

STEATİTİN ENJEKSİYONLA KALIPLANABİLİRLİĞİNE BESLEME STOK REOLOJİLERİNİN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Levent URTEKİN, İbrahim USLAN*, Bedri TUÇ*

Makina Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Dumlupınar Üniversitesi, Kütahya

*Makina Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Gazi Üniversitesi, Maltepe-Ankara

lurtekin@dpu.edu.tr, iuslan@gazi.edu.tr, betuc@gazi.edu.tr

(Geliş/Received: 04.01.2011; Kabul/Accepted: 02.02.2012)

ÖZET

Bu çalışmada; steatitin enjeksiyonla hatasız kalıplanması için en uygun reoloji, bağlayıcı giderme ve kalıplama parametreleri belirlenmiştir. Kılcal ve tork reometre çalışması ile dört farklı besleme stoğu için erime akış indeksi (554 - 988 g/10 dakika), akış davranış indeksi (0,507 - 0,601), akıcılık ($5,21 - 8,99 \times 10^{-3} \text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1}$) ve aktivasyon enerjisi (26,9 - 39,1 kJ/mol) değerleri belirlenerek en ideal besleme stoğu tespit edilmiştir. Reolojik açıdan en ideal besleme stoğu Steatit + polietilenglikol (PEG) + polipropilen (PP) + stearik asit (SA)'den oluşan karışımdır. Bu besleme stoku için farklı akış hızı (15-25 cm³), silindir sıcaklığı (185-200 °C) ve enjeksiyon basıncı (1000-1350 bar) değerleri için kalıplama yapılmıştır. Kalıplanmış numunelere bağlayıcı giderme işlemi çözügen ve ısı olmak üzere iki şekilde gerçekleştirilmiştir. Isıl bağlayıcı giderme 10°C/dakika ve 1°C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Sonrasında optimum reoloji, bağlayıcı giderme ve kalıplama parametreleri ile üretilmiş numunelere SEM incelemesi yapılmıştır. Çarpılma, iç çatlak ve deformasyona rastlanmayan final parçaları elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Steatit, Toz Enjeksiyon Kalıplama, Reoloji.

INVESTIGATION OF EFFECT OF FEEDSTOCK RHEOLOGIES FOR INJECTION MOLDING OF STEATITE

ABSTRACT

In this study, the net-shape injection molding of steatite for the most appropriate rheology, debinding and molding parameters were determined. The investigations of the rheology as four different feedstock of melt flow index (554 - 988 g/10 min), flow behavior index (0.507 - 0.601), fluency ($5.21 - 8.99 \times 10^{-3} \text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1}$) and activation energy values (26,9 - 39,1 kJ/mol) were ideally determined using by capillary and torque rheometer machine. The steatite + polyethyleneglycol (PEG) + polypropylene (PP) + stearic acid (SA) have most ideally mixture for rheology. This feedstock for molding was occurred at different flow rate (15-25 cm³), cylinder temperature (185-200 °C) and injection pressure (1000-1350 bar) values. The debinding processes carried out at two steps as solvent and thermal debinding. The thermal debinding carried 10 °C/min and 1°C/min for heating rate. The samples were investigated to determine of distortion, cracks and deformation in the inner parts with SEM machine. The net-shaped samples were obtained at optimum rheology, debinding and molding parameters.

Key Words: Steatite, Powder Injection Molding, Rheology.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Toz Enjeksiyon Kalıplama (TEK) işleminde reoloji çalışmasından başlayarak, karıştırma, taneleme, kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterleme aşamasına kadar her aşamanın kontrollü yapılması ve ürün kalitesini artırmak için birden çok parametrenin eş

zamanlı uygulanması oldukça önemlidir [1-3]. İyi bir akış ve sorunsuz bir kalıplama için besleme stoğunun akış davranışı ve viskozitesi en önemli özelliktir [4].

TEK işleminde meydana gelen deformasyonların çoğu, reolojik kaynaklı değil ise ısı bağlayıcı giderme sırasında meydana gelmektedir. Bu hatalar hızlı

bağlayıcı giderme sonucu boşluk, kabarma, şişme, çarpılma ve çatlak olarak kendini göstermektedir [5-9]. TEK çalışmalarında hatalar sadece bağlayıcı giderme ile değil, homojen olmayan karışım ya da kalıp dolumu ile de oluşmaktadır [2]. Supati ve arkadaşları homojen karışmayan besleme stoklarının kalıplanan parçada distorsiyona neden olduğunu belirtmişlerdir [10]. Lin ve arkadaşları çözgen bağlayıcı giderme sonrası numunelerde çatlama, çökme ve eğilme tespit etmişler, bunun sebebini ise çözgen bağlayıcı giderme sırasında bağlayıcının şişmesiyle açıklamışlardır [11]. Goodship yaptığı çalışmada şişmeden kaynaklanan hataları azaltmak için yarı kristal polimerden (HDPE) faydalanmıştır [12]. Vielma ve arkadaşları HDPE/PW/SA oluşan bağlayıcı sisteminden parafinin düşük sıcaklıkta giderilmesi sırasında ana bağlayıcı HDPE'nin katı halini koruyarak gerekli mukavemeti sağladığını ve hataları minimize ettiğini belirtmişlerdir [13]. Mertz ve arkadaşları bağlayıcı giderme sonucu distorsiyon ve çatlak oluşumundan kaçınmak için ön-sinterleme (termal bağlayıcı giderme) işleminin kontrollü ve dikkatli yapılması gerektiğini vurgulamışlardır [14]. Angermann ve Biest termal bağlayıcı giderme sırasında meydana gelen iç çatlaklardan kaçınmak için ısıtma işlemini 0,5 °C/dakika hızında gerçekleştirmişler ve 10-50 saatlik bir bağlayıcı giderme süreleri uygulamışlardır [15]. Gorjan ve arkadaşları genellikle yavaş bağlayıcı giderme hızını tercih etmişlerdir. İskelet bağlayıcı içermeyen tek bağlayıcı sistemlerinde, düşük sıcaklıklarda bağlayıcının eridiğini ve ham mukavemetini muhafaza edemediğini belirtmişlerdir [16].

TEK uygulamalarında birçok bağlayıcı sistemi kullanılmaktadır. Bunlardan en geniş kullanılanı parafin/PP/SA veya parafin/PE/SA'den oluşan bağlayıcı sistemidir [17-19]. Çok parçalı bağlayıcı sisteminde polipropilen (PP) ve polietilen (PE), iskelet görevini gören ve reolojik açıdan gerekli ham mukavemeti sağlayan termoplastik polimerlerdir. Polimer/parafin bağlayıcı sisteminde birçok problem meydana gelir. Bunlar düşük ham mukavemet ve bağlayıcı giderme sırasındaki kusurlardır [20]. Organik çözücülerin (su dışındakiler) bir çoğu parlar, kanserojen madde içerir ve çevre dostu olarak kabul edilmez. Bu çözücüler ham parçayı yumuşatır ve ham parçanın şeklini muhafaza etmek için pahalı düzeneklere gerek duyar [21].

Steatit seramikler presleme, ekturziyon, slip döküm ve yaş presleme ile üretilebilmektedir. Steatit sinterlendiği zaman yüksek yoğunluğa ulaşmakta iyi bir mekanik ve elektrik özellik sergilemektedir. Bu çalışmada ise steatit toz enjeksiyon kalıplama parametrelerinin hatasız üretime olan etkisi incelenmiştir. Steatit seramik tozu ve çok parçalı bağlayıcılardan (PEG/PP(PE)/SA) elde edilen karışımın homojenliği, reolojik değerleri,

Tablo 1. Steatit tozun kimyasal kompozisyonu (Chemical composition of steatite powder)

SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O ₃ + K ₂ O	kızdırma kayı
60	30	2,5	1	1,5	0,5	4,5

kalıplama ve bağlayıcı giderme parametreleri deneysel olarak belirlenmiş ve bu parametrelerin kontrollü bir şekilde uygulanmasıyla hatasız numuneler elde edilmiştir. Kullanılan bağlayıcıya göre şekillenen parametrelerde optimum değer olarak: reolojik deneyler için tork ve kılcal reometre verileri, kalıplama için enjeksiyon basıncı, ütüleme basıncı, silindir sıcaklığı ve debi dikkate alınmıştır. Bağlayıcı giderme hızına bağlı gelişen çatlak, çarpılma gibi hataların giderilmesi ısıtma hızının düşürülmesiyle gerçekleştirilmiştir. Çalışma kapsamında kullanılan ve suda uzaklaştırma oranı %90'larda seyreden PEG ana bağlayıcının kullanılma sebebi ısı bağlayıcı giderme kusurlarından sakınmaktır.

2. MALZEME VE YÖNTEM (MATERIAL AND METHOD)

2.1. Toz ve Bağlayıcı (Powder and Binder)

Çalışmada kullanılan steatit tozları Kale Kimya A.Ş'den temin edilmiştir. Seramik enjeksiyon kalıplama yönteminde ortalama toz boyutları 10 µm altında tercih edilmesi tozun paketlenme yoğunluğu ile ilintilidir. Daha yüksek yoğunluk ve daha az bağlayıcı kullanımı için toz boyutunun küçültülmesi hedeflenmiştir. Bu hedef için steatit tozları 2 saat alümina bilyelerle öğütülmüştür. Lazer difraktometre yöntemiyle çalışan Malvern Mastersizer boyut analiz cihazı ile ortalama toz boyutu ölçülmüştür. Öğütme öncesi d(0.1), d(0.9) ve d(0.5) değerleri sırasıyla 1.90 µm, 56.57 µm ve 12.15 µm ölçülmüştür. Öğütme sonrası ise d(0.1), d(0.9) ve d(0.5) değerleri sırasıyla 0.74 µm, 15.62 µm ve 3.96 µm elde edilmiştir [22]. Tablo 1 ve Tablo 2'de steatit tozun ve tam yoğun steatite ait özellikler verilmiştir.

Çok bağlayıcılı bir sistemin kullanılması bağlayıcı giderme sırasında hata oluşumunu engellemektedir. Besleme stoğunu oluşturan ana bağlayıcı (PEG), iskelet (PP veya PE) ve yağlayıcı (SA) özellikleri

Tablo 2. Tam yoğun steatitin fiziksel ve mekanik özellikler (Physical and mechanical properties of fully dense steatite)

yoğunluk, g/cm ³	2,7
sertlik, Mohs	7
max. çekme gerilmesi, MPa	50-51
max. eğilme gerilmesi, MPa	127-140
elastisite modülü, GPa	110
ergime sıcaklığı, °C	1450
basma gerilmesi, MPa	900

Tablo 3. Besleme stoğunda kullanılan bağlayıcılar ve özellikleri (Binding characteristics of the used feedstocks)

Özellikler	PEG 8000	PEG 4000	PP	PE	SA
temin edilen yer	Alfa Aser	Alfa Aser	Petkim AŞ	Petkim AŞ	Merc k Co.
yoğunluk (g/cm ³)	1,204	1,212	0,85	0,91	0,94
erime sıcaklığı (°C)	60	53-58	189-170	170	68-70
bozulma sıcaklığı (°C)	304	420	----	---	395
parlama sıcaklığı (°C)	240	270	----	---	196
ağırlıkça % oran	65	65	30	30	5
suda çözünürlük	+	+	-	-	-

Tablo 3’de verilmiştir. Ana bağlayıcı (PEG) sistemden ilk uzaklaştırılan bağlayıcı olup düşük viskozite ve suda çözünürlüğü bağlayıcı giderme prosesinde önemli bir avantajdır. Ham numunenin şekli iskelet bağlayıcı (PP) korumaktadır. Yağlayıcı (SA) ise hem kalıp hem de tozlar arasında yağlayıcılık görevi yapmaktadır. Her bir besleme stoku için PEG8000 ve PEG4000 ağırlıkça %65, PP ve PE ağırlıkça %30, SA ise ağırlıkça %5 olacak şekilde karışımlar hazırlanmıştır.

2.2. Besleme Stoğu (Feedstock)

Önce bağlayıcılar daha sonra bağlayıcı sistemi ile steatit tozları, belli oranlarda yaklaşık 45 dakika kuru ortamda karıştırılmıştır. Böylece 100 cm³’lük besleme stoğu karışımları hazırlanmıştır. Tablo 4’de dört farklı besleme stoğunun içerikleri verilmiştir. Besleme stokları ekstrüder kullanılarak tane (granül) haline getirilmiştir. Hava kabarcıklarının oluşumunu engellemek için taneleme sırasında kalıp kısmına yakın bir bölgede sürekli vakum yapılmıştır. Tipik tane büyüklüğü 4 mm’dir.

2.3. Reoloji (Rheology)

Tane halindeki besleme stokları kullanılarak yapılan kılcal ve tork reolometre çalışmaları ile erime akış indeksi, akıcılık, akış tipi, akış davranış indeksi ve enjeksiyon sıcaklığı belirlenmiştir. Kılcal reometre çalışmaları, 1,4 MPa ve 1,9 MPa basınç altında ve 170-210 °C sıcaklık aralığında yapılmıştır. Her bir

Tablo 4. Dört farklı besleme stoğuna ait içerikler (Content of four different feedstock)

besleme stoğu	% katı oranı (hacimce)	ana bağlayıcı	iskelet bağlayıcı	yağlayıcı
B1	58	PEG8000	PP	SA
B2	55	PEG4000	PP	SA
B3	54	PEG4000	PE	SA
B4	55	PEG8000	PE	SA

Tablo 5. Enjeksiyon kalıplama parametreleri (Injection molding parameters)

	kalıplama basıncı, bar	ütüleme basıncı, bar	silindir sıcaklığı, °C	debi, cm ³ /s
eğme numunesi	1000-1250	600	35-200	15
çekme numunesi	1350	600	35-205	17-25
kademeli numune	1250	600	35-205	20

besleme stoğu için reoloji deneyleri üç defa tekrarlanmıştır. Tork reometre çalışmaları ise Thermo-Haake RS600 Paralel Plate Rheometer marka cihazında gerçekleştirilerek besleme stok viskozitesindeki değişim anlık olarak tespit edilmiştir. Tork reometre çalışmaları geniş bir sıcaklık aralığında (140-220 °C) yapılmış, 220 °C’nin üzerindeki sıcaklıklarda karışım yanmış ve viskozite değerlerinde sapma görülmüştür.

2.4. Enjeksiyon Kalıplama (Injection Moulding)

Enjeksiyon kalıplama çalışmaları Arburg Allrounder 220S cihazında yapılmıştır. Kademeli numune, çekme numunesi ve eğme numunesi olmak üzere üç farklı tip numune kalıplanmıştır. Tablo 5’de enjeksiyon kalıplama parametreleri verilmiştir.

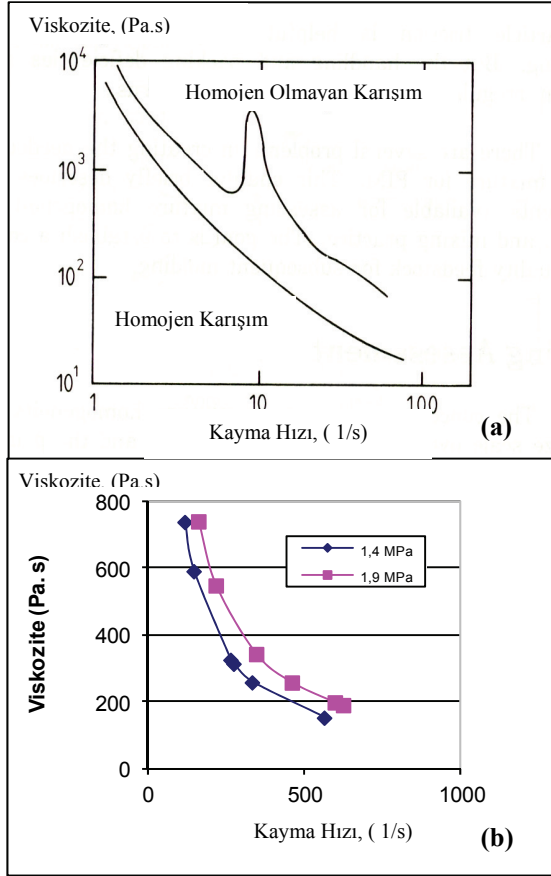
2.5. Bağlayıcı Giderme (Debinding)

Kalıplanan ham numunelere çözgen ve ısı bağlayıcı giderme işlemleri uygulanmıştır. Çözgen bağlayıcı giderme su ortamında 60 °C sıcaklıkta 24 saat süre ile yapılmıştır. Isıl bağlayıcı giderme işlemi ise 1-10 °C/dakika ısıtma hızıyla 400 °C sıcaklıkta Protherm marka fırın içersinde yapılmıştır. Aynı fırın ile sinterleme işlemi 5 °C/dakika ısıtma hızıyla 1200–1300 °C sıcaklıkta 2-4 saat süre bekleyerek gerçekleştirilmiştir.

3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA (EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION)

3.1. Reoloji (Rheology)

Besleme stoğunun homojen karışım karışmadığı kayma hızı-viskozite eğrisiyle anlaşılmaktadır (Şekil 1.a) [2]. Şekil 1.b’de verilen ve farklı basınçlarda yapılan kılcal reometre çalışmalarından elde edilen kayma hızı-viskozite değişimi eğrisinde bir sapma olmaması, karışımın homojen olduğu anlamına gelmektedir. PP ve PE esaslı besleme stokları ile yapılan tork reometre çalışmalarında elde edilen viskozitenin sıcaklıkla değişimini gösteren grafikler Şekil 2’de verilmiştir. Tork reometre çalışmalarında, hem PE hemde PP esaslı besleme stoklarının viskoziteleri artan sıcaklıkla azalmaktadır (Şekil 2). PP ve PE’nin ergime sıcaklıkları geçildikten sonra



Şekil 1. (a) Kayma hızı- viskozite değişimi [2], (b) Steatit için kayma hızı- viskozite değişimi [22] ((a) Shear rate vs. viscosity, (b) Shear rate vs. viscosity for steatite)

viskozite 1000 Pa.s'nin altına düşmektedir. Enjeksiyon kalıplamada viskozite değerinin 1000 Pa.s altında olması besleme stoğunun kalıp içerisindeki akışını belirleyen en kritik parametredir [23].

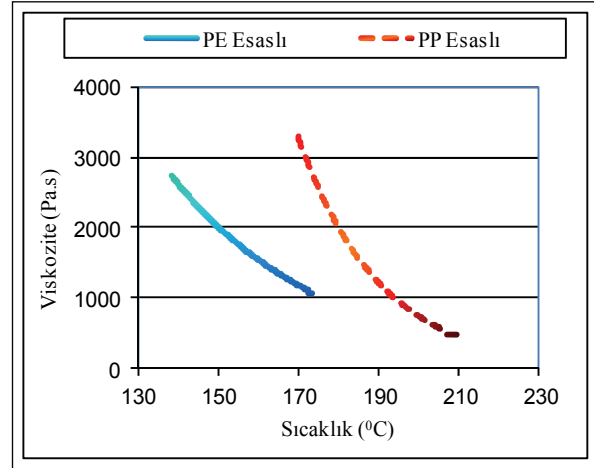
Kayma gerilmesi-kayma hızı ilişkisi;

$$\tau - \tau_y = k(\dot{\gamma})^m \quad (1)$$

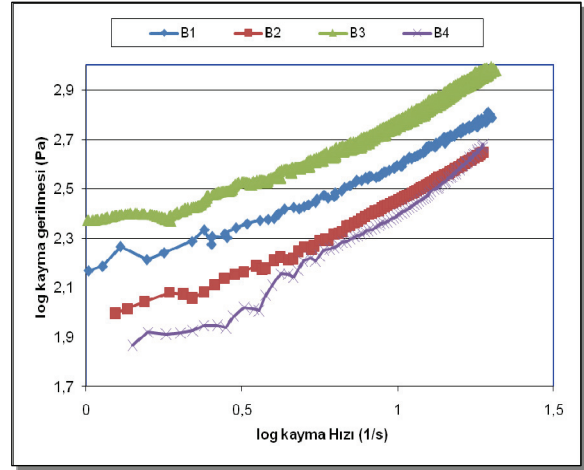
olarak tanımlanır.

Burada τ kayma gerilmesi, k sabit, $\dot{\gamma}$ kayma hızı, m ise akış davranış indeksini göstermektedir [24-25].

Bütün besleme stokları için akış davranış indeksi 1'den küçük ve 0,507-0,601 aralığındadır (Şekil 3). Literatürde; HDPE alümina, Ti alaşım ve PEG alümina ile hazırlanmış besleme stoklarının akış davranış indeksleri sırasıyla 0,522-0,529, 0,50-0,56 ve 0,41-0,66 aralığında olup çalışma kapsamında elde edilen deneysel verilerle uyum içerisindedir [13, 26-27]. Bu kapsamda denenen tüm besleme stokları akış davranış indeksleri akış tipleri bakımından psödo-plastiktir ve enjeksiyon kalıplama için uygun olup literatürle [23-24, 28-29] uyumludur.



Şekil 2. Tork reometre cihazı ile belirlenen sıcaklık-viskozite değişimi (Temperature vs. viscosity by torque rheometer)



Şekil 3. Log kayma gerilmesi - Log kayma hızı değişimi (Log shear stress vs log shear rate)

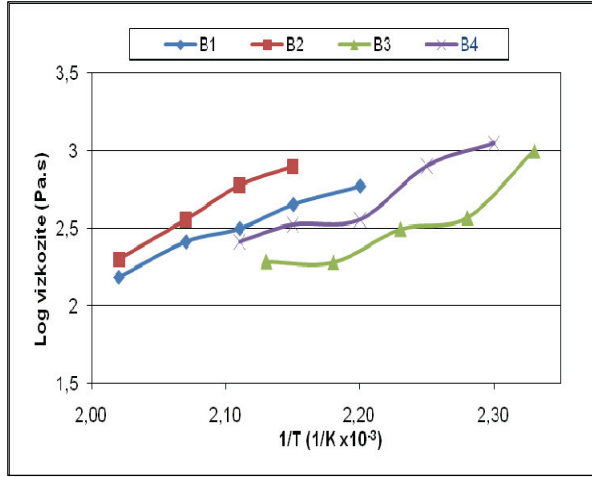
Besleme stoğu reolojisi için bir diğer etken aktivasyon enerjisidir. Enjeksiyon kalıplamada besleme stoğunun düşük viskozite ve düşük aktivasyon enerjisine sahip olması önemlidir. Besleme stokları için;

$$\log \eta = Ea/R (1/T) \quad (2)$$

eşitliği kullanılarak log viskozite ve 1/T değişimlerinden aktivasyon enerjisi bulunur.

Burada; Ea akış aktivasyon enerjisi, R ideal gaz sabiti ($R=8,31 \text{ J/molK}$), η ise viskozitedir. Aktivasyon enerjisinin düşük olduğu durumlar enjeksiyon kalıplamada istenen bir durumdur. Akış aktivasyon enerjisinin düşük olması akış için gerekli olan enerjinin düşük olması yani viskozitenin düşük olması demektir [30,31]. Bu bilgi ışığında steatit+PEG8000/PP/SA oluşan besleme stoğu aktivasyon enerjisi bakımından en iyi durumdadır (Şekil 4).

Kılcal ve tork reometre çalışmalarından Steatit+PEG8000/PP/SA karışımından oluşan besleme



Şekil 4. Log viskozite – 1/T değişimi (Log viscosity vs. 1/T)

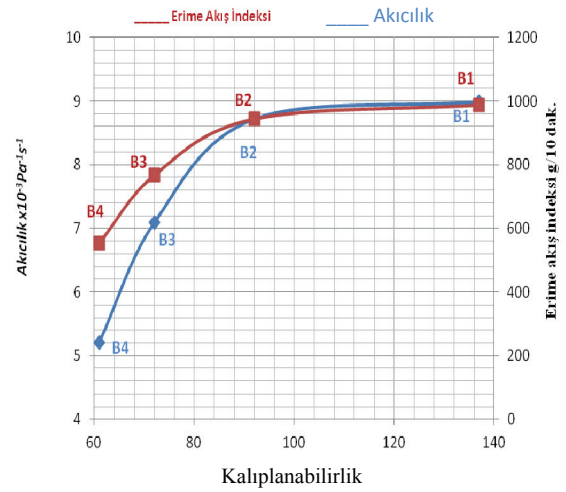
stoğunun en ideal değerlerde olduğu görülmüştür (Tablo 6). Diğer besleme stokları da reolojik açıdan iyi durumdadır. Bu çalışma kapsamında üretilen steatit numunelere ait besleme stoklarının viskozitesi 100-1000 Pa.s arasında olduğu ve homojen karıştığı için viskozitenin neden olduğu bir çatlak yada deformasyon olmadığı söylenebilir. Şekil 5’de dört farklı besleme stoğu için akıcılık, kalıplanabilirlik ve erime akış indeksi değişimi verilmiştir. Akıcılık ve erime akışı indeksi arttıkça kalıplanabilirliğin arttığı görülmektedir. Steatit+PEG8000/PP/SA den oluşan besleme stoğunun akıcılık değeri $8.99 \times 10^{-3} \text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1}$, erime akış indeksi 988 g/10 dakika ve kalıplanabilirlik değeri ise 137 olarak hesaplanmıştır.

Enjeksiyon kalıplama için kullanılacak olan Steatit+PEG8000/PP/SA içerisinde bulunan iskelet bağlayıcı PP ergime sıcaklığının PE’ye göre yüksek olması ve buna bağlı olarak bağlayıcı giderme esnasındaki zorluklarda dikkate alındığında alternatif olarak Steatit+PEG8000/PE/SA’den oluşan besleme stoğu kullanılabilir. Bu yapı içerisinde bulunan PE iskelet bağlayıcının ergime sıcaklığının PP’ye göre düşük olması hem enjeksiyon kalıplama sıcaklığını hemde bağlayıcı giderme sıcaklığının düşmesine yardımcı olabilir. Böylelikle daha düşük sıcaklıklarda yapılan bağlayıcı giderme işlemi daha kontrollü hale gelebilir. Buna karşın PP bağlayıcısının mukavemeti-

Tablo 6. Farklı besleme stoklarının reolojik karakterleri (Rheological characteristics of different feedstocks)

% hacim oranı	m<1	1/η	g/10 dakika	T(°C)	Ea
B1 - %58*	0,507	8,99	988	200	26,9
B2 - %55	0,573	8,72	944	200	39,1
B3 - %54	0,549	7,09	767	200	28,9
B4 - %55	0,601	5,21	554	200	28,6

* En iyi reolojik özellikleri sergileyen besleme stoğu

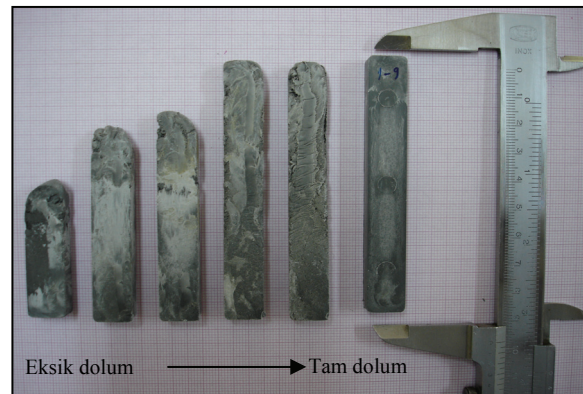


Şekil 5. Besleme stoklarının akıcılık, kalıplanabilirlik ve erime akış indeksi değişimi (Fluency and melt flow index versus moldability in feedstocks)

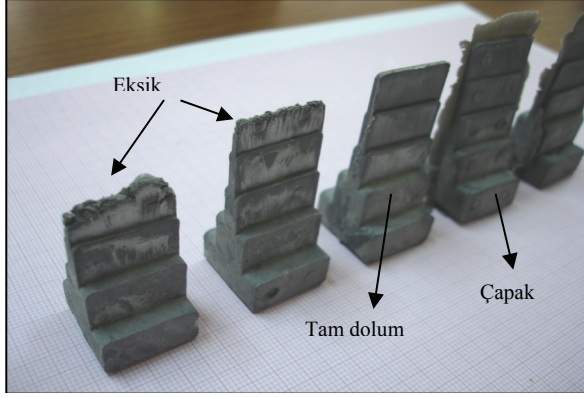
nin PE bağlayıcısına göre yüksek olması ham parçanın muhafazası açısından önemli bir parametredir.

3.2.Enjeksiyon Kalıplama (Injection Molding)

Reolojik açıdan en ideal olan besleme stoğu (Steatit+PEG8000/PP/SA) ile enjeksiyon kalıplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Düşük sıcaklıklarda (≤ 190 °C) malzeme tam olarak eriyik haline dönüşmemiş, enjeksiyon basınç ve hızının artırılmasına rağmen kalıp dolumu gerçekleşmemiştir (Şekil 6,7). Burada PP’nin erime sıcaklığının 190 °C olduğu ve henüz erimeye başladığı göz önünde bulundurulmalıdır. Sıcaklığın $200-205$ °C’ye artırılması durumunda aynı basınç ve hızlarda kalıp dolumu kusursuz gerçekleşmiştir (Şekil 6,7). Yine bu sıcaklıklarda basınç artırıldığı zaman çapaklanma ve ham parçada çökme oluşmaktadır. Toz enjeksiyon ürünü parçalarda çapak oluşumu ve çökme istemeyen bir durumdur. Özellikle besleme stokları için bir genelleme yapmak bu konuda oldukça zordur. Sıcaklık tayininde ise kılcal ve tork reometre sonuçlarından yararlanılmıştır. Standartlara göre hazırlanmış kalıplarda çekme, üç nokta eğme ve kademeli numuneler basılmıştır. Bu



Şekil 6. Enjeksiyon basıncı: 800–1250 bar, debi: $15 \text{cm}^3/\text{s}$, enjeksiyon sıcaklığı $190-200$ °C (flow rate: $15 \text{cm}^3/\text{s}$, injection pressure:800-1250, injection temperature:190-200 °C)



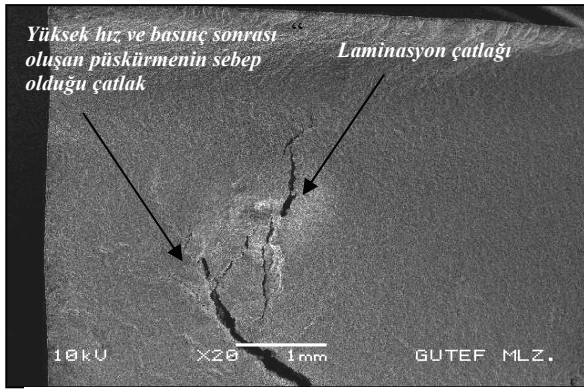
Şekil 7. Enjeksiyon basıncı: 1000-1450 bar, debi: $20\text{ cm}^3/\text{s}$, enjeksiyon sıcaklığı $190-200\text{ }^\circ\text{C}$ (flow rate: $20\text{ cm}^3/\text{s}$, injection pressure: 1000-1450, injection temperature: $190-200\text{ }^\circ\text{C}$)

numuneler daha sonra bağlayıcı giderme işlemine tabi tutulmuştur. $190\text{ }^\circ\text{C}$ silindir sıcaklığında, 1350 bar basınçta ve $15\text{ cm}^3/\text{s}$ debide yapılan kalıplama işleminde eksik dolum gözlenmiştir (Şekil 6,7). Düşük silindir sıcaklığı nedeniyle döngü tamamlanamamıştır. Aynı sıcaklıkta enjeksiyon ve akış hızını artırmak

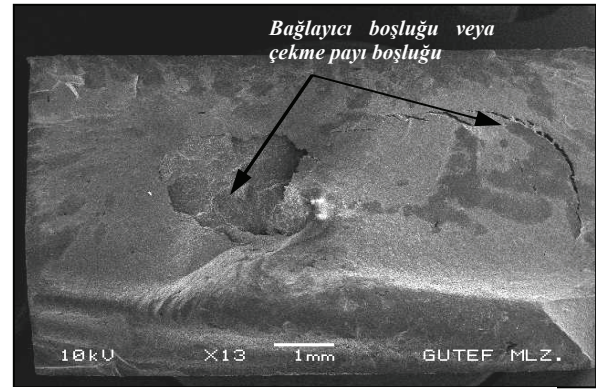
sonucu değiştirmemiştir. Ancak uygun silindir sıcaklığında yapılan enjeksiyon kalıplamada, debinin ($40\text{ cm}^3/\text{s}$) ve enjeksiyon basıncının (1400 bar) yüksek olması numunelerde çapaklanmaya neden olmuştur. $200\text{ }^\circ\text{C}$ silindir sıcaklığında 1000-1250 bar basınçta ve $15-20\text{ cm}^3/\text{s}$ debide tam dolum gerçekleşmiştir. Çapak oluşumu görülmemiştir (Şekil 6,7). Tüm kalıplamalarda 600 bar ütüleme basıncı uygulanmıştır. Yüksek ütüleme basınçları ham numunede çatlak ve çökmelere neden olmuştur.

3.3. Bağlayıcı Giderme (Debinding)

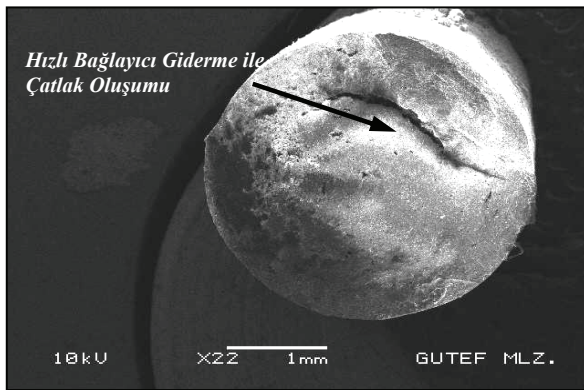
Kalıplanan numunelerde bulunan PEG esaslı bağlayıcı suda rahatlıkla uzaklaştırılmış geriye kalan iskelet bağlayıcı olan PP ise ısı yöntemiyle giderilmiştir. SEM incelemelerinde, yüksek akış hızı ve basınç da kalıplanan numuneler (Şekil 8.a-b) ile hızlı bağlayıcı giderme işlemi uygulanan numunelerde (Şekil 8.c) iç çatlaklara rastlanılmış, akış hızı, basınç ve bağlayıcı hızının optimum alındığı durumlarda ise iç çatlaklar görülmemiştir (Şekil 8.d).



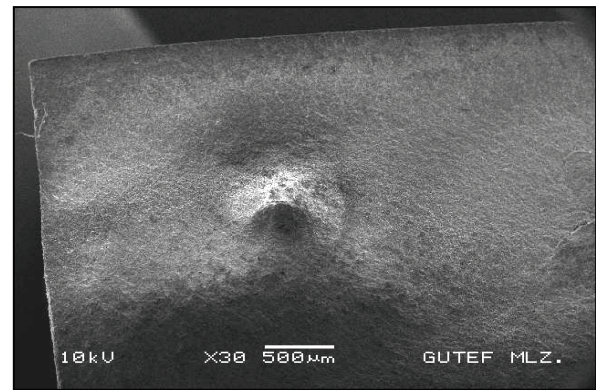
(a)



(b)

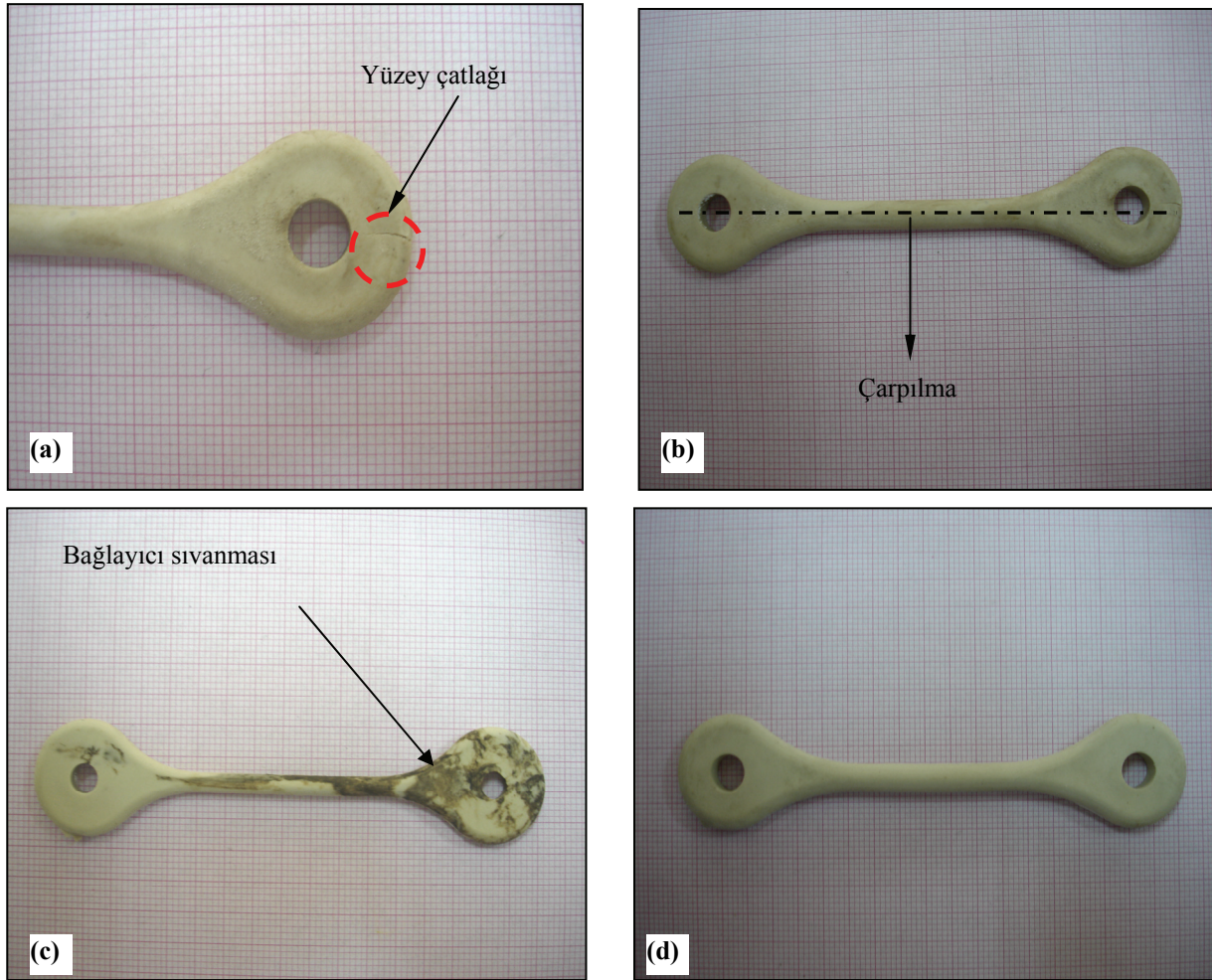


(c)



(d)

Şekil 8. Bağlayıcı giderme ve enjeksiyon parametrelerinin yüzey ve iç çatlak oluşumuna etkisi; (a) ve (b) Eğme numunesi kırılma yüzeyi yüksek akış hızı ($30-50\text{ cm}^3/\text{s}$) ve basınçlarda (1400-1500 bar) meydana gelen çatlaklar (püskürme), (c) Çekme numunesi kırılma yüzeyi hızlı bağlayıcı giderme ($10\text{ }^\circ\text{C}/\text{dakika}$) sonucu oluşan çatlak, (d) Eğmenumunesi kırılma yüzeyi $15\text{ cm}^3/\text{s}$ debi ve 1250 bar basınçta çatlaksız numune. (Effect of injection and debinding parameters on surface and inner crack formation; (a) and (b) formation of cracks on fraction surface of bending sample at high velocity ($30-50\text{ cm}^3/\text{s}$) and pressure (1400-1500 bar) (jetting) (c) formation of the crack on the tensile test fraction surface at the end of the removal of rapid binding ($10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$) crack-free sample (d) volumetric flow rate of surface of bending sample is $15\text{ cm}^3/\text{s}$ at 1250 bar)



Şekil 9. Bağlayıcı giderme parametrelerinin yüzey kalitesine etkisi; a) Hızlı bağlayıcı giderme yapılmış numunede yüzey çatlığı (10 °C/dakika) b) hızlı bağlayıcı giderme (10 °C/dakika) sonucu numunede çarpılma c) ara bekleme yapılmamış numune d) 1 °C/dakika ısıtma hızıyla yapılan bağlayıcı giderme sonucu elde edilen görüntü. (Effect of binding removal parameters on surface quality (a) surface crack on the sample made rapid debinding (10 °C/min) (b) distortion of sample at the end of the binding removal (10 °C/min) (c) continuously heated sample (d) image of sample made debinding with 1 °C/min heat rate)

5–10 °C/dakika ısıtma hızlarında yüzeyde çatlak oluşumu (Şekil 9.a) ve numunede çarpılma (Şekil 9.b) görülmektedir. Yine ısıtma hızının 10 °C/dakika uygulandığı ve ara bekleme yapılmadan sinterlenen numunede yüzeye bağlayıcılar sıvanmıştır (Şekil 9.c). Isıtma hızının 1 °C/dakika uygulandığı değerlerde ise bu durumlarla karşılaşmamıştır (Şekil 9.d).

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Reoloji: Dört farklı besleme stoğu için elde reolojik veriler: viskozite 111 – 191 Pa.s, akıcılık 5,21 – 8,99 $\times 10^{-3} \text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1}$, akış davranış indeksi 0,507 – 0,601, erime akış indeksi 554 – 988 g/10 dakika Ve kalıplanabilirlik 61 – 137 değerleri arasında olduğu saptanmıştır. Reolojik veriler ışığında akış davranış indekslerinin birden küçük olması ($m < 1$) hem akış tipinin psödo-plastik oluşuna hem de homojen bir karışım elde edildiğini göstermektedir. Şekil 2’de kayma hızı-viskozite değişimi verilerle karışımın homojen olduğu deneysel verilerle gösterilmiştir. Steatit + PEG8000/PP/SA oluşan besleme stoğunun

kılcal reometre denemelerinde 10 dakikada akan gram miktarının (988g/10 dakika) diğer besleme stoklarına göre daha iyi durumdadır. Steatit + PEG8000/PP/SA oluşan besleme stoğunun akıcılık değerinin ($8,99 \times 10^{-3} \text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1}$) yüksek olması bu besleme stokunun viskozitesinin düşük olduğunu göstermektedir (Tablo 6). Nihayetinde besleme stok verileri bir potada eritildiğinde kalıplabilirlik değerleri hesaplanmıştır. Steatit + PEG8000/PP/SA oluşan besleme stoğunun kalıplabilirlik değerinin (137) en ideal durumda olduğu söylenebilir.

Kalıplama: Eğme numuneleri için tam dolunun gerçekleştiği enjeksiyon basınç aralığı 1000-1250 bar ve en uygun besleme stok debisi 15 cm^3/s olarak belirlenmiştir. Çekme numuneleri için uygulanan enjeksiyon basıncının 1400-1500 bar olması durumunda numunelerde çapak meydana gelmiştir. 1350 bar enjeksiyon basıncı uygulaması ve 17-25 cm^3/s debi uygulaması çekme numune kalıpları için tam dolun sağlamıştır (Şekil 6-7).

Bağlayıcı Giderme: Isıl bağlayıcı giderme sırasında; hızlı bağlayıcı giderme (10 °C/dakika) numunede yüzeysel (sıvanma, çarpılma) ve iç çatlaklara neden olmakta iken yavaş bağlayıcı giderme (1 °C/dakika) hatasız numune elde edilmesini sağlamıştır. Daha yavaş ısıtma hızlarında ham numunenin şeklini muhafazası için iskelet bağlayıcı (PP) gaz olarak ortamdan uzaklaşırken sıcaklığın etkisiyle steatit tozları içerisinde bir kılcal çekim etkisi oluşmuştur (Şekil 8-9).

Optimum şartlarda elde edilen final numunelerine Archminet prensibiyle yoğunluk ölçümleri yapılmış ve teorik yoğunluk değeri %98-99 aralığında belirlenmiştir. Bitmiş numunelere uygulanan çekme ve üç nokta eğme deneyleri neticesinde çekme ve eğme mukavemet değerleri sırasıyla 47 MPa ve 154 MPa olarak ölçülmüştür [32].

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENT)

2001K120590 ve 2003K120470-09 nolu proje destekleri nedeniyle DPT'ye teşekkür ederiz. Ayrıca, Türk Toz Metalurjisinin gelişiminde büyük pay sahibi olan ve 2008 yılının Kasım ayında kaybettiğimiz hocamız Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ'ı minnet ve şükranla anarız.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. German R.M., Powder Injection Molding, **Metal Powder Industries Federation**, Princeton, USA, 1990.
2. German R.M. and Bose A., Injection Molding of Metals and Ceramics, **Metal Powder Industries Federation**, Princeton, USA, 1997.
3. Mutsuddy B.C., R.G. Ford, Ceramic Injection Molding, **Chapman and Hall**, UK, 1995.
4. Ahn S., Chung S.T., Atre S.V., Park S.J., German R.M., Integrated filling, packing, and cooling CAE analysis of powder injection molding parts, **Powder Metallurgy**, Vol. 51, No: 4, pp. 318–326, 2008.
5. Yang W.W., Yang K.Y., Hon H.H., Solvent debinding mechanism for alumina injection molded compact with water-soluble binders, **Ceramic International**, 29 (7), 745-756, 2003.
6. Bandyopadhyay G. and French K.W., Injection molded ceramics: critical aspects of the binder removal process and component fabrication, **J. Eur. Ceram. Soc.**, 11, 23–34, 1993.
7. Hwang K.S. and Tsou T.H., Thermal debinding of powder injection molded parts: observations and mechanisms, **Metall. Trans.**, 23A, 2775–2782, 1992.
8. Verweij H. and Bruggink W.H.M., Reaction-controlled binder burnout of ceramic multilayer capacitors, **J. Am. Ceram. Soc.**, 73, 226–231, 1990.
9. Woodthorpe J., Edirisingheand M.J. and Evans J.R.G., Properties of ceramic injection moulding formulations, Part 3: **Polymer Removal. J. Mater. Sci.**, 24, 1038–1048, 1989.
10. Supati R., et al., Mixing and characterization of feedstock for powder injectionmolding, **Materials Letters**, 46, (2-3), 109-114, 2000.

11. Lin, H. K. and Hawang, K.S., In situ dimensional changes of powder injection molded compact during solvent debinding, **Acta. Mater.**, 46 (12), 4303-4309, 1998.

12. Goodship, V., Practical guide to injection moulding, **Rapra Technology**, Shawbury, 2004.

13. Thomas-Vielma, A. Cervera, B. Levenfeld, A. Várez, Production of alumina parts by powder injection molding with a binder system based on high density polyethylene, **Journal of the European Ceramic Society**, 28(4), 763-771, 2008.

14. Merz L., et al., Feedstock development for micro powder injection molding, **Microsyst. Technol.**, 8, 129-132, 2002.

15. Angermann H.H. and Biest O.V., **Rev. Particulate Mater.**, 3, 35, 1995

16. Gorjan L., Dakskobler A., Kosmač T., Partial wick-debinding of low-pressure powder injection-moulded ceramic parts, **Journal of the European Ceramic Society**, 30 (15), 3013-3021, 2010.

17. Redy J.J., Ravi N., Vijayakumar M., Simple model viscosity of powder injection mouldingmixer with binder content above powder critical binder volume concentration, **J.Eur. Ceram. Soc.**, 20, 2183-2190, 2000.

18. Hsu K.C., Lin C.C. Lo G.M., Efferct of wax composition on injection moulding of 304 L stainless steel powder, **Powder Metal.**, 37, 272-276, 1994.

19. Zhang T., Evans J.R.G., Woodhorpe J., Injection moulding of silicon carbide using on organic vehicle based on a preceramic polymer, **J. Eur. Ceram. Soc.** 15, 729-734, 1995

20. Hens K.F., German R.M., Advanced processing of advanced materials via powder injection molding, **Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials**, 5, 153-164, 1993.

21. Amaya H.E., Solvent dewaxing: principles and application, in Proceedings of the Powder Metallurgy **Conferences on Advances in Powder Metallurgy**, 3, 233-246, 1990.

22. Urtekin L., Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Steatit Seramiklerin Özelliklerine Kalıplama Ve Sinterleme Parametrelerinin Etkisinin Deneysel Olarak İncelenmesi, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, 2008.

23. Mutsuddy B.C., Injection molding research paves way to ceramic engine parts, **J. Ind. Res. Dev.**, 25b, 76-80, 1983.

24. F. Moore, Rheology of ceramic systems, **Institute of Ceramics**, UK, 18, 1965.

25. Edirisinghe M.J., Shaw H.M., Tomkins K.L., Flow behavior of ceramics injection moulding suspensions, **Ceramic International**, 18, 193-200, 1992.

26. Shibo G., Xuanhui Q., Xinbo H., Ting Z., Bohuave D., Powder injection molding of Ti-6Al-4V alloy, **Journal of Materials Processing Technology**, 173(3), 310-314, 2006.

27. Yang W.W., Yang K.Y., Hon H.H., Effect of PEG molecular weight on rheological behaviour of alumina

injection molding feedstock, **Materials Chemistry and Physics**, 78, 416-424, 2002.

28. Karataş, Ç., Sarıtaş, S., Powder Injection Molding: A High Technology Manufacturing Process, **Journal of The Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University**, 13/2, 193-228, 1998.

29. Edirisinghe M.J., Evans J.R.G., Rheology of ceramic injection molding formulations, **Ceramic Trans. J.**, 86, 18-22, 1987.

30. Karatas C., Kocer A., Ünal H. I., Saritas S., Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic

binders, **Journal of Materials Processing Technology**, 152 (1), 77-831, 2004.

31. CaO M.Y., Rhee B.O, Chuy CI., Usefulness of viscosity measurement of feedstock in powder injection molding, **Advances in Powder Metallurgy**, 2, MPIF, Princeton, NJ, USA, 1991.

32. Urtekin L, Uslan I. and Tuc B., Investigation of Properties of Powder Injection-Molded Steatites, **Journal of Materials Engineering and Performance**, 21 (3), 358-365, 2012.

