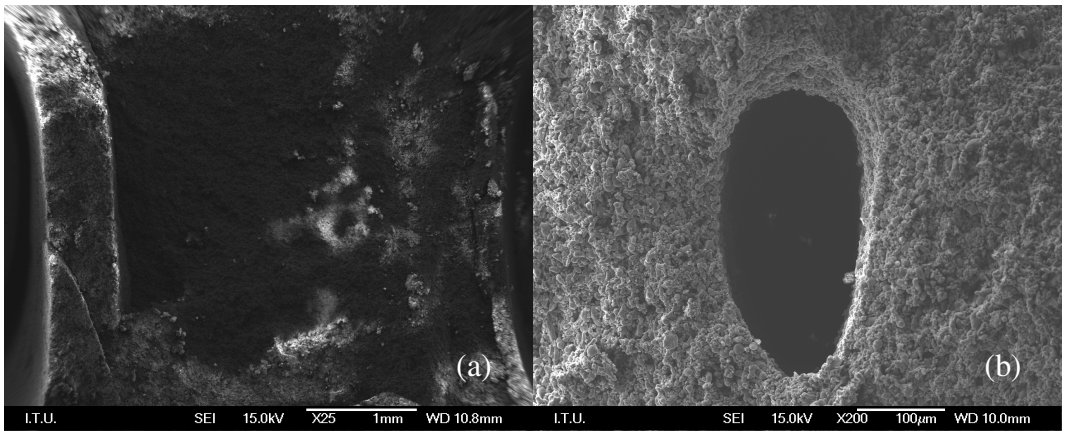
4.8 SEM Analizi

Alüminyum tozları, bağlayıcısı uçurulmuş ve 700-750-800°C'de hava atmosferinde 1 saat boyunca bekletilmiş kompaktlar JEOL JSM 7000F marka taramalı electron mikroskobu yardımıyla görüntülenmiştir. Önce aluminyum ve TiH_2 tozlarının görüntüleri JEOL JSM 5410 model taramalı electron mikroskobuyla alınmıştır (Ek A). Buna göre aluminium tozları partikül boyut analizindeki sonuçlarla parallel olarak yuvarlak köşeli ve ama şekilsiz partikül yapısında olup, TiH_2 tozları da eşeksenli ve hem yuvarlak hem de açılı partüküllere sahiptir.

Sonuç itibariyle optimum bağlayıcı uçurma koşulları olarak 50°C'de 100 ml heptan çözeltisinde 3 saat, ardından 300°C'de 5 saat termal uçurma işlemi olarak belirlenmiştir. Belirlenen bu optimum koşullarda bağlayıcı uçurma işlemi yapılmış numunelerin hem sinterlenmeden, hem de 700-750-800°C'de sinterlendikten sonra taramalı elektron mikroskobu görüntüleri alınmıştır. Buna göre yapıdaki boşluk, porozite, çatlak ve deformasyonlar belirlenmiştir.

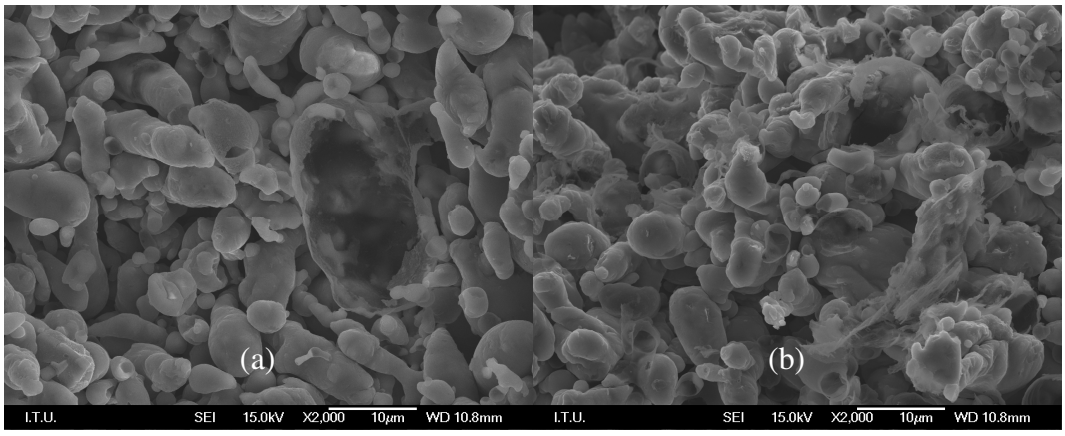
Bağlayıcı giderme deneylerinde numuneleri ilk önce solventte çözerek parafini ayrıştırmak ve daha sonra geri kalan polimeri ayrıştırmak için termal uçurma işlemi yapmak boyut toleranslarının ve yüzey kalitesinin büyük ölçüde korunmasına yardımcı olmuştur. Ne var ki bu yöntem geri kalan bağlayıcı bileşenlerinin termal olarak yapıdan uzaklaştırılmasının ardından numunelerde yüzeye paralel çatlakların oluşmasına neden olmuştur (Şekil 4.23-a). Diğer yandan bağlayıcıyı sadece termal yöntemle gidermek yapının içinde meydana gelen makro gözenekler gibi daha büyük hatalara yol açmıştır (Şekil 4.23-b).

Taramalı electron mikroskobu görüntülerine göre partiküllerin birbiriyle bağ yaptıkları bariz bir şekilde gözlenmemiştir. Alüminyumun sinterlenmesi de sonuç itibariyle yüzeyinde termodinamik olarak kararlı oksit tabakası nedeniyle karmaşık bir prosestir. Deneylerin nitrojen veya argon atmosferi yerine atmosferde yapılması bunun en önemli sebebi [55] olarak düşünülmüştür.



Şekil 4.23: Önce solventte çözünmüş numunelerde görülen hata (a) ve termal yöntemle bağlayıcısı giderilmiş numunedeki boşluk (b).

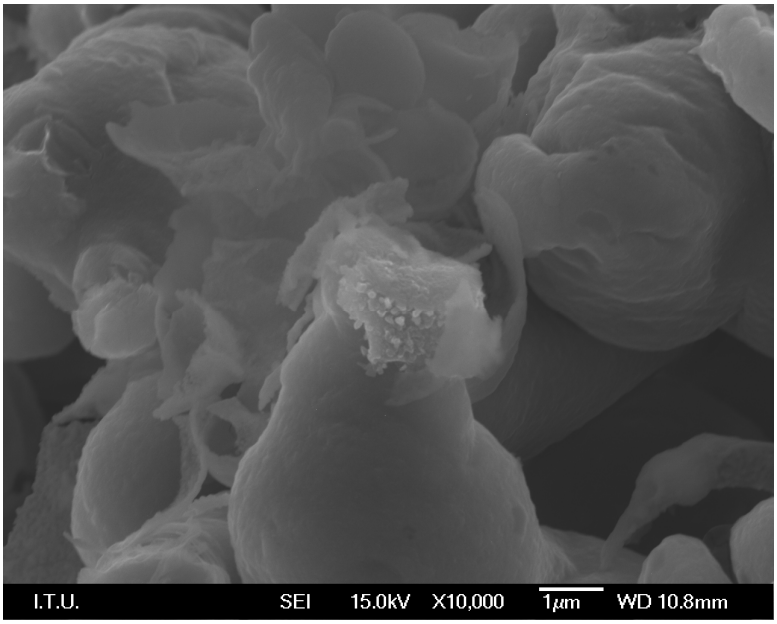
Bağlayıcısı giderilen numunelerin sinterleme sıcaklıkları arasında yapı içinde oluşan gözeneklerin sıklığı açısından farklar mevcuttur. 800°C'de sinterlenen numunede (Şekil 4.24-b) 700°C'ye göre sinterlenen numuneye göre daha çok sayıda gözenek vardır (Şekil 4.24-a).



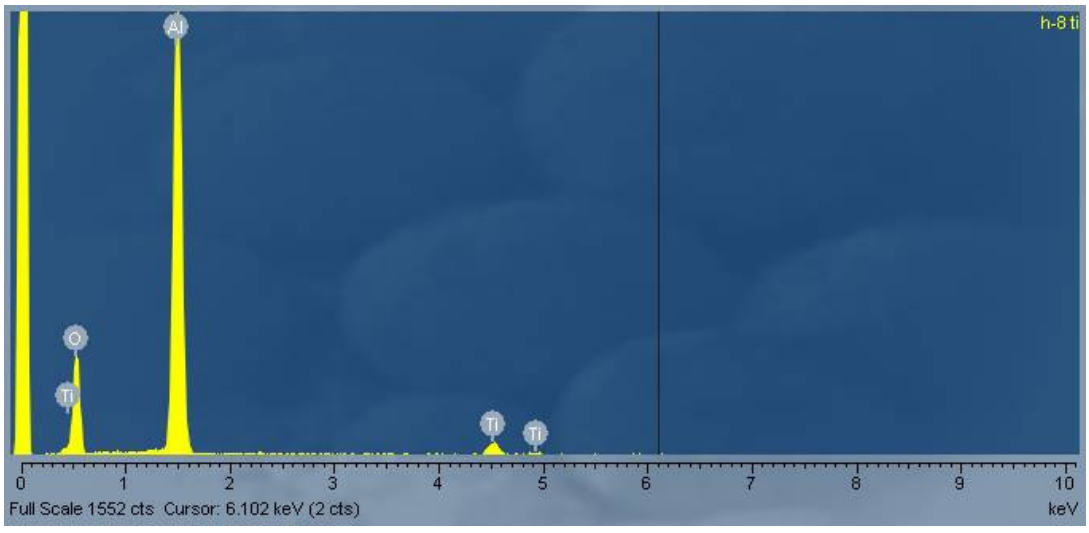
Şekil 4.24: Solvent ve termal uçurmadan sonra 700°C'de (a) ve 800°C'de (b) sinterlenmiş numuneler.

4.9 EDS Analizleri

Sinterlemeden sonra numunedeki titanyum partikülleri EDS analizi Oxford/Inca marka enerji dağılım spektrometresi cihazı yardımıyla bulunmuştur. Şekil 4.25'deki görüntünün orta noktasında bulunan partikül Şekil 4.26'daki EDS analizine göre titanium veya titanyumun bir oksiti olarak değerlendirilmiştir.



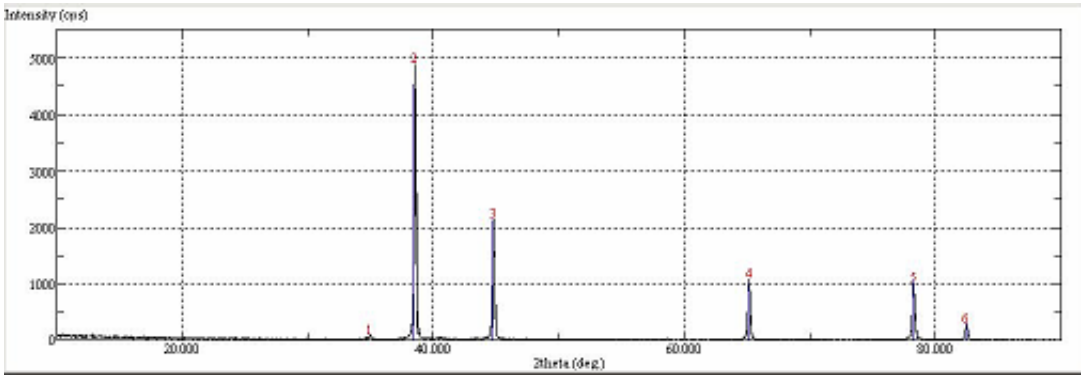
Şekil 4.25: EDS yöntemiyle tespit edilen titanyum oksit partikülü.



Şekil 4.26: Şekil 4.25'deki partikülün olduğu bölgeden çekilmiş elementer analiz verileri.

4.10 X-Işınları Analizleri

İlk önce alüminyum ve TiH_2 tozlarnın X-Işınları analizi yapılmıştır (Ek A.2 ve, Ek A.3). Bu analize göre alüminyuma ait grafikteki tüm piklerin alüminyum metaline ait olduğu anlaşılmıştır. Sinterlenmiş numunelerin X-Işınları Analizleri Rigaku MiniFlex marka cihazda CuKα radyasyonu ile 30 kV 15 mA ile 10-90° rasında dakikada 0,5°/dak. ile yapılmıştır. İlk ölçümler numuneler hem fırından çıktığı şekliyle, hem de toz haline getirilerek yürütülmüştür. Bu ölçümlerde alüminyum dışında başka bir bileşen tespit edilemediğinden ölçümler daha uzun sürede yinelenmiştir. Şekil 4.27'de görülen pikler alüminyum metaline aittir. Yapıda bir element ya da bileşiği tanımlayacak diğer herhangi bir bileşene rastlanmamıştır. Bunun ana nedeni TiH_2'nin yapıda ağırlıkça %1,5 oranında bulunması ve X-Işınları ölçümlerinde genellikle yapının %4'ün daha altında bir oranda bulunan bileşenlerin tespit edilemeyişine bağlanmıştır.



Şekil 4.27: Sinterlenmiş numunenin X-Işınları analizi.

4.11 Porozite ve Yüzey Alanı Ölçümleri

Hem uygun bağlayıcı uçurma işleminin ardından, hem de fırında atmosfer ortamında 800°C'de 1 saat bekletilen numunelerin yüzey alanı ve porozite ölçümleri Quantachrome NOVA 220e BET porozite ve yüzey alanı ölçüm cihazında azot gazı ile 77,35 K sıcaklıkta yürütülmüştür. Buna göre en uygun bağlayıcı giderme işlemi olarak seçilen heptan çözeltisinde 50°C'de 3 saat bekletildikten sonra 300°C'de 5 saat termal uçurma işlemine tabi tutulan numunede 17,97 m^2/g oranında boşluk varken, 800°C'de 1 saat bekletilen numunede bu değer 2,45 m^2/g olarak ölçülmüştür. Bu durum aslında numunelerin köpükleşmeden ziyade sinterlendiğini gösteren bir durumdur. Çalışmanın başlangıcında planlandığı gibi TiH_2 aslında kompakt içinde gözenekler oluşturması rolünü üstlenirken, gereken kompakt yoğunluğuna

ulaşılamaması veya TiH_2'nin bir kısmının da bağlayıcı uçurma sırasında bozunmuş olabileceği arzu edilen gözenekli yapının oluşamamasına neden olmuştur.

5. GENEL SONUÇLAR

Alüminyum metali değişik bağlayıcı kompozisyonları ile metal enjeksiyon makinesinde çeşitli geometrik şekillerde şekillendirilmiştir. Bu bağlayıcılardan alüminyum metalinin kalıplanmasına uygun olanları değerlendirilmiş ve bağlayıcı giderme denemelerine tabi tutulmuştur. Bağlayıcı giderme aşamasında parçalarda çatlak ve deformasyon oluşturan yöntemler elenmiş, herhangi bir deformasyon oluşturmayan yöntemler gözenek oluşturmak amacıyla seçilen sıcaklılarda fırınlarda bekletilmiştir. Buna göre;

- Hacimce % 50 parafin bağlayıcısıyla hazırlanan ve başka bağlayıcı bileşeni içermeyen besleme stoğu (A), metal enjeksiyon kalıplama makinesinde kalıplanamamıştır. (A) bağlayıcısı ile hazırlanan peletlerin yüzeylerinin daha pürüzlü oluşu ve ergime noktası kendinden yüksek başka bir bağlayıcı bileşeni içermemesi nedeniyle peletler henüz sonsuz vida sistemine girerken kısmen ergimiş ve birbirlerine yapışmıştır, dolayısıyla pelet ilerlemesi durmuştur. Yüksek ergime noktası olan polimerleri içeren diğer besleme stoklarında metal enjeksiyon kalıplama sırasında böyle bir sorunla karşılaşılmamıştır.
- Bağlayıcı uçurma işlemini termal yöntemle yapmak sıcaklık artış hızı düşük tutulup, kullanılan polimerlerin cinsine göre kararlaştırılan kademeli sıcaklık artışlarıyla bile işlem sonunda numunelerin şekillerinde bozulmalara yol açmaktadır. Bunun nedeni, polimerlerin genleşme katsayılarının farklı olması da göz önüne alındığında, sıcaklık grafiğinin kademeli olarak ayarlanmasına rağmen tüm bağlayıcı bileşenlerinin aynı anda ısınıp genleşmesine ve böylelikle deformasyona yol açmasına bağlamıştır.
- Hazırlanan besleme stoklarında parafin 50°C'lik heptan çözeltisinde 3 saat bekletilmiş ve hem parafinin tamamen çözünmesi hem de parçanın herhangi bir çatlak veya deformasyon içermemesi sağlanmıştır. Bu aşamada diğer

bileşenler tozları bir arada tutmuş ve ardından gelen termal uçurma aşamasında parafinin bıraktığı boşluklar sayesinde yapıdan daha kolay ayrılmışlardır. Böylece toz hareketleri kısıtlanmış, yapı boyut oranlarını korumuş ve işlem sonunda düzgün bir yüzey elde edilmiştir.

- Hem çözücü kullanılarak yapılan termal uçurma denemelerinin ardından, hem de sadece kademeli sıcaklık artışıyla yapılan termal uçurma denemelerinde fırın sıcaklığı ~200°C civarında seyrederken (B) bağlayıcısı içeren numuneler boyutlarını koruyamamışlardır. Bu sorunu çözmek için diğer tüm bağlayıcı uçurma işlemleri termal uçurma sırasında numunelerin alümina tozunun içine gömülmesi ile tamamlanmıştır. Bu şekilde numuneler boyut oranlarını koruyabilmişlerdir.

- Toz-bağlayıcı karıştırma işlemlerinde kritik katı yükleme oranı önce az miktarda besleme stoğu hazırlanıp karıştırma sırasında daha fazla tozun bağlayıcı içinde karışmadığı nokta tayin edilerek bulunmuştur. Optimum katı yükleme de kritik katı yükleme noktasından hacimce ~%5 daha az toz katılmasıyla bulunmuştur. Bu oran stearik asit kullanılan besleme stoklarında (C ve D) %55, stearik asit kullanılmayan besleme stoklarında (A ve B) ise %50 olarak tayin edilmiştir.

- Bağlayıcılarda stearik asitin de kullanılması kullanılmadığı durumlara göre karıştırmada kolaylık sağlamıştır.

- Termal uçurma sonrasında numunelerde istenmeyen makro poroziteler gözlenmiştir. Solventte çözündükten sonra geri kalan bağlayıcısı termal yöntemle giderilen numunelerde ise yüzeye paralel çatlaklar gözlenmiştir.

- Yapılan SEM incelemelerine göre sinterleme sıcaklığı arttıkça oluşan gözeneğe benzer yapılar artmıştır. Bu durum numunelerin sıcak ortama derhal konmasıyla titanyumhidrürün bozunurken hidrojenin yapıdaki gözeneklerden daha azının kaçması ve dolayısıyla daha çoğunun por oluşturmasına bağlanmıştır. Ne var ki porozite ölçüm sonuçları bu durumun tamamen tersini kanıtlamıştır. Seçilen en uygun bağlayıcı giderme işleminden sonra yapılan yüzey alanı ölçümlerinde 800°C'de 1 saat bekletilen numunelerden çok daha fazla boşluk gözlenmiştir. Bu durum numunelerin

aslında sinterlendiğinin ve daha yoğun bir yapıya dönüştüklerinin bir göstergesidir.

KAYNAKLAR

[1] **Eşit, F.**, 2006. Soğuk ve Sıcak Haddelenmiş Alüminyum 6016 Alaşımının Kaynak Davranışları ve Kalıntı gerilme Analizi, *Yüksek Lisans Tezi,* İ.T.Ü. , Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[2] The International Aluminum Institute, 2008, Story of Aluminum, <http://www.world-aluminium.org/About+Aluminium/Story+of>

[3] **Askeland, D.R.,** 1998. Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri, Cilt 1, Nobel Yayın Dağıtım.

[4] **German, R. M.,** 1997. Powder Metallurgy Science, 2. Baskı, MPIF.

[5] **Weir, C. L. and Mendosa, L. E.,** 1975, Introduction to Injection Molding, T C Press.

[6] **Li, Y., Liu, X., Luo, F. and Jian-ling, W.E.,** 2007. Effects of surfactant on properties of MIM feedstock, *Trans. Nonferrous Met.SOC China,* **171-8.**

[7] **Barriere, T., Gelin, J.C. and Liu, B.,** 2002. Improving Mold Design and Injection Parameters in Metal Injection Molding by Accurate 3D Finite Element Simulation, *Journal of Material Processing Technology*, 518-524.

[8] **Li, Y., Jiang, F., Zhao, L. and Huang, B.,** 2003. Critical thickness in binder removal process for injection molded compacts, *Materials Science and Engineering,* **A362***,* 292–299.

[9] **Boney, A., Mathew and Mastromatteo, R.,** 2001. Metal Injection Molding for Automotive Applications, *MIM Focus*, 32-35, SAE Coference, Brasil.

[10] Plastics timeline, 5 Nisan 2008, <http://plastics.inwiki.org/Plastics_Timeline>

[11] **Ballard, C. and Zedalis, M.,** 1998. Advances in Polymer Injection Molding, *Antec 1998,* 358-361.

[12] **Edirisinghe, M. J. and Evans, G. R. G.,** 1987. Properties of Ceramic Injection Moulding Formulations, Part 1: Melt Rheology, *Journal of Materials Science*, **22**, 269–277.

[13] **Agote, I., Odriozola, A., Gutierrez, M., Santamarı, A., Quintanilla, J., Coupelle, P., and Soares, J.,** 2001. Rheological Study of Waste Porcelain Feedstocks for Injection Moulding, *Journal of the European Ceramic Society,* **21***,* 2843–2853.

[14] American Institute of Physics, Morrison, Faith A., "What is rheology anyway?", 4 Nisan 2008, <http://www.aip.org/tip/INPHFA/vol-10/iss-2/p29.html>

[15] Malvern Instruments, 2008. Viscoelastic Properties of Polymer Melts, <http://www.malvern.com/LabEng/products/iwtm/rheological_polymers.htm>, 5 Mart 2008.

[16] **Huang, B., Liang., S. and Qu, X.,** 2003. The Rheology of Metal Injection Molding, *Journal of Materials Processing Technology,* **137***,* 132–137.

[17] **German, R.M. and Bose, A.,** 1997. Injection Molding of Metals and Ceramics, MPIF, New Jersey.

[18] **Iaccocca, R. G.,** 1994. A critical assesment of characterisation test needed to support PIM component fabrication, *Reviews in Particulate Materials*, **2**, 314

[19] Form Physics, www.formphysics.com/dsignguide.htm,7 Nisan 2008.

[20] **Setasuwon, P., Bunchavimonchet, A. and Danchaivijit, S.,** 2007. The Effects of Binder Components in Wax/Oil Systems for Metal Injection Molding, *Journal of Materials Processing Technology*, **7.**

[21] **Li, Y., Jiang, F., Zhao, L. and Huang, B.,** 2003. Critical thickness in binder removal process for injection molded compacts, *Materials Science and Engineering,* **A362***,* 292–299.

[22] **Goodall, R., Despois J.-F., Marmottant, A., Salvo, L. and Mortensen, A.,** 2006. The Effect of Preform Processing on Replicated Aluminium Foam Structure and Mechanical Properties, *Scripta Materialia 54*, 2069– 2073.

[23] **Banhart, J. and Weaire, D.**, 2002. On the Roag Again: Metal Foams Find Favor, *Physics Today,* 37-42

[24] **Yu, H., Yao, G., Wang, X, Liu, Y. and Li, H.,** 2006. Sound Insulation Property of Al-Si Closed-Cell Aluminum Foam Sandwich Panels, *Applied Acustics.*

[25] **Babcsan, N., Banhart, J. and Leitlmeier, D.,** 2003. Metal Foams – Manufacture and Physics of Foaming, *International Conference "Advanced Metallic Materials" 5-7 November,* Smolenice, Slovakia.

[26] **Banhart, J.** 1999. "Europhys News".

[27] **Khayargoli1, P., Loya, V., Lefebvre, L. P. and Medraj, M.,** 2004. The impact of microstructure on the permeability of metal foams, *CSME Forum*, 220-228.

[28] **Simancik, F**., 2001. Metallic foams – Ultra Light Materials for Structural Applications*, Inzynieria Materialowa,* **5***,* 823-828.

[29] **Girlich, D.,** 2006, Open Pore Metal Foam, Description and Applications

[30] **Wen, C.E., Yamada Y. and Hodgson, P.D.,** 2006. Fabrication of novel TiZr alloy foams for biomedical applications, *Materials Science and Engineering,* **C 26**, 1439 – 1444.

[31] **Baumeister, J., Banhart, J. and Weber, M.,** 1997.Aluminium Foams for Transport Industry, *Materials & Design*, **18**, 217-220.

[32] **Banhart, J.,** 2001. Manufacture, Characterization and Application of Cellular Metal and Metal foams, *Progress in Materials science,* **46**, 559-632.

[33] **Matijasevic, B.,** 2006. Characterisation and Optimisation of Blowing Agent for Making Improved Metal Foams, *Doktora Tezi*, Technischen Universität Berlin.

[34] **Elzey D. M. and Wadley**, **H. N. G.,** 2001. The Limits of Solid State Foaming, *Acta Materialia,* **49***, 849–859.*

[35] **Babscan, N., Leitlmeier, D. and Degischer, H.P.,** 2003. Foamability of Particle reinforced Aluminum Melt, *Werkstofftech,* **34**, 22-29,

[36] **Simancik, F., Behulova K., Bors, L., Banhart, J., Ashby, M.F. and. Fleck, N.A.,** 2001. Effect of Ambient Atmosphere on the Foam Expansion, *Cellular Metals and Metal FoamingTechnology*. MIT-Verlag.

[37] **Banhart, J. and Weaire, D.,** 2002. On the Roag Again: Metal Foams Find Favor, *Physics Today*, 37-42.

[38] **Babcsan, N., Leitlmeier, D. and Banhart, J.,** 2005. Metal Foams—High

Temperature Colloids, Part I. Ex situ analysis of metal foams, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 261, 123–130.

[39] **Banhart, J**., 2006. Metal Foams:Production and Stability, *Advanced Engineering Materials,* 8,No.9.

[40] **Babscan, N., Leitlmeier, D., Degischer H.P. and Banhart, J.,** 2004. The Role of Oxidation in Blowing Particle Stabilized Aluminum Foams, *Advanced Engineering Materials 6,* No.6.

[41] **Ruan, D., Lu, G., Ong, L.S., and Wang, B**.,2007. Triaxial compression of aluminium foams, *Composites Science and Technology,* **67**, 1218-1234.

[42] **Blazy, J.S., Marie-Louise, A., Foresta, S., Chastel, Y., Pineau, A., Awade, A. Grolleron, C. and Moussy**, **F.,** 2004. Deformation and fracture of aluminium foams under proportional and non proportional multi-axial loading:statistical analysis and size effect, *International Journal of Mechanical Sciences,* **46***,* 217–244.

[43] **Simancik, F,, Kovacik, J. and Minarikova, N.**, Deformation and Fracture Mechanism of Aluminium Foams.

[44] **Banhart, J. and Baumeister, J.,** 1998. Deformation characteristics of metal foams *Journal of Materials Science,* **33***,* 1431-1440.

[45] **Lehmhus, D., Banhart, J. and Rodriguez-Perez, M. A.,** 2002. Adaptation of aluminium foam properties by means of precipitation hardening

[46] **Amsterdam, E., De Hosson, J.Th.M., and Onck, P.R.,** 2006. Failure mechanisms of closed-cell aluminum foam under monotonic and cyclic loading, *Acta Materialia,* **54,** 4465–4472.

[47] **Olurin, O.B., Fleck, N.A. and Ashby, M.F.,** 2000. Deformation and fracture of aluminium foams, *Materials Science and Engineering,* **A291**, 136–146.

[48] **Simancík, F., Degischer and Wörz, H.P.,** 1995. Foamed Aluminum-Light Structural and Insulation Material, *H. Euromat '95, Venice/Padua, Italy, 25. - 28 September, Assoziazione Italiana di Metallurgica*, Milano.

[49] **Lu, T. J., Stone, H. A. and Ashby, M. F.,** 1998. Heat Transfer in Open-Cell Metal Foams, *Acta mater.,* **Vol. 46, No. 10**, 3619-3635

[50] **Ma, W.P. and Tzeng, S.C.,** 2007. Heat transfer in multi-channels of closed cell aluminum foams, *Energy Conversion and Management,* **48***,* 1021–1028.

[51] **Bhosle, V., Baburaj, E.G., Miranova, M. and, Salama, K.,** 2003, Dehydrogenation of TiH_2, *Materials and Engineering,* **A356** 190-199.

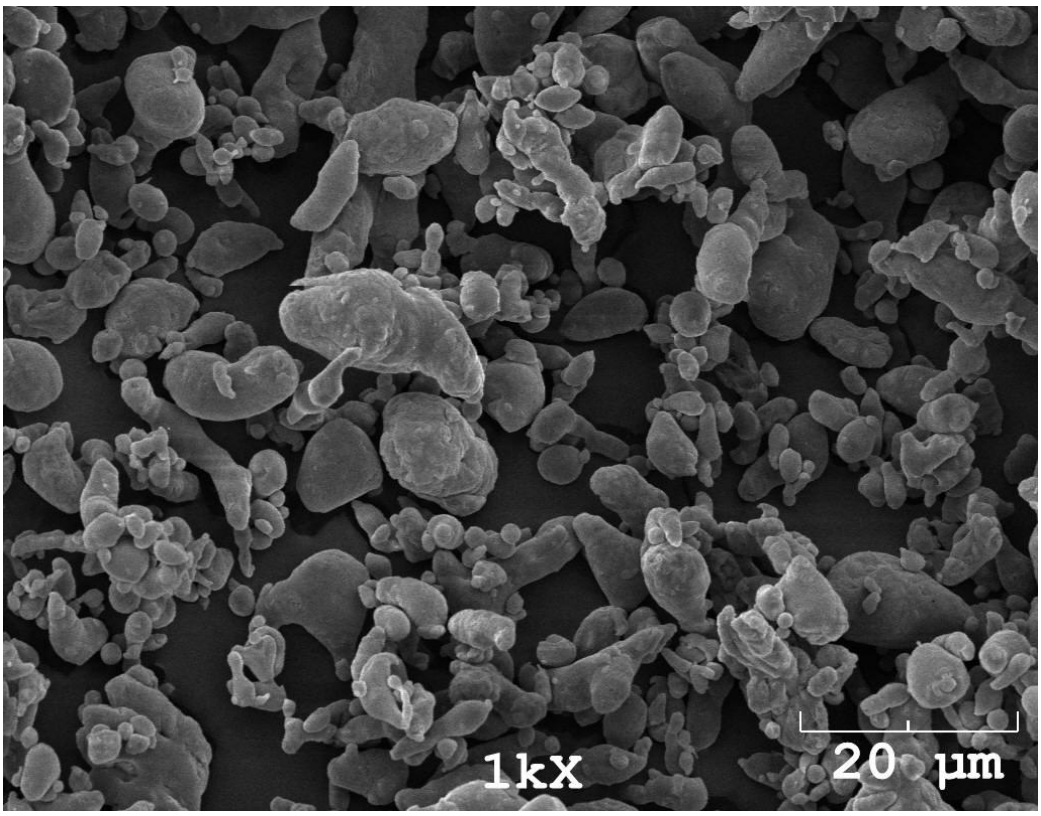
[52] **Matijasevic, B.,** 2006, Characterisation and Optimisation of Blowing Agent for Making Improved Metal Foams, *Doktora Tezi,* Technischen Universitat Berlin.

[53] **Lin, H.K. and Hwang, K.S.,** 1998, In Situ Dimensional Changes of Powder Injection Molded Compacts During Solvent Debinding, *Acta mater.* Vol. 46, **12**, 4303-4309.

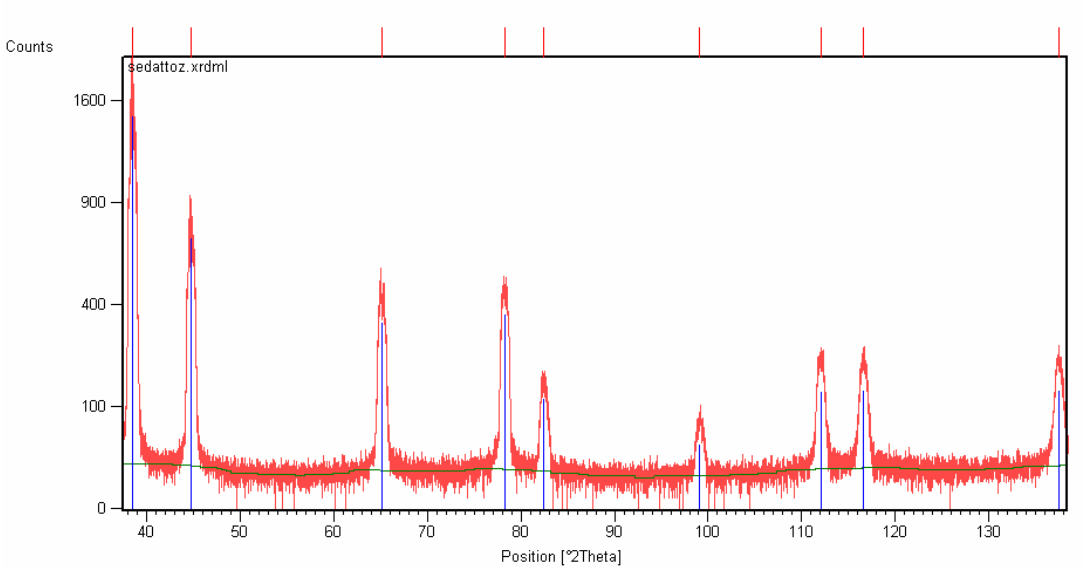
[54] **Gülsoy, H.Ö., Karatas, Ç.,** 2007, Development of poly(2-ethyl-2-oxaline) based water-soluble binder for injection molding of stainless steel powder, *Materials and Design*, **28** 2488–2491.

[55] **Schaffer, G.B., Yao, J.Y., Bonner, S.J., Crossin, E., Pas, S.J. and A.J. Hill,** 2008**,** The effect of tin and nitrogen on liquid phase sintering of Al–Cu– Mg–Si alloys, *Acta Materialia,* **56,** 2615–2624.

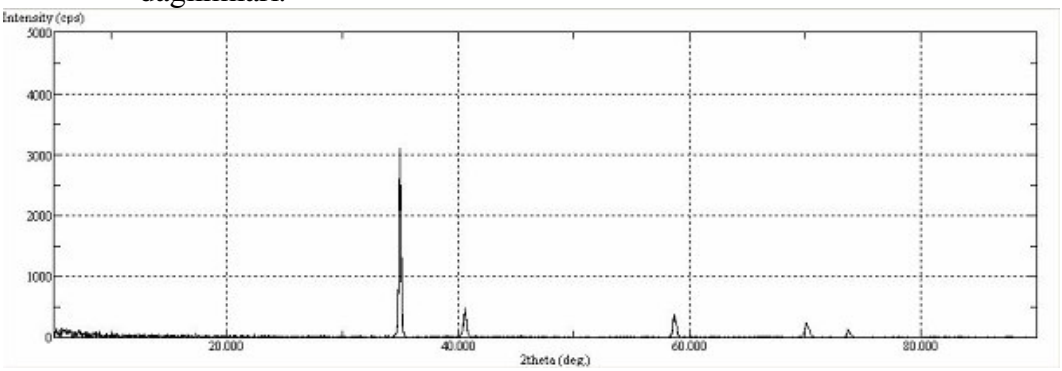
Ek A



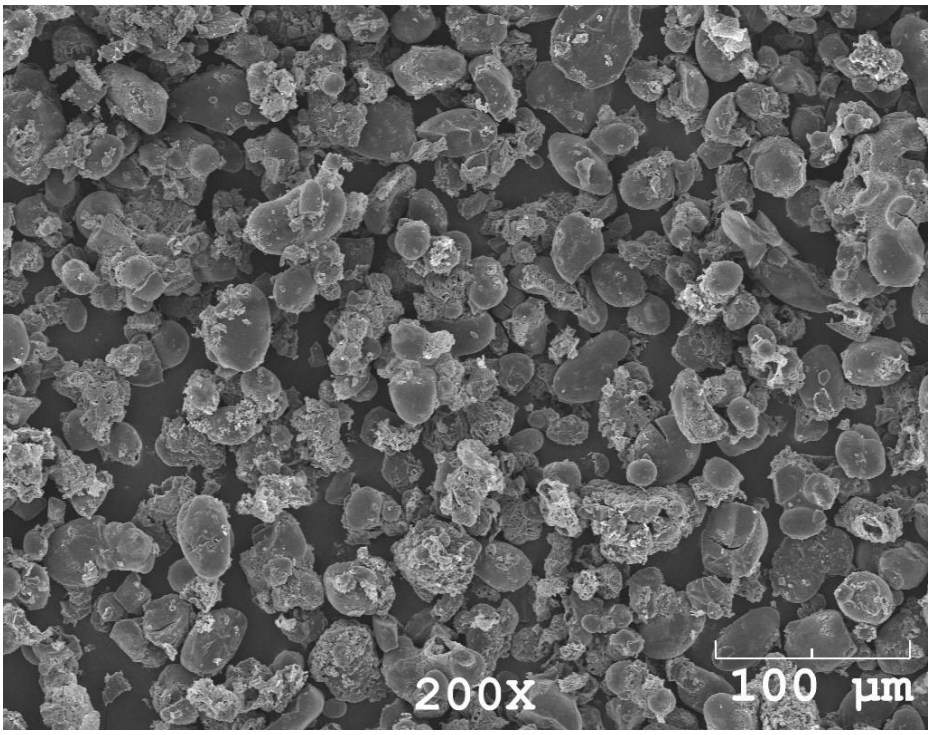
Şekil A.1 Kullanılan Al tozunun 1000 büyütmedeki SEM görüntüsü.



Şekil A.2 Kullanılan alüminyum tozlarının X-Işınları analizinden elde edilen pik dağılımları.



Şekil A.3 TiH_2 tozunun tozlarının X-Işınları analizinden elde edilen pik dağılımları.



Şekil A.4 TiH_2 tozunun SEM görüntüsü.

ÖZGEÇMİŞ

1982 yılında Kütahya'da doğan Sedat İhvan ortaokulu Kütahya Ali Güral Lisesi'nde, liseyi Kütahya Fen Lisesi'nde tamamladı. 2000 yılında İTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Lisans Programını kazandı ve 2005 yılında mezun oldu. Aynı yıl İTÜ Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans Programı'na başlayan Sedat İhvan, 2006 Eylül'de Erasmus Öğrenci Değişim Programı çerçevesinde Eindhoven Teknik Üniversitesi'nde 6 ay araştırmacılık yaptı. Sedat İhvan halen İTÜ'de yüksek lisans tez çalışmasını sürdürmektedir.