

IN718 SÜPERALAŞIM TOZUNUN ENJEKSİYON KALIPLANABİLMESİ İÇİN İSKELET BAĞLAYICI POLİPROPİLEN KULLANILARAK HAZIRLANAN BESLEME STOKLARININ REOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

*Uğur GÖKMEN, **Mehmet TÜRKER

*Gazi Ü. Atatürk Meslek Yüksekokulu Beşevler, ANKARA

**Gazi Ü. Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Müh. Beşevler, ANKARA

ugurgokmen@gazi.edu.tr, mturker@gazi.edu.tr

(Geliş/Received: 27.11.2013; Kabul/Accepted: 02.01.2014)

ÖZET

Yapılan çalışmada, özellikle uzay endüstrisinde yaygın olarak kullanılan IN718 tozunun hatasız toz enjeksiyon kalıplanabilmesi (TEK) için en uygun reolojik özellikleri belirlenmiştir. İskelet bağlayıcı olarak Polipropilen kullanılarak üç farklı bağlayıcı kürü ile %61, 63 ve 65 (%hacimce) toz yükleme oranlarında besleme stokları hazırlanmıştır. Besleme stokları içerisinde bulunan IN718 tozunun ortalama parçacık boyutu 13,40 mikrondur. Kullanılan bağlayıcılar (Polietilenglikol, Parafin Wax, Carnauba Wax, Stearik Asit ve Polipropilen) 3 boyutlu karıştırıcıda kuru olarak 30 dakika karıştırılarak bağlayıcı kürleri hazırlanmıştır. Elde edilen besleme stoklarının reolojik özellikleri kılcal reometre kullanılarak karakterize edilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalarda sıcaklık ve basınca bağlı olarak besleme stoklarının kayma gerilmeleri (τ), kayma hızları ($\dot{\gamma}$), viskoziteleri (η), akış davranış indeksi değerleri (n) ve akış aktivasyon enerjileri (E_a) belirlenmiştir. Kılcal reometrenin sıcaklıkları 130-200°C arasında, basınç değerleri ise 0,165-2,069 MPa arasında değiştirilmiştir. TEK besleme stoklarının kayma gerilmeleri (τ) 10,8-135,3 kPa arasında belirlenmiştir. TEK besleme stoklarının görünür kayma hızları 6,890-814,718 s⁻¹ olarak bulunmuştur. Bağlayıcı formülü, sıcaklığı, kayma gerilmesi ve kayma hızına bağlı olarak besleme stoklarının görünür viskoziteleri 55,349-1571,707 Pa.s aralığında hesaplanmıştır. TEK besleme stoklarının akış davranış indeksi (n) parametrelerinin 1'den az olduğu tespit edilmiştir. Besleme stoklarının görünür viskozitesi üzerine sıcaklığın etkisi incelemiş ve çeşitli kayma gerilmeleri altında akış aktivasyon enerjilerinin 11,750-51,958 kJ/mol aralığında olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Toz enjeksiyon kalıplama, reoloji, süperalaşım IN718

INVESTIGATION OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF FEEDSTOCK USING THE BACKBONE BINDER POLYPROPYLENE FOR INJECTION MOLDING OF IN718 SUPERALLOY POWDER

ABSTRACT

In this study, optimum rheological properties for powder injection molding (PIM) of IN718 powder, widely used in aerospace industry, were determined. The feedstocks were prepared 61, 63 and 65% (volume) powder loading rates with three different binding cures using Polypropylene as backbone binder. The mean particle size of used IN718 powder was 13.40 microns. Components used in the binding (Polyethylene Glycol, Paraffin Wax, Carnauba Wax, Stearic Acid and Polypropylene) were mixed for 30 minutes as dry in three dimensional mixer to prepare binder cures. Rheological properties of feedstock were characterized by using a capillary rheometer. In this experimental studies, shear stress (τ), shear rates ($\dot{\gamma}$), viscosity (η), flow behavior index (n) and the flow activation energies (E_a) of feedstocks were determined depending on the temperature and pressure. Temperatures and pressure values of capillary rheometer changed 130-200°C and 0.165-2.069 MPa, respectively. Shear stress (τ) of PIM feedstocks determined between 10.8-135.3 kPa. Apparent shear rates ($\dot{\gamma}$) of PIM feedstocks were found to be 6.890-814.718 s⁻¹. Apparent viscosities of feedstocks were calculated within

the range 55.349-1571.707 Pa.s depending on the temperature, binder formula, shear stress and shear rate. The flow behavior index (n) parameters for PIM feedstocks were determined to be less than 1. Effects of temperature onto apparent viscosities of feedstocks were also studied and flow activation energies under various shear stresses were determined within the range of 11.750-51.958 kJ/mol.

Keywords: Powder injection molding, rheological, IN718 superalloy

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Toz enjeksiyon kalıplama (TEK) toz metalurjisi bileşenlerin üretimi için alternatif bir işlemdir. TEK teknolojisi küçük, karmaşık ve net şekle yakın parçaların üretiminde kârlı bir yol olduğu için plastik enjeksiyon işleminden esinlenmiştir. Bu teknoloji her yıl sayıları artan birçok seramik ve metalik mühendislik malzemesine son yirmi yılda başarılı bir şekilde uygulanmıştır. Bu malzemeler arasında süperalaşım ve özellikle nikel esaslı süper alaşımların TEK tekniğiyle üretildiğinde döküm gibi diğer teknikler ile karşılaştırıldığı zaman maliyet tasarrufu sağlayabileceği görülmektedir [1-4]. Süperalaşım, genellikle nikel, demir veya kobalt esaslı malzemelerdir ve yüksek sıcaklıklarda yüksek mukavemetli, yeterli oksitlenme direnci ve sıcak korozyon direnci sergileyen ısıya dayanıklı alaşımların bir çeşididir. Bu özellikleri nedeniyle, havacılık, otomotiv, medikal, kimya ve petrokimya sektörleri gibi birçok uygulama alanında kullanılmaktadır. Ancak yüksek mukavemet ve yüksek tokluk özellikleri bu malzemelerin dövme ve talaşlı imalat gibi yöntemler ile şekillendirilmelerini zorlaştırmaktadır. Mevcut endüstriyel uygulamalarda, süperalaşımlardan ürün elde etmede genellikle döküm yöntemi kullanılmaktadır [5]. Inconel 718 gibi nikel esaslı süper alaşımlar, gaz türbin motorlarının mevcut yoğun kullanım koşullarına dayanmak için, yüksek mekanik özelliklerini koruyacak şekilde geliştirilmiştir. Bu alaşımdan yapılan yüksek performanslı parçalar ateşleme odalarında, yakıt enjeksiyon sistemlerinde ve gaz jeneratörü montaj sistemleri içerisinde kullanılmaktadır [6,7]. Özel bir malzeme grubu olan IN718 gibi malzemelerin üretiminde alternatif bir yöntemde TEK'tir. TEK karmaşık geometri tasarımı, minimum malzeme kaybı ve önemli maliyet tasarrufu sağlamaktadır [8]. TEK ile parça üretiminde besleme stoğu hazırlamak ve bağlayıcı gidermek önemli bir aşamadır [9]. TEK işleminin en önemli adımlarından birisi kalıplamayı etkileyen faktörlerdir. Kalıplanabilirliği etkileyen kritik parametrelerden birisi besleme stoğunun reolojik özellikleri ve akıcılığıdır [10]. TEK teknoloji alanının içinde besleme stoğu geliştirilmesi önemli bir rol oynamaktadır [9].

Yapılan bu çalışmada iskelet bağlayıcı olarak Polipropilen (PP) kullanılarak Polietilenglikol (PEG), Parafin Wax (PW), Carnauba Wax (CW) ve Stearik Asit (SA) içeren üç farklı bağlayıcı küre hazırlanmıştır. İçerdiği bileşenlere bağlı olarak suda ve heptan içerisinde çözünebilen malzemelerden

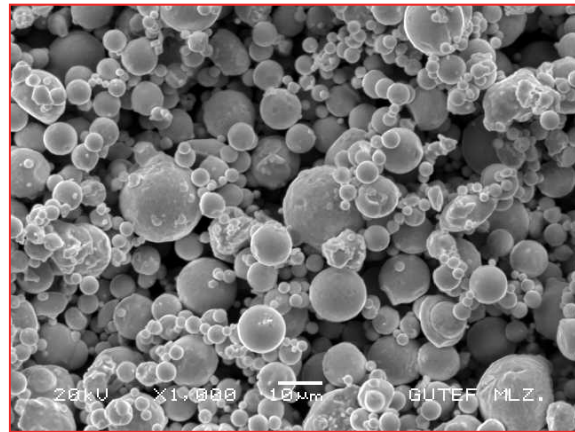
özgün bir bağlayıcı sistemi geliştirilmiştir. Hazırlanan bağlayıcı küreleri nikel esaslı IN718 süperalaşım tozu ile karıştırılarak farklı toz yükleme oranlarında (%hacimce 61, 63, 65) besleme stokları elde edilmiştir. Elde edilen besleme stoklarının sıcaklık ve basınç değişimine bağlı olarak reolojik özellikleri incelenmiştir. K3 bağlayıcı küre ile hazırlanan besleme stoklarının heptan ve su içerisinde yapıdan uzaklaşma durumu değerlendirilmiştir.

2. MATERYAL VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

2.1. Toz ve bağlayıcı özellikleri (Powder and binder characteristic)

Deneyisel çalışmalarda kullanılan IN718 süperalaşım tozları Sandvik Osprey Limited firmasından temin edilmiştir ve piknometre yoğunluğu $8,20 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Tozların kimyasal bileşimleri Tablo 1'de verilmiştir. IN718 tozları gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiş küresel şekilli tozlar olup JEOL JSM 6060LV taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilen görüntüleri Şekil 1'de gösterilmiştir.

Malvern Mastersizer marka lazer saçınım boyut ölçme cihazı kullanılarak ortalama toz boyutları belirlenmiştir. IN718 tozunun ortalama boyut değerleri ve parçacık boyut dağılımları Şekil 2'de verilmiştir.



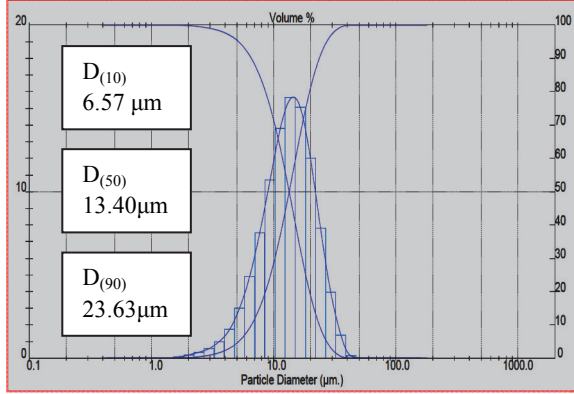
Şekil 1. IN718 küresel tozunun SEM görüntüsü (SEM image of spherical IN718 powders)

Yapılan önceki çalışmalarda birden fazla bağlayıcı bileşeni içeren bileşenlerin kullanılması durumunda bağlayıcı giderme aşamasında oluşabilecek hataların minimuma indirilebileceği bildirilmektedir [11]. Bu nedenle deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere 3 farklı bağlayıcı küre hazırlanmıştır. Hazırlanan

Tablo 1. IN718 Süperalaşım tozunun kimyasal bileşimi (Chemical composition of IN718 Superalloy powders)

Toz		C	Mn	Si	B	Cr	Mo	Ni	Nb	Cu	Al	Ti	Fe
IN718	Min	0,03	-	-	-	17,0	2,8	50	4,75	-	0,2	0,65	M
	Max	0,06	0,12	0,22	0,006	21,0	3,3	55	5,50	0,3	0,8	1,15	M

bağlayıcı kürlünde iskelet bağlayıcı olarak PP kullanılmıştır. 3 kür içerisinde de SA yağlayıcı olarak kullanılmıştır. Bağlayıcı kürleri içerisinde kullanılan bileşenlerin özellikleri Tablo 2’de ve çalışmada kullanılan bağlayıcıların oranları Tablo 3’te verilmiştir.

**Şekil 2.** IN718 tozunun boyut dağılım grafiği (Particle size distribution graphic of IN718 powder)**Tablo 2.** Bağlayıcı bileşenlerinin bazı özellikleri (Some properties of binder component)

Cins	Yoğunluk (g/cm ³)	Ergime noktası (°C)
Polipropilen	0,85	189
(PEG10000)	1,200	58-63
(PEG8000)	1,204	60-63
Parafin Wax	0,90	90
CarnaubaWax	0,97	98-112
Stearik Asit	0,84	67-69

Tablo 3. Çalışmada kullanılan bağlayıcı kürlünün bileşenleri (Components of binder cures)

Bağlayıcı Kürü	Bağlayıcı bileşenleri	Oran (%Ağırlıkça)
K1	PEG 8.000	68
	Polipropilen	27
	StearikAsit	5
K2	Parafin Wax	67
	Carnauba Wax	12
	Polipropilen	20
K3	StearikAsit	1
	PEG 10.000	25
	Parafin Wax	33
	Carnauba Wax	11
K3	Polipropilen	30
	StearikAsit	1

Tablo 3’te görüldüğü gibi bağlayıcı kürleri K1, K2 ve K3 olarak adlandırılmıştır. K1 bağlayıcı sistemi ağırlıkça suda çözünebilir PEG esaslı malzemeden

oluşmaktadır. K2 bağlayıcı sistemi kimyasal ayrıştırıcı (heptan) içerisinde çözünebilir parafin esaslı malzemeden oluşmaktadır. K3 bağlayıcı sistemi ise içerdiği bileşenlere bağlı olarak suda ve heptan içerisinde çözünebilir malzemelerden özgün bir bağlayıcı sistemi olarak geliştirilmiştir.

2.2. Besleme stoklarının hazırlanması (Preparation of feedstocks)

Reoloji çalışmalarında, ilk olarak kullanılan bağlayıcı bileşenleri Turbula marka 3 boyutlu karıştırıcıda kuru olarak 30 dakika süreyle karıştırılarak Tablo 3’te verilen K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürleri hazırlanmıştır. TEK besleme stoklarının homojensizliği karışım ile ilgilidir. Besleme stoğunda fazla toz, az bağlayıcı kullanılması durumunda viskozitenin arttığı ve kalıplanmada zorluklar yaşandığı daha önce yapılan bazı çalışmalarda belirtilmiştir [11-13]. Bağlayıcının fazla olması durumunda ise sinterleme sırasında parçada aşırı bir boyutsal daralma, kalıplama sırasında bağlayıcı ayrışmasına, homojensizliğe ve bağlayıcı giderme sırasında çökmeye neden olduğu daha önce yapılan çalışmalarda vurgulanmıştır [11,12]. Homojen bir besleme stoku hazırlamak amacıyla bağlayıcı kürleri ve IN718 tozu bir sıcak karıştırma sistemi ile 30 dakika süre ile karıştırılmıştır. Hazırlanan karışımlar içerisinde bulunan toz yüzdeleri hacimce %61, 63 ve 65 olarak belirlenmiştir. Belirlenen değerler kritik toz yükleme oranının yaklaşık %2-5 altında seçilmiştir. Bütün bağlayıcı kürleri için kritik toz yükleme oranları literatürden yararlanılarak belirlenmiştir [11].

2.3. Termal Analizler (Thermal analysis)

Reoloji çalışmaları öncesi sıcaklığa bağlı olarak bağlayıcı bileşenlerinin ayrışma sıcaklıklarını ve malzeme kaybının başlangıç sıcaklığını tespit etmek amacıyla TG ve DTA analizleri yapılmıştır. TG ve DTA analizleri Exstar S11 7300 marka cihaz kullanılarak 10°C/dakika ısıtma hızında 500°C sıcaklığa çıkılarak argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. 500°C sıcaklıkta 30 dakika beklendikten sonra numuneler koruyucu atmosfer kullanılmadan oda sıcaklığına soğutulmuştur.

2.4. Reoloji Ölçümleri (Rheological measurements)

Yapılan reoloji çalışmalarında besleme stoklarının viskoziteleri, kılcal reometre cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Testler ASTM D 1238 (TS EN ISO 1133) standardına göre yapılmıştır. Kılcal reometre cihazı içerisinde bulunan çapı 9,5 mm ve yüksekliği 8 mm olan kalıp tungsten karbür malzemesinden üretilmiştir. Kalıp üzerinde bulunan ve besleme

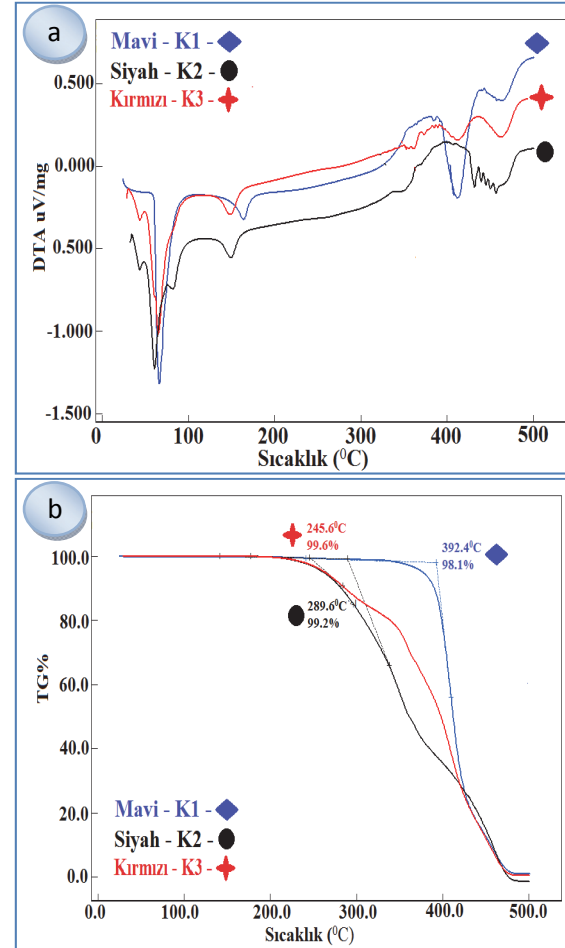
stokunun içerisinde geçerek aktığı silindirik nozul 2,095 mm çapındadır. Kalıp içerisinde bulunan besleme stoku içerisinde piston ile basınç uygulanmıştır. Uygulanan basınç sonrasında oluşan hız ve hıza bağlı olarak yer değiştirme miktarı ölçülmektedir. Değişen kayma gerilmelerine ve kayma hızlarına bağlı olarak viskoziteler belirlenmiştir. Besleme stoklarının reolojik ölçümleri 130-200°C sıcaklık aralığında ve 0,165-2,069 MPa aralığında basınç değerlerinde gerçekleştirilmiştir.

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

3.1. Bağlayıcı kürlerinin TG ve DTA analizleri (TG and DTA analysis of the binder cures)

Şekil 3'te K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürleri için DTA ve TG eğrileri verilmiştir. K1 için ilk tepkime piki yaklaşık 66°C sıcaklıkta, ikinci tepkime piki ise 163,9°C sıcaklıkta gözlenmiştir. Yaklaşık 492°C sıcaklıkta bağlayıcı sisteminin tamamen kaybolduğu tespit edilmiştir (Şekil 3a). K2 bağlayıcı sistemi için Şekil 3'te verilen DTA eğrisine bakıldığında 200°C sıcaklık altında 4 farklı noktada tepkime piki gözlenmiştir. K2 kürü için DTA ve TG eğrileri birlikte dikkate alındığında yaklaşık 280-290°C sıcaklık aralığında malzemede bozunma olduğu ve buna bağlı olarak kütle kaybı olduğu anlaşılmaktadır. 480°C civarında bağlayıcı sisteminin tamamının kaybolduğu görülmektedir. Yeni geliştirilen K3 bağlayıcı kürü için Şekil 3a'da verilen DTA eğrisi incelendiğinde 200°C sıcaklık altında 5 farklı noktada tepkime piki gözlenmiştir. Bağlayıcı kürü içerisinde bulunan bileşenler dikkate alındığında DTA eğrisi üzerinde 5 farklı noktada pik oluşması ideal bir sonuç olarak düşünülmektedir. Şekil 3b'de verilen TG eğrisinde ise K3 kürü için 246°C sıcaklıkta malzemede herhangi bir kayıp olmadığı görülmektedir. Malzeme kaybının yaklaşık 247°C sıcaklıktan sonra başladığı tahmin edilmektedir. TG eğrisinden faydalanılarak 338°C sıcaklıkta malzemenin %20'si, 395°C sıcaklıkta %47'si, 422°C sıcaklıkta ise yaklaşık %75'nin yapıdan ayrıştığı söylenebilir. 475°C civarında bağlayıcı sisteminin tamamının yapıdan uzaklaştığı gözlenmiştir. Bütün bağlayıcı kürleri için yapıları içerisinde bulunan bileşenlerin ergime sıcaklıklarına göre yapıdan uzaklaştığı anlaşılmaktadır. Bu durum enjeksiyon kalıplama için istenilen bir sonuçtur [14, 15]. Özgün bir bağlayıcı kürü olarak geliştirilen K3 sistemi için verilen TGA eğrisi incelendiğinde yapı içerisinde bulunan bağlayıcı bileşenlerinin K1 ve K2 kürlerinde olduğu gibi yapıyı kademe kademe terk ettiği ve bozunma başlangıcı sıcaklığı için uç noktada bir tepkime piki sergilemediği söylenebilir. K3 kürü ve diğer kürler içerisinde iskelet bağlayıcı olarak bulunan PP miktarı ve ergime sıcaklığı (Tablo 2) dikkate alındığında bağlayıcı kürlerinin tamamen kaybolması bakımından herhangi bir uç nokta gözlenmemiştir. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde iskelet bağlayıcı olarak kullanılan bileşenlerin ham

parçayı sinterleme aşamasına kadar bozulmadan taşınması bakımından miktarının yüksek olması istenilen bir durumdur [16]. Bu bakımdan K3 bağlayıcısının K1 ve K2 bağlayıcı kürlerine göre kalıplama işlemi sonrası daha yüksek ham mukavemet sağlayacağı düşünülmektedir. Bağlayıcı kürlerinin TG ve DTA analizleri sonuçlarına bağlı olarak reoloji çalışmaları 130-200°C sıcaklık aralığında yapılmıştır.



Şekil 3. K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürlerine ait DTA (a) ve TG eğrileri (b) ((a) DTA and (b) TG curves K1, K2 and K3 binder cures)

3.2. Viskozite Üzerine Sıcaklığın Etkisi (Effect of temperature on viscosity)

Sıcaklık değişiminin besleme stoklarının viskozitesine etkisini incelemek amacıyla yapılan deneylerde artan sıcaklığa bağlı olarak viskozitede azalma tespit edilmiştir. TEK işleminde viskozitenin sıcaklığa bağlı değişiminin gayet önemli olduğu vurgulanmıştır [17-21]. Eğer viskozite sıcaklık değişimine çok duyarlı ise kalıplama sırasında herhangi bir küçük sıcaklık dalgalanmasının viskozite değişimine neden olacağı, bu değişimin kalıplanmış parça içerisinde konsantrasyon gerilmesine sebep olacağı ve bunun sonucunda numunede çatlama ve bozulmaların olacağı belirtilmiştir [18]. Sıcaklık değişiminin viskozite üzerine etkisini akış aktivasyon enerjisi (E_a) üzerinden değerlendiren araştırmacılar, eğer E_a değeri

düşük ise viskozitenin sıcaklık değişimine çok duyarlı olmadığını ve bu nedenle kalıplama sırasında sıcaklığın küçük bir dalgalanmasının ani viskozite değişimlerine neden olmayacağını belirtmişlerdir [18, 22]. Şekil 4 a, b ve c’de farklı toz yükleme oranlarına, kayma gerilmelerine ve bağlayıcı kürlere sahip besleme stoklarının sıcaklığa bağlı viskozite değişimleri verilmiştir. Çeşitli çalışmalarda viskoziteye sıcaklığın etkisinin Arrhenius eşitliği ile hesaplanabileceği bildirilmiştir [17-20]. Şekil 4 a, b, ve c’de verilen eğrilerin eğiminden ve Eşitlik 1’de verilen denklem kullanılarak log viskozite ve 1/T değişiminden akış aktivasyon enerjisi hesaplanmıştır. Elde edilen Ea değerleri Tablo 4’te verilmiştir.

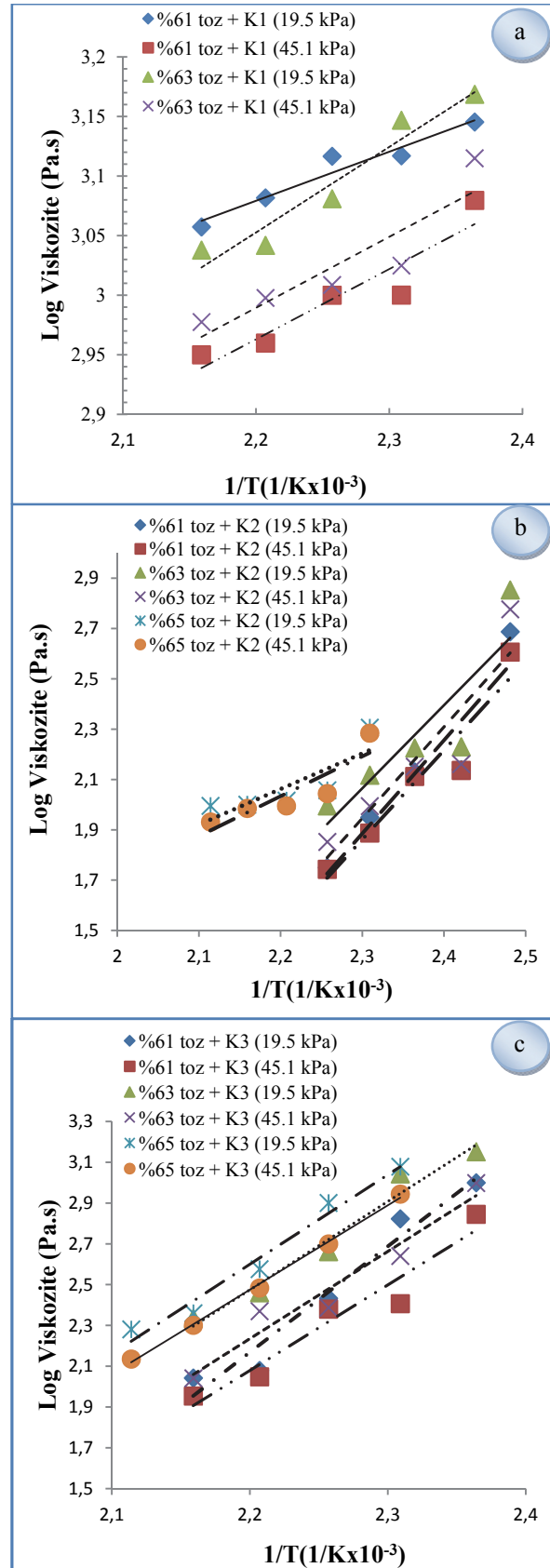
$$\log \eta = Ea/R(1/T) \quad (1)$$

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

Bağlayıcı kürlerinin içerisinde bulunan bileşenlerin ergiyik duruma geçme sıcaklıkları ve DTA eğrileri dikkate alınarak reoloji çalışmaları için sıcaklık aralığı 10°C artışla $130\text{-}200^\circ\text{C}$ arasında değiştirilmiştir. K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürleri ile hazırlanan bütün besleme stokları için artan sıcaklığa bağlı olarak viskozitenin azaldığı görülmektedir. Şekil 4 a, b ve c incelendiğinde artan sıcaklık ile viskozitenin azaldığı açıkça görülebilecektir. Bağlayıcı küre içerisindeki bileşenlere ve uygulanan kayma gerilmesine bağlı olarak farklı sıcaklık aralıklarında farklı viskozite değerleri elde edilmektedir [19-21, 23]. K1 bağlayıcı küre ile hazırlanan besleme stoklarında % 63 toz yükleme oranından daha yüksek değerlerde belirlenen sıcaklık aralığında ve kayma gerilmesi değerlerinde akış elde edilememiştir. K2 ve K3 kürleri ile hazırlanan besleme stoklarında ise sıcaklığa bağlı olarak oluşabilecek bozulmalar ve akış şekli göz önüne alınarak % 65 toz yükleme oranından daha yukarı değerler dikkate alınmamıştır. Tablo 4’te verilen akış aktivasyon değerleri incelendiğinde değişen toz yükleme miktarına ve kayma gerilmesine paralel olarak Ea değerinin değiştiği gözlenmektedir.

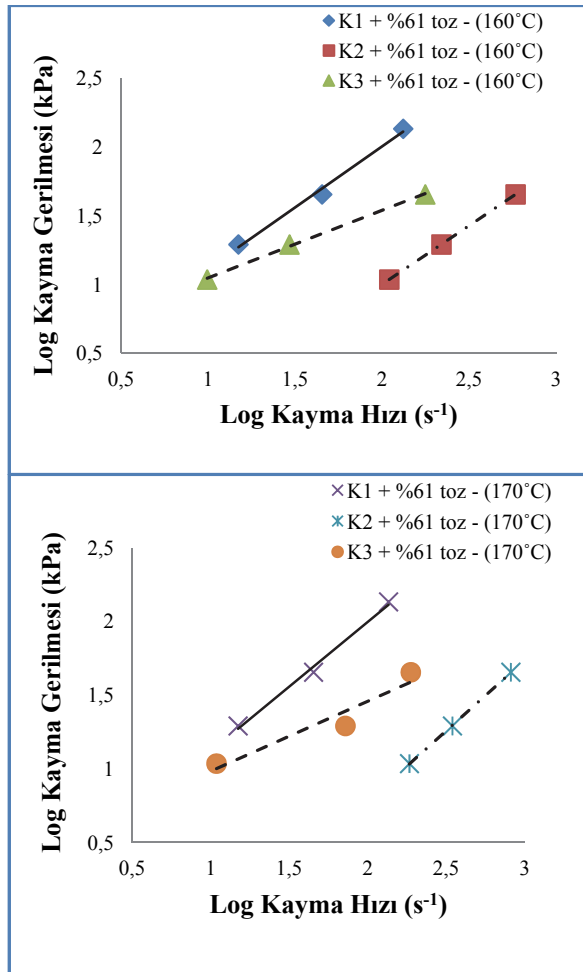
Tablo 4. Bağlayıcı küre ve toz yükleme oranına bağlı olarak Ea değişimi (Change of Ea depending on the powder load ratio and binder cure)

	Toz miktarı (% hacimce)	Ea (kJ/mol)	
		$\tau : 19,5 \text{ kPa}$	$\tau : 45,1 \text{ kPa}$
K1	61	34,415	48,940
	63	51,958	49,440
K2	61	30,788	29,442
	63	27,431	30,156
	65	11,750	13,710
K3	61	40,210	37,860
	63	35,982	35,558
	65	33,472	28,378



Şekil 4. Farklı toz yükleme oranlarında sıcaklığa bağlı viskozite değişimi: a) K1, b) K2, c) K3. (Change of viscosity depending on the temperature of the different powder loading rates: (a) K1, (b) K2, (c) K3)

Ea'nın düşük olmasının akış için gerekli enerjini düşük olması buna bağlı olarak da viskozitenin düşük olması anlamına gelmektedir [17, 19]. En düşük viskozite değerlerine K2 kuru kullanılarak hazırlanan besleme stokları ile ulaşılmıştır ve bu durum Ea değeri ile paralellik sergilemektedir. Sotomayor ve ark. [18] tarafından yapılan bir çalışmada toz yükleme oranı arttıkça Ea değerinin azaldığı belirtilmiştir. Karışım içerisindeki toz miktarının artmasına bağlı olarak numunenin termal iletkenliğinin artacağı akış aktivasyon enerjisi değerinin azalacağını vurgulamışlardır. Bu bakış açısında toz enjeksiyon kalıplama uygulamaları için en yüksek toz içeriğine sahip besleme stokunun en iyi seçenek olduğunu belirtmişlerdir. Tablo 4'te K3 kuru ile hazırlanmış besleme stoklarının Ea değerleri incelendiğinde artan toz miktarına paralel olarak akış aktivasyon enerjisinde kısmen bir azalma gözlenmiştir. Bu durum daha önce yapılan bir çalışma ile paralellik sergilemektedir. Yapılan incelemelere paralel olarak viskozite ve Ea değeri bakımından 160 ve 170°C sıcaklıkların bütün besleme stokları için uygun değerler olduğu düşünülmektedir ve diğer incelemeler bu sıcaklıklar dikkate alınarak yapılmıştır.



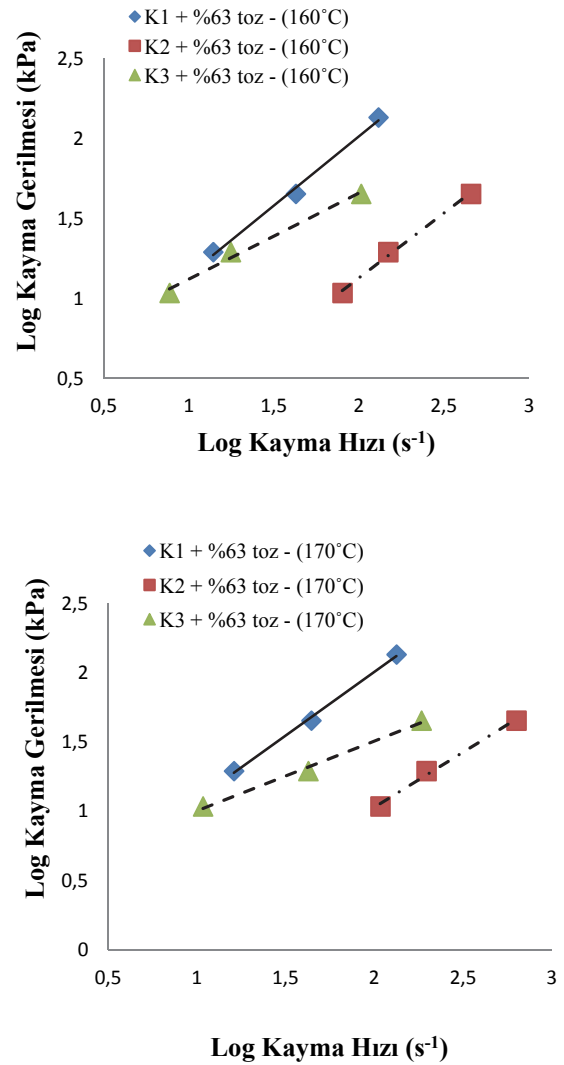
Şekil 5. %61 toz yükleme oranı için log kayma gerilmesi-log kayma hızı grafikleri (The graphs of Log Shear Stress-Shear rate for powder loading rate at 61%)

3.3. Akış Davranış İndeksi (Flow Behavior Index)

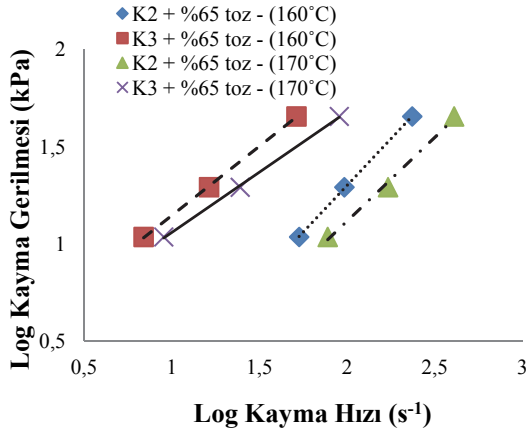
Enjeksiyon kalıplama koşulları altında besleme stoklarının davranışlarını incelemek için, akış davranış indeksinin (n) hesaplanması gerekmektedir. Psödoplastik akışkan davranışı için en uygun yaklaşım şu şekilde belirtilmiştir;

Eşitlik 2'de; τ : kayma gerilmesi, $\dot{\gamma}$: kayma hızı K: sabit ve n: akış davranış indeksi olarak verilmiştir. "n" değeri, kayma hızına (oranı) karşılık viskozite hassasiyetinin derecesini gösterir. Düşük n için kayma hızı yüksektir. "n" değeri logaritmik olarak kayma gerilmesi kayma hızı grafiğinin doğrusal aralıktaki eğiminden hesaplanır [18-21,24]. Şekil 5-7'de farklı toz yükleme oranlarına ve bağlayıcı kürlere bağlı olarak elde edilen eğimler karşılaştırılmıştır.

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad (2)$$



Şekil 6. %63 toz yükleme oranı için log kayma gerilmesi-log kayma hızı grafikleri (The graphs of Log Shear Stress-Shear rate for powder loading rate at 63%)



Şekil 7. %65 toz yükleme oranı için log kayma gerilmesi-log kayma hızı grafikleri (The graph of Log Shear Stress-Shear rate for powder loading rate at 65%)

İdeal enjeksiyon kalıplama için $n < 1$ olduğu bu akış davranışının psödoplastik akış davranışı olduğu belirtilmiştir [18-20]. $n > 1$ olduğu durumlarda dilatant akış davranışı sergilendiği ve bu akış tipinde yüksek basınçlarda toz bağlayıcı ayrışması görülebileceği belirtilmiştir. Ayrıca çok yüksek kayma hızlarında psödoplastik bir sistemin dilatant gibi bir akış davranışı sergileyeceği vurgulanmıştır [18-20]. Şekil 5-7'de verilen eğrilerin eğiminden "n" değerleri hesaplanmıştır. Hesaplanan akış davranış indeksi değerleri Tablo 5'te verilmiştir.

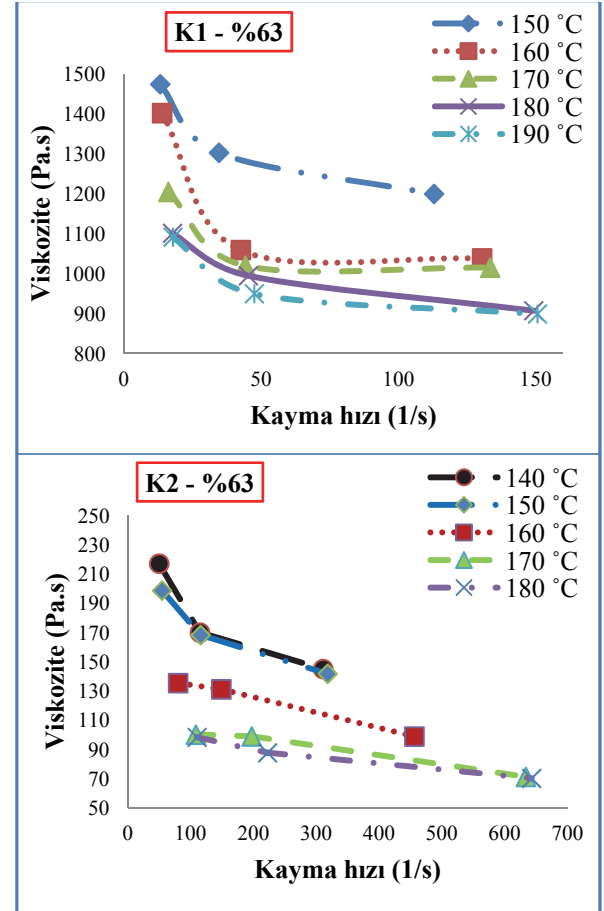
Tablo 5'te verilen "n" değerleri incelendiğinde de bütün toz yükleme oranları ve bağlayıcı küreleri için değerler 1' den küçüktür ve bütün besleme stokları için psödoplastik akış davranışı söz konusudur. Enjeksiyon kalıplama için en uygun akış davranışının psödoplastik akış davranışı olduğu bilinmektedir [18-20, 23]. Besleme stokları için düşük "n" değerinin yüksek kayma hassasiyeti ve psödoplastik davranış sergiledikleri vurgulanmıştır [17, 24-27]. Tablo 5'te K3 küre ile hazırlanan besleme stoklarına ait "n" değerleri incelendiğinde diğer bağlayıcı kürelerine kıyasla daha düşük değerler olduğu görülmektedir. Bu duruma göre K3 bağlayıcı küre kullanılan besleme stoklarında enjeksiyon kalıplama sırasında yüksek kayma hassasiyeti sağlanabileceği düşünülmektedir.

3.4. Akışkanlık (Fluidity)

Üç farklı bağlayıcı küre ile hazırlanmış besleme stoklarına ait viskozite-kayma hızı grafikleri Şekil 8'de ve Şekil 9a'da verilmiştir. Besleme stokları içerisindeki toz miktarı % 63 olarak belirlenerek, bağlayıcı küre ve sıcaklığa bağlı olarak grafikler

oluşturulmuştur. Şekil 8 ve Şekil 9a'da verilen grafikler incelendiğinde artan kayma hızına ve sıcaklığa bağlı olarak viskozitede azalma gözlenmiştir. Enjeksiyon kalıplama sırasında kayma hızının $100-1000 \text{ s}^{-1}$ aralığında ve buna bağlı olarak hatasız bir kalıplama için viskozitenin 1000 Pa.s ' nin altında olması gerekmektedir [18, 19, 22, 23, 26, 27].

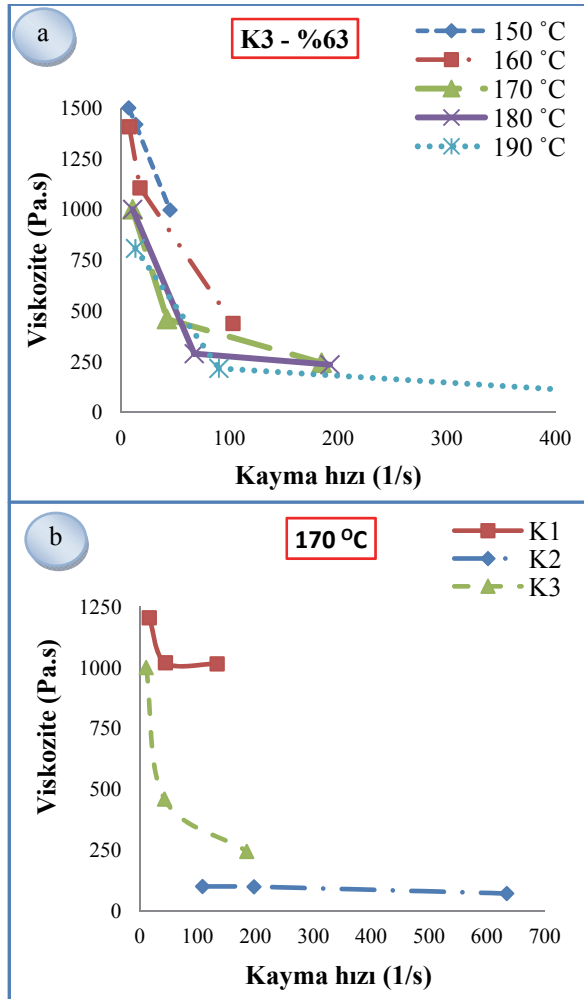
Şekil 8'de ve Şekil 9a'da verilen kayma hızı değerleri incelendiğinde en düşük kayma hızı değerlerine K1 bağlayıcı küre ile hazırlanan besleme stoklarında ulaşılabılırken ($13,228-150,51 \text{ s}^{-1}$) en yüksek kayma hızı değerleri K2 bağlayıcı küre ile elde edilmiştir ($16,871-643,078 \text{ s}^{-1}$). Bağlayıcı kürelerine ve kayma hızlarına paralel olarak viskozite değerleri K1 bağlayıcı küre için $898,741-1474,304 \text{ Pa.s}$ aralığında, K2 bağlayıcı küre için $70,121-641,940 \text{ Pa.s}$ aralığında değişmektedir.



Şekil 8. K1 ve K2 küreleri için viskozite-kayma hızı grafikleri (The graphs of Viscosity-Shear rate for K1 and K2 cures)

Tablo 5. Besleme stoklarının Akış Davranış İndeksi Sonuçları (Flow behavior index results of feedstocks)

Akış Davranış İndeksi (n)	Bağlayıcı Küre	Sıcaklık (°C)	Toz Yükleme Oranı (%Hacimce)		
			61	63	65
	K1		160	0,886	0,865
170			0,887	0,919	-
K2		160	0,853	0,810	0,958
		170	0,960	0,795	0,860
K3		160	0,491	0,537	0,711
		170	0,474	0,503	0,620



Şekil 9. K3 kürü ve sabit sıcaklık için viskozite-kayma hızı grafikleri (The graphs of Viscosity-Shear rate for K3 cures and constant temperature)

K2 kürünün K1 kürüne göre viskozitesinin daha düşük çıkmasının sebebi K2 kürü içerisinde bulunan yüksek miktardaki PW'tan kaynaklanmaktadır. PW'ın besleme stokları içerisinde yüksek akışkanlığa neden olduğu bilinmektedir [19]. Özgün bir bağlayıcı kürü olarak geliştirilen K3 sisteminde ise viskozite değerleri 109,996-1499,777 Pa.s aralığında değişmektedir. K3 kürü ile elde edilen viskozite değerleri K1 ve K2 kürleri ile elde edilen değerlerin arasındadır. K3 kürüne ait viskozite değerlerinin ara değerler olarak hesaplanması bağlayıcı sistemi içerisinde bulunan PW'nin ve PP'nin etkin olduğunun bir göstergesi olarak düşünülmektedir.

Deneysel sonuçlardan elde edilen akış davranış indeksi (n) ve viskozite değerleri dikkate alınarak Şekil 9b'de sabit sıcaklıkta (170°C) ve toz yükleme oranında (%63) bağlayıcı kürü değişimine bağlı olarak viskozite-kayma hızı grafikleri verilmiştir. Şekil 9b'de verilen grafikte de açıkça görüldüğü gibi K3 bağlayıcı kürü ile elde edilen viskozite değerleri K1 ve K2 bağlayıcı kürlerine kıyasla ara değerlerdir. PP'nin besleme stoku içerisinde iskelet bağlayıcı olarak kullanıldığında kalıplama sonrası ham

yoğunluğu artırdığı fakat akışkanlığı zorlaştırdığı bilinmektedir [16, 17]. K3 kürü ile elde edilen besleme stoklarının hem akılcılığının iyi olması hem de içerdiği yüksek miktardaki PP ile diğer kürlere kıyasla hatasız bir enjeksiyon kalıplama için daha uygun olacağı düşünülmektedir.

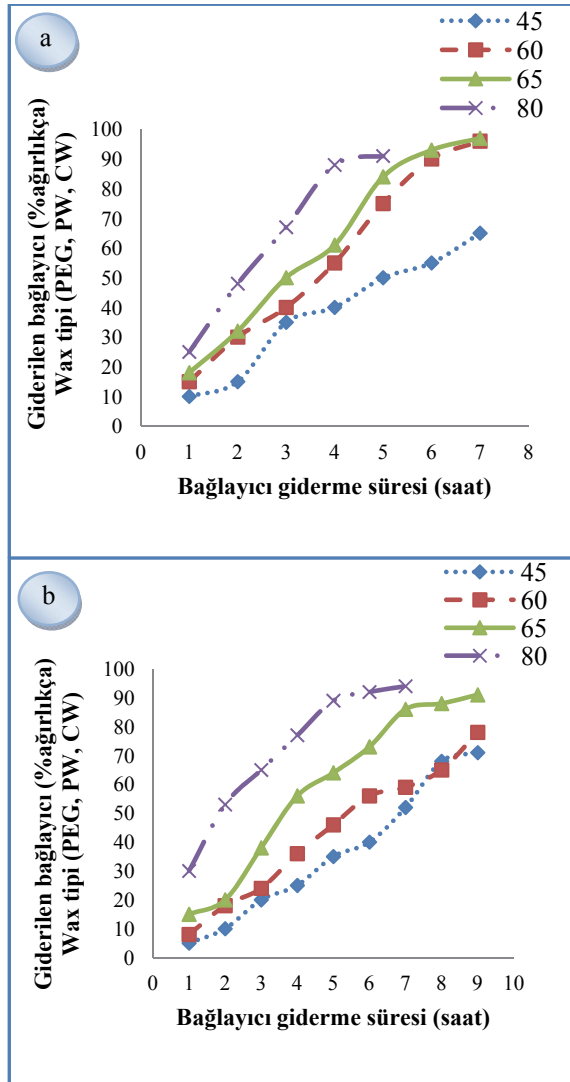
Tablo 6'da sabit toz yükleme oranında (%63 hacimce) ve sabit sıcaklıkta (170°C) bağlayıcı kürüne bağlı olarak akışkanlık meydana gelen değişimler hesaplanmıştır. Tablo 6'da görüldüğü gibi K2 kürü ile hazırlanan besleme stokunun akışkanlık değeri en yüksek çıkarken K1 kürü ile hazırlanan besleme stokunun akışkanlık değeri en düşük çıkmıştır. K2 kürünün akışkanlığının yüksek çıkmasının sebebinin yapı içerisinde yüksek miktarda bulunan PW'tan ve CW'tan kaynaklandığı düşünülmektedir. Toz enjeksiyon kalıplama işleminde besleme stokları içerisinde bulunan PW yüksek akışkanlığa neden olmaktadır [16, 19]. K3 kürü ile hazırlanan besleme stokunda elde edilen akışkanlık değeri K2 değerine yakın çıktığı ve akışkanlığının yüksek olduğu söylenebilir. K3 kürü ile elde edilen $1/\eta$ değeri Tablo 5'te verilen akış davranış indeksi "n" değerini destekler niteliktedir.

Tablo 6. Bağlayıcı kürlerine bağlı olarak besleme stoklarının akışkanlık değerleri (Fluidity values of feedstocks depending on the binder cures)

Bağlayıcı kürü (%63toz) (170°C)	$1/\eta$ ($\times 10^{-3} \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1}$)
K1	1,12 (γ : 152,09)
K2	8,19 (γ : 159,05)
K3	6,75 (γ : 159,85)

3.5 Bağlayıcı Giderme (Debinding)

Bağlayıcı giderme toz enjeksiyon kalıplama işleminde en kritik aşamalardan birisidir. Şekil 3a'da verilen DTA eğrilerinden yararlanılarak % 63 toz içeriğine sahip K3 kürü ile hazırlanan besleme stoklarına farklı sıcaklıklarda ve sürelerde iki farklı çözücü içerisinde bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Yeni geliştirilen K3 kürü içerisinde bulunan bileşenlere bağlı olarak suda ve heptan içerisinde çözünebileceği düşünülen bir bağlayıcı kürüdür. % 63 toz + K3 içeren besleme stokuna ait bağlayıcı giderme sonuçları Şekil 10a ve b'de verilmektedir. Yapı içerisinde bulunan PP'nin ergime sıcaklığı ve ham yoğunluğa sahip parçayı sinterleme aşamasına kadar taşınması düşüncesi göz önüne alınarak sadece Wax ve PEG tipi bağlayıcı bileşenleri uçurulmuştur. Heptan içerisinde yapılan çözündürme işlemi incelendiğinde 45°C sıcaklıkta yapılan işlemlerde bağlayıcı bileşenlerinin (wax tipi) kısmen çözündüğü, 60 ve 65°C sıcaklıkta tamamına yakınının çözündüğü gözlenmiştir. 80°C sıcaklıkta yapılan işlemlerde numunelerde bozunma olduğu görülmüştür.



Şekil 10. Bağlayıcı giderme (%63 toz + K3): a) Heptan içerisinde b) Su içerisinde ((63% + K3) Debinding: a) In Heptane b) In water)

Su içerisinde yapılan çözündürme işlemlerinde, 45 ve 60°C sıcaklıklarda bağlayıcı bileşenlerinin büyük bir kısmının çözünmeden yapıda kaldığı ve çözündürme işleminin daha uzun sürdüğü gözlenmiştir. Su içerisinde yapılan çözündürme işleminde artan sıcaklığa ve zamana bağlı olarak çözünen madde miktarının arttığı, fakat bu duruma paralel olarak numunede bozulmalar olduğu gözlenmiştir. K3 tipi bağlayıcı küre ile hazırlanan besleme stoklarının zaman ve sıcaklık tasarrufu bakımından heptan içerisinde ayrıştırılmasının daha uygun olacağı düşünülmektedir.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Yapılan bu çalışmada hazırlanan tüm besleme stokları psödoplastik bir akış davranışı sergiledikleri için toz enjeksiyon kalıplama (TEK) için uygundur. Elde edilen viskozite değerleri K1, K2 ve K3 bağlayıcı kürelerine paralel olarak değişiklik göstermiştir. Tüm bağlayıcı küreleri ile hazırlanan besleme stoklarında

artan toz yükleme oranına bağlı olarak viskozitede azalma meydana gelmiştir. Artan sıcaklığı paralel olarak kayma hızı artmış ve viskozite azalmıştır. Sıcaklık değişiminden faydalanılarak akış aktivasyon enerjileri hesaplanmıştır (Ea). Özgün bir bağlayıcı küre olarak geliştirilen K3 bağlayıcı sistemi ile hazırlanan besleme stoklarında elde edilen viskozite, akış davranış indeksi (n), akış aktivasyon enerjisi ve akıcılık ($1/\eta$) değerlerinin dengeli bir enjeksiyon kalıplama için TEK besleme stoklarında istenilen aralıklarda olduğu gözlenmiştir. K3 bağlayıcı küre ile hazırlanan besleme stoklarından heptan içerisinde 60°C de 7 saat süreyle yapılan çözündürme işlemi ile wax tipi bağlayıcıların tamamına yakını yapıdan giderilmiştir. K3 küre için heptan'ın uygun bir çözücü olduğu belirlenmiştir.

TEŞEKKÜRLER (ACKNOWLEDGEMENTS)

Bu çalışmaya Bilimsel Araştırma Projesi (No: 07/2011-57) kapsamında destek sağlayan Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Proje (BAP) birimine teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- Contreras, M., Jiménez-Morales, A., Torralba, J.M., "Influence Of Particle Size Distribution And Chemical Composition Of The Powder On Final Properties Of Inconel 718 Fabricated By Metal Injection Moulding (Mim), **PIM International**, 4: 1, 67-70, 2010.
- Klöden, B., Jehring, U., Weißgärber, T., Kieback, B., Langer, I., Ralf W.-E. Stein, "High Temperature Properties of MIM-Processed Superalloys", **Powder Injection Moulding-Superalloys & Composites- PM2010 World Congress**, Floransa, İtalya, 2010.
- Cheng, L.H., Hwang, K.S., Fan, Y.L. "Molding Properties and Causes of deterioration of Recycled Powder Injection Molding Feedstock", **Metallurgical And Materials Transactions A**, 3210 – 3216, 2009.
- German, RM, Bose A. "Injection moulding of metals and ceramics", **Metal Powder Industries Federation**. NJ: Princeton; 1997.
- Youhua, H., Yimin, L., Hao, H., Jia, L., Xiao, T. "Preparation and Mechanical Properties of Inconel718 Alloy by Metal Injection Molding", **Rare Metal Materials and Engineering**, 39: 5, 775-780, 2010.
- Julien, B., Després, M. "Metal Injection Moulding: A Near Net Shape Fabrication Method for the Manufacture of Turbine Engine Component." **In Cost Effective Manufacture via Net-Shape Processing**, 8-1, 2006.
- Valencia, J.J., McCabe, T., Hens, K., Hansen, J.O., Bose, A., "Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 625 and 718 Alloys Processed by Powder Injection Molding", **Superalloys 718, 625, 706 and Various**

- Derivatives**, ed. E.A. Loria, **The Minerals, Metals & Materials Society**, 935 – 945, 1994.
8. Johnson, J. L., Tan, L.K., Suri, P., German, R.M., “Mechanical Properties And Corrosion Resistance Of Mim Ni-Based Superalloys”, **Advances in Powder Metallurgy&Particulate Materials 2004**, Part4, Princeton: Metal Powder Industries Federation, 89-101, 2004.
 9. Auzène,D,“Investigations into water soluble binder systems for Powder Injection Moulding” **PIM International**, 5:1, 51-54, 2011.
 10. Karatas, Ç., Sözen, A., Arcaklioglu, E., Erguney, S., “Investigation of mouldability for feedstocks used powder injection moulding” **Materials and Design** 29, 1713–1724, 2008.
 11. Urtekin, L., “Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Steatit Seramiklerin Özelliklerine Kalıplama ve Sinterleme Parametrelerinin Etkisinin İncelenmesi ”Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, 45-86, 99, 2008.
 12. Karataş, Ç., Sarıtaş, S., “Toz Enjeksiyon Kalıplama : Bir Yüksek Teknoloji İmalat Metodu”, **Journal of Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University.**, 13:2, 193, 1998.
 13. German, R.M., “**Powder Injection Molding**”, New Jersey, USA, 1-225, 1990.
 14. German, M.R., “Powder Injection Molding”, Metal Powder Industries Federation, USA, 219-276, 1990.
 15. Karataş, Ç., “Toz Enjeksiyon Kalıplamada Karışımın Reolojisi”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü**, Ankara, 30-85, 1997.
 16. Porter, M.A., “ Effects of Binder Systems for Metal Injection Moulding”, Master’s Thesis, **MSc Programmes in Engineering, Lulea University of Technology**, 6-55, 2003.
 17. Urtekin, L., Uslan, İ., Tuç, B., “ Steatitin enjeksiyon kalıplama birliğine besleme stok reolojilerinin etkisinin araştırılması”, **Journal of Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University**, 27:2, 333-341, 2012.
 18. Sotomayor, M.E., Várez, A., Levenfeld, B., “Influence of powder particle size distribution on rheological properties of 316L powder injection moulding feedstocks”, **Powder Technology** 200, 30-36, 2010.
 19. Karataş, C., Kocer, A., Ünal, H.I., Sarıtaş, S., “Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic binders”, **Journal of Materials Processing Technology**, 152: 77-83, 2004.
 20. Huang, B., Liang, S., Qu, X., “ The rheology of metal injection molding”, **Journal of Materials Processing Technology** 137, 132-137, 2003.
 21. Hidalgo, J., Contreras, J.M., Baile, B., Jiménez-Morales, A., Torralba, J. M. “Rheological and Thermal Behavior Of Powder Injection Moulding (PIM) Feedstocks Fabricated with Binder Systems Based On Waxes”, **PM2010 World Congress-Powder Injection Moulding: Feedstock Materials**, Floransa, İtalya, 2010.
 22. Sotomayor, M.E., Levenfeld, B., Várez, A., “Powder Injection Moulding of Premixed Ferritic and Austenitic Stainless Steel Powders”, **Materials Science&Engineering A**, 528: 9, 3480-3488, 2011.
 23. Raza, M.R., Ahmad, F., Omar, M.A., German, R.M., “Binder Removal from Powder Injection Molded 316L Stainless Steel”, **Journal of Applied Science** 11, 2042 – 2047, 2011.
 24. 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.
 25. 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.
 26. Li, D., Hou, H., Tan, Z., Lee, K., “Metal injection molding of pure molybdenum” **Advanced PowderTechnology** 20, 480–487, 2009.
 27. Ibrahim, R., Azmiruddin, M., Jabir, M., Johari, N., Muhamad, M., Talib, A. R. A., “Injection Molding of Inconel 718 Parts for Aerospace Application Using Novel Binder System Based on Palm Oil Derivatives”, **World Academy of Science, Engineering and Technology** 70, 526-530, 2012.