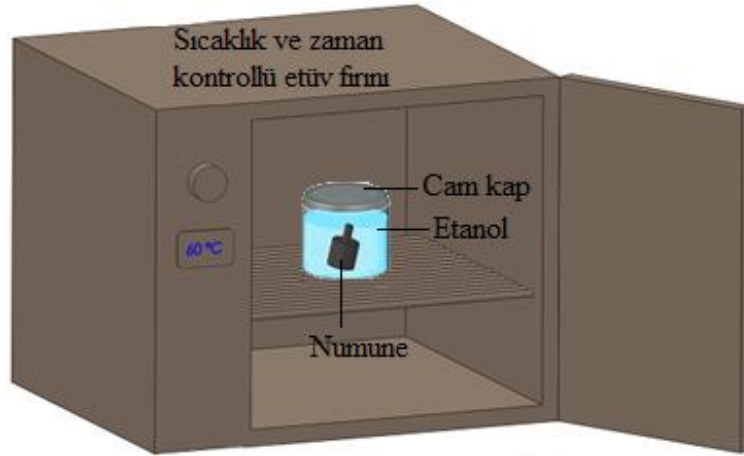


Şekil 1. TEK yöntemi ile hazırlanmış farklı fiziksel özellikteki WC-% 9Co numuneler

Tablo 4. Kalıplanmış numunelerin geometrik özellikleri

| Kalınlık (mm) | Boy (mm) | Yüzey Alanı (mm ²) | Hacim (mm ³) | Ortalama ağırlık (N) | A _y /V oranı (mm ² /mm ³) |
|---------------|----------|--------------------------------|--------------------------|----------------------|---|
| 4,3 | 15 | 231,7 | 217,8 | 14,7 | 1,06 |
| 9,75 | 14 | 578,1 | 1045,2 | 69,6 | 0,55 |
| 12 | 11 | 640,8 | 1244,1 | 84,4 | 0,51 |

Enjeksiyon işleminin ardından numunelerin hassas terazide kütleleri ölçüldükten sonra numunelere kimyasal bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Kimyasal çözündürmeyle bağlayıcı giderme işleminde numuneler, içerisinde etanol bulunan cam kap içerisine yerleştirilmiş ve kabın üzeri kapatılmıştır. Çözündürme işleminde 1 cm³ parça hacmi için 30 cm³ etanol kullanılmıştır. Daha sonra kap fırın içerisinde 60 °C sıcaklıkta farklı sürelerde bekletilmiş ve numuneler kap içerisinden çıkartılarak fırında kurutulmuştur. Kimyasal bağlayıcı giderme sistemi şematik olarak Şekil 2’de verilmiştir. Bu işlemlerin ardından numunelerin kütleleri tekrar ölçülerek sürenin ve parça boyutlarının bağlayıcı gidermeye etkileri incelenmiştir. Deney tasarımı Tablo 6’da verilmiştir.



Şekil 2. Kimyasal bağlayıcı giderme sistemi

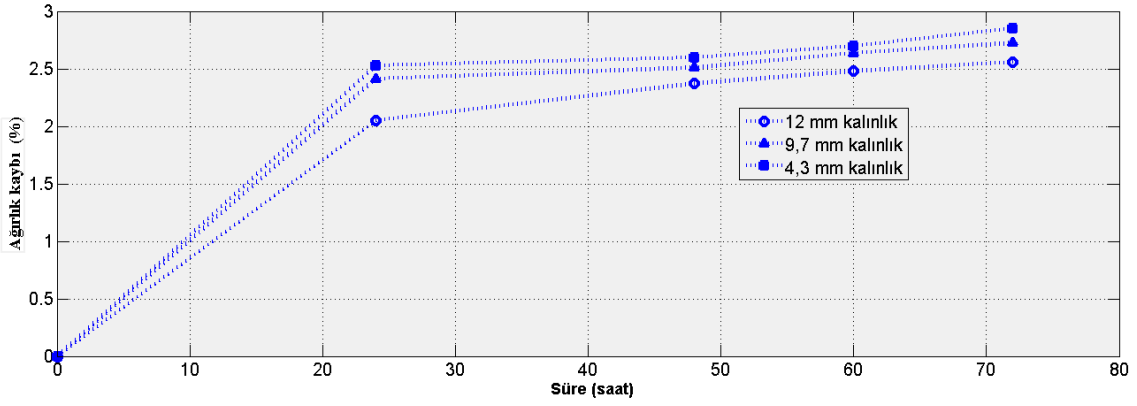
Tablo 6. Deney tasarımı

| Kalınlık (mm) | 4,3 | 9,75 | 12 |
|---------------------|-----------------------------------|------|----|
| Deney Süresi (saat) | 24 | 24 | 24 |
| | 48 | 48 | 48 |
| | 60 | 60 | 60 |
| | 72 | 72 | 72 |
| | Sıcaklık: 60 °C, Kimyasal: Etanol | | |

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1. Bağlayıcı Ayırma Süresinin Parça Ağırlık Kaybına Etkisi

Kimyasal bağlayıcı ayırma işleminde bekleme süresinin fazla olması numunenin çözücü ile daha fazla etkileşim kurması anlamına gelmektedir. Dolayısıyla çözücü, bağlayıcıyı çözmek için daha fazla zaman bulur ve daha çok miktarda bağlayıcı ayrışmaktadır. Şekil 3'te görüldüğü gibi 72 saat bekletilmiş numunelerde ağırlık kaybı en fazla olurken 24 saat bekletilmiş numunelerde ağırlık kaybı en az olmuştur. 12 mm kalınlığındaki numunede 48 saat bekleme süresi sonucunda % 2,37 ağırlık kaybı gerçekleşirken 72 saat bekleme süresi sonucunda % 2,56 ağırlık kaybı gerçekleşmiştir. Bekleme süresi 60 saat ve 72 saat olan deneyler arasında ayrılan bağlayıcı miktarı diğer zaman aralıklarına göre daha az olmaktadır. Bu da ayrılan bağlayıcı miktarı hızının zamanla düştüğünü göstermektedir. Bu sonuçlar doğrultusunda deneylerde kullanılan WC-% 9Co besleme stoğu için optimum bağlayıcı giderme süresinin 60 saat olduğunu göstermektedir. Liu, Ani, Cheng ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada bekleme süresi arttıkça ham parçada ağırlık kaybının artmakta olduğu onlarda belirtmektedir [6, 13, 14].



Şekil 3. Farklı kalınlıklardaki ham numunelerde ayrıştırma sonrası meydana gelen ağırlık kayıpları

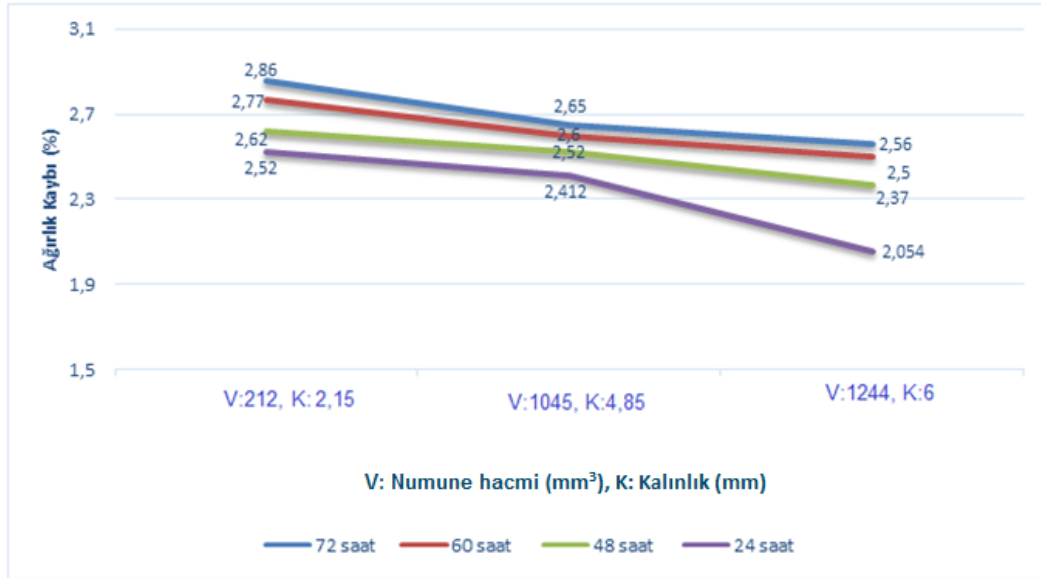
Literatürdeki diğer çalışmalarda da bağlayıcı ayırma süresinin artması ile ağırlık kaybının arttığı görülmüştür [10, 15-17]. Heng ve arkadaşlarının yaptığı çalışma gibi bu çalışmada da WC-% 9Co besleme stoğu için bağlayıcı ayırma işleminde ağırlık kaybı, bekleme süresi ile doğru orantılı değişmiştir. Numunelerden bağlayıcının ayrıştırılması için 24 saat, 65°C sıcaklıkta ve heptan ortamında deneyler gerçekleştirilmiştir. 24 saat sonunda bağlayıcıda hacimce yaklaşık % 60 oranında bir ağırlık kaybı tespit etmişlerdir [18]. Bu çalışmada ise WC-%9Co besleme stoğundan hazırlanan numunelerden bağlayıcının ayrıştırılması için 24 saat, 60°C sıcaklıkta ve etanol ortamında kimyasal bağlayıcı ayrıştırma işlemi yapılmıştır. Bu işlem sonucunda bağlayıcı hacimce % 67 oranında bir ağırlık kaybı belirlenmiştir. Aradaki % 7'lik farkın deneylerde kullanılan kimyasallardan ve besleme stoklarının karakteristik özellikleri arasındaki farktan kaynaklanmaktadır.

3.2. Numune Hacminin ve Kalınlığının Ağırlık Kaybına Etkisi

Numune hacminin ve kalınlığının kimyasal bağlayıcı ayırma işlemi esnasındaki ağırlık kaybına etkisi Şekil 3'te gösterilmiştir. Grafiğe göre numune hacminin artmasıyla birlikte ağırlık kaybı azalmıştır. Çünkü numune hacmi arttıkça parçanın içerdiği bağlayıcı hacmi de artmaktadır. Bu nedenle numune içerisindeki bağlayıcıyı aynı bekleme süresi ile çözmek mümkün olmamaktadır. Şekil 4'te görüldüğü gibi büyük hacimli parçaların ağırlık kayıpları daha az olmuştur. Örneğin, 60 saat bekleme süresiyle yapılmış ayrıştırma işleminde 1244 mm³ hacmindeki numunede % 2,56 ağırlık kaybı gözlemlenirken 212 mm³ hacmindeki numunede ağırlık kaybı % 2,86 olmuştur. Ancak yine de sadece numune hacmi

kimyasal bağlayıcı ayırma işleminde belirleyici bir parametre olmamaktadır. Hacmi fazla olan bir numunenin yüzey alanı az ya da hacmi az olan numunenin yüzey alanı fazla olabilir. Bundan dolayı kimyasal bağlayıcı ayrıştırma işleminde, numune hacminin ağırlık kaybına etkisi incelenirken parçanın yüzey alanı da hacim ile birlikte değerlendirilmelidir.

Kimyasal bağlayıcı ayırma işleminde bağlayıcının ayrışması parça yüzeyinden parçanın merkezine doğrudur. Bu nedenle parçanın merkezden yüzeye olan uzaklığı kalınlık olarak ifade edilmiştir. Kalınlığın artması, çözücü sıvının yüzeyden merkeze difüzyon olmasını zorlaştırır ve bu yüzden ayrılan bağlayıcı miktarı azalmaktadır. Bu da ağırlık kaybının azalmasına sebep olmaktadır. Şekil 4'te görüldüğü gibi parça kalınlığının artmasıyla birlikte ağırlık kaybı azalmıştır. Parça kalınlığı 12 mm olan numune 48 saat sonucunda % 2,37 ağırlık kaybederken 4,3 mm kalınlığındaki numune 48 saat sonucunda % 2,62 ağırlık kaybetmiştir. Kalınlığın bağlayıcı ayrıştırma süresine etkisi incelendiğinde 9,75 mm kalınlıktaki numunenin % 2,41 oranında ağırlık kaybetmesi için 24 saat beklenmesi gereken, 12 mm kalınlıktaki numunenin aynı miktarda ağırlık kaybetmesi için 48-60 saat arasında bağlayıcı ayrıştırma işlemi uygulanması gerektiği tespit edilmiştir. Literatürde de parça kalınlığındaki artışın kimyasal bağlayıcı ayrıştırma süresini arttırdığı belirtilmiştir. Fan ve arkadaşları çalışmalarında numune kalınlığının 2 mm den 8 mm ye çıkması bağlayıcı ayırma süresini 0,8 saatten 12,9 saate çıkardığı tespit etmişlerdir [20]. Ayrıca Oliveira ve Chen çalışmalarında parça kalınlığının bağlayıcı ayırma sürecinde ağırlık kaybına etkisinin olduğunu tespit etmişlerdir. Parça kalınlığının artması ile ağırlık kaybının azaldığını belirtmişlerdir [6, 17]. Bu çalışmada da parça kalınlığının artması ile bağlayıcı ayrıştırma süresinin artması gerektiği görülmüştür.

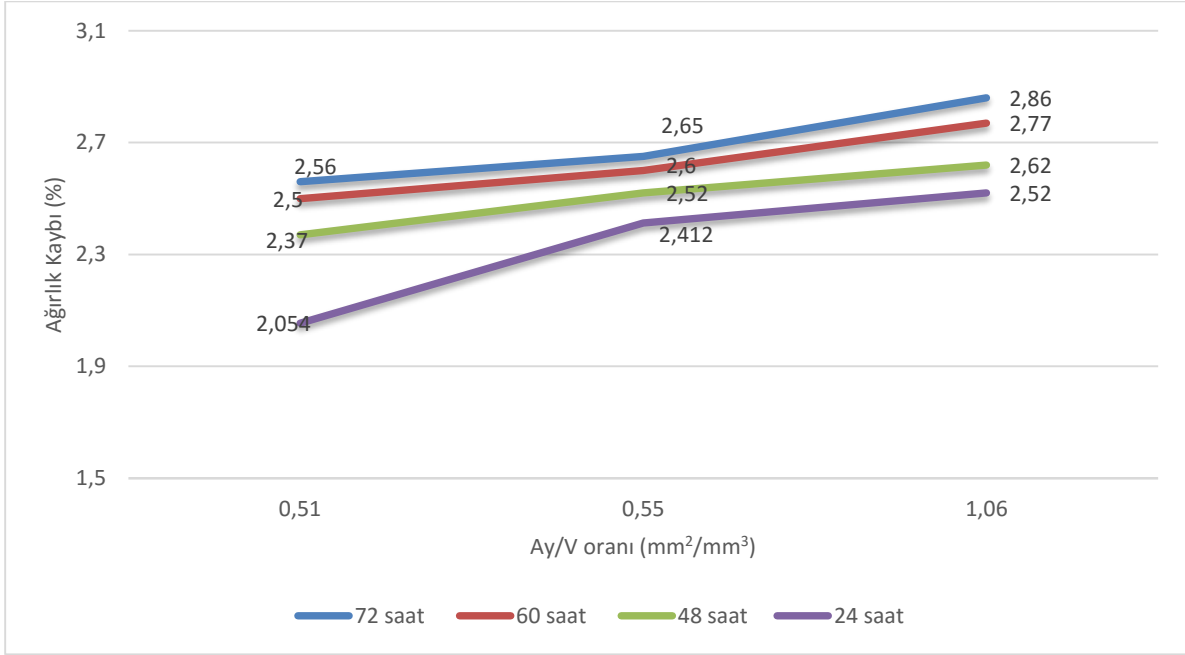


Şekil 4. Numune hacminin ağırlık kaybına etkisi

3.3. Yüzey Alanı/Hacim (Ay/V) Oranının Parça Ağırlık Kaybına Etkisi

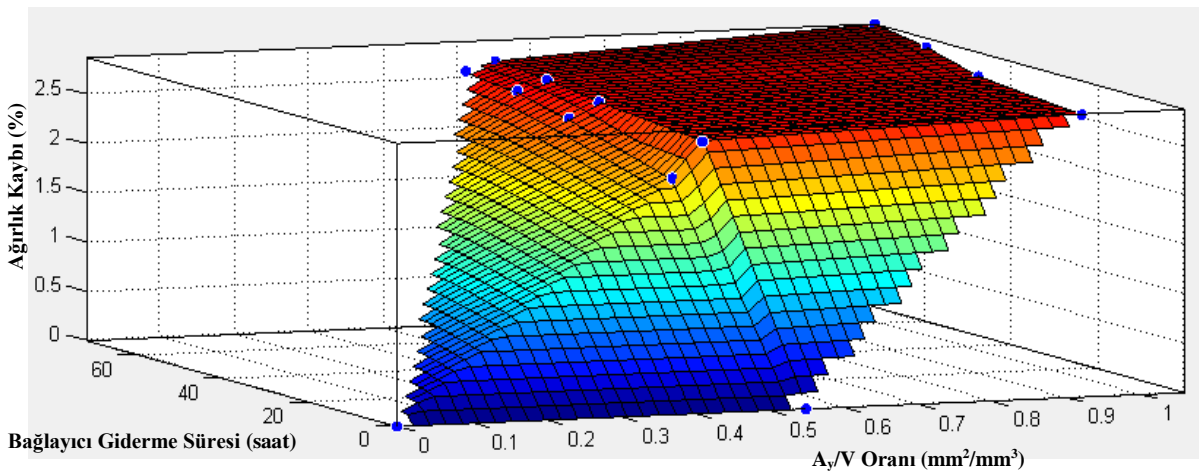
DeneySEL sonuçlarda belirtildiği üzere yalnızca hacim veya yüzey alanının kimyasal bağlayıcı ayrıştırma işleminde yeterli olmamaktadır. Bundan dolayı yüzey alanları parça hacmine bölünerek (Ay/V) birim hacme karşılık gelen yüzey alanı göz önüne alınmıştır. Böylece çözücüyle etkileşim halindeki yüzey alanları daha doğru bir şekilde karşılaştırılabilmiştir. Ay/V oranının artması çözücü ile bağlayıcı arasında temas alanının artmasına neden olmaktadır. Bu da beraberinde daha hızlı bağlayıcı ayrıştırma işlemini getirmektedir. Şekil 5'te Ay/V oranının ağırlık kaybına etkisi gösterilmiştir. Ay/V oranı arttıkça ağırlık kaybının da arttığı tespit edilmiştir. Ay/V oranının maksimum (1,06) olduğu değerde ağırlık kaybı da maksimuma (% 2,86) ulaşmıştır. Oliveira ve arkadaşları yaptıkları çalışmada

Ay/V oranının artması ile birlikte ayrıştırma süresinin kısaldığı, ağırlık kaybının arttığı sonucuna ulaşmıştır. Çalışmalarında 60 °C sıcaklıkta 1,07 Ay/V oranı için 6 saatte bağlayıcıların % 95'i ayrıştırılmıştır. Bu oranın artması sonucu bağlayıcıyla etkileşim halindeki çözücü miktarının artmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir [19]. Bu çalışmamızda benzer Ay/V oranı (1,06) için 72 saatte bekleme süresinde % 2,86 ağırlık kaybı gerçekleşmiştir. Bu da besleme stoğundan bağlayıcının % 93'nün ayrıştırıldığı anlamına gelmektedir. Çalışmamızda da literatürdeki gibi Ay/V oranı arttıkça ham mukavemetli parçada bağlayıcı ağırlık kaybının daha fazla olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 5. Ay/V Oranının Ağırlık Kaybına Etkisi

Şekil 6'da bekleme süresi ve Ay/V oranının ağırlık kaybına olan etkisi üç boyutlu yüzey grafiği ile gösterilmiştir. Grafikte deneysel çalışmada elde edilen değerler işaretlenmiştir. Diğer noktalar doğrusal interpolasyon ile hesaplanmış ve birleştirilerek grafik elde edilmiştir. Grafığe göre bekleme süresinin ve Ay/V oranının artması ile ağırlık kaybında artış olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 6. Bekleme Süresi ve Ay/V Oranının Ağırlık Kaybına Etkisi

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, TEK yöntemi ile üretilmiş WC-% 9Co parçaların kimyasal bağlayıcı ayrıştırma esnasında ham mukavemetli parçalarda meydana gelen ağırlık kaybına bekleme süresi, parça hacmi, kalınlığı ve yüzey alanı/hacim (Ay/V) oranının etkisi incelenmiştir. Buna göre elde edilen sonuçlar aşağıda görülmektedir:

- Her bir parametrenin WC-% 9Co parçanın ağırlık kaybına önemli etkisi olduğu belirlenmiştir. Hacim ve kalınlığın fazla olması çözücünün parça içerisindeki bağlayıcılara difüzyon olmasını zorlaştırması sebebiyle ayrıştırma için daha uzun bekleme süresi gerektirmiştir.
- Kimyasal ayrıştırma işleminde bağlayıcının çözünmesi yüzeyden başlamaktadır. Dolayısıyla çözücü ile etkileşim halindeki Ay/V oranı arttıkça çözünen bağlayıcı miktarı artmıştır.
- Bekleme süresinin artmasıyla birlikte ayrılan bağlayıcı miktarı da artmıştır. Ancak bekleme süresi 60 saat ve 72 saat olan deneyler arasında ayrılan bağlayıcı miktarı diğer zaman aralıklarına göre daha az olmuştur. Bu da ayrılan bağlayıcı miktarı hızının zamanla düştüğünü göstermektedir.
- WC-% 9Co besleme stoğu için optimum kimyasal bağlayıcı ayrıştırma süresinin etanol ortamında ve 60 °C sıcaklıkta 60 saat olduğu belirlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmaya destek sağlayan 115M437 kodlu proje kapsamında TÜBİTAK'a teşekkür ederiz.

REFERANSLAR

- [1] German, R.M. Powder injection molding. Cambridge Univ. Press1990.
- [2] Hwang, K.,S. Fundamentals of debinding processes in powder injection molding. Reviews in particulate Materials 1996; 4: 71-104.
- [3] Karataş, Ç. and Sarıtaş, S. Toz Enjeksiyon Kalıplama: Bir Yüksek Teknoloji İmalat Metodu. Journal of Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University 1998; 13.2: 193.
- [4] Lin, S. and German R.M., Extraction debinding of injection molded parts by condensed solvent. Powder Metall. Int. 1989; 21(5): p. 19-24.
- [5] Billmeyer, F.W. Textbook of Polymer Science, John Wiley & Sons. INC, New York, 1971.
- [6] Jigui C., Lei W., Yanbo C., Jinchuan Z., Peng S. and Jie D. Fabrication of W-20wt.% Cu alloys by powder injection molding. Journal of Materials Processing Technology 2010; 210.1: 137-142.
- [7] Chikwanda H., Machaka, R. A study of solvent debinding variables on Ti6Al4V green bodies 2014.
- [8] Thomas-Vielma P., Cervera A., Levenfeld B. and Varez A. Production of alumina parts by powder injection molding with a binder system based on high density polyethylene. Journal of the European Ceramic Society 2008; 28.4: 763-771.

- [9] Kamarudin, N.H. and Ibrahim, M.H.I. Effect of Immerse Temperature and Time on Solvent Debinding Process of Stainless Steel 316L Metal Injection Molding. In: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. IOP Publishing 2017; p. 012016.
- [10] Amm, A.M., Ibrahim, M.H.I. and Mustafa, R.A.N. Effect of Solvent Debinding Variables on Green Compact with Different Binder Formulation. 2006.
- [11] Li Y., Jiang F., Zhao L. and Huang B. Critical thickness in binder removal process for injection molded compacts. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, 362.1: 292-299.
- [12] Westcot E., C. Binet A., and German R.M. In situ dimensional change, mass loss and mechanisms for solvent debinding of powder injection molded components. *Powder metallurgy* 2003; 46(1): p. 61-67.
- [13] Liu W., Yang X., Xie Z., Jia C. and Wang L. Novel fabrication of injection-molded ceramic parts with large section via partially water-debinding method. *Journal of the European Ceramic Society* 2012; 32.10: 2187-2191.
- [14] Sarizal M.A., Andanastuti M., Norhamidi M. and Jaharah A.G. Binder removal via a two-stage debinding process for ceramic injection molding parts. *Ceramics International* 2014; 40.2: 2819-2824.
- [15] Wensheng L., Qingshan C., Yunzhu M., Qianfang H. and Jiajia Z. Fabrication of 93W–Ni–Fe alloy large-diameter rods by powder extrusion molding. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 2014; 42: 233-239.
- [16] Yang X.F., Xie Z.P., Liu G.W. and Huang Y. Dynamics of water debinding in ceramic injection molding. *Advances in Applied Ceramics* 2009; 108.5: 295-300.
- [17] Zainon N., Hussein Shah S., Omar M.A. and Marzuki M. Solvent Extraction Characterization on Injection Molding of Mg Alloy. In: MATEC Web of Conferences. EDP Sciences 2017; p. 01050.
- [18] Heng S.Y., Raza M.R., Muhamad N., Sulong A.B. and Fayyaz A. Micro-powder injection molding (μ PIM) of tungsten carbide. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 2014; 45: 189-195.
- [19] Ricardo V.B., Valdir S., Márcio C.F. and Alfredo T.N.P. Ceramic injection molding: influence of specimen dimensions and temperature on solvent debinding kinetics. *Journal of materials processing technology* 2005; 160.2: 213-220.
- [20] Fan, YL., Hwang, KS., Wu, SH. et al. Minimum amount of binder removal required during solvent debinding of powder-injection-molded compacts. *Metallurgical and Materials Transactions A* 2009; 40.4: 768-779.