

Araştırma Makalesi - Research Article

Seramik Enjeksiyon Kalıplama için İskelet Bağlayıcı Değişiminin Reolojik Özelliklerine Etkisi

Effect of Skeleton Binder Change on Rheological Properties for Ceramic Injection Molding

Levent Urtekin¹, Faik Yılan^{2*}, İbrahim Uslan³, Bedri Tuç⁴

Geliş / Received: 08/11/2021

Revize / Revised: 23/05/2022

Kabul / Accepted: 24/05/2022

ÖZ

Toz enjeksiyon kalıplama prosesi için reoloji çalışması önemli bir yere sahiptir. Seçilen bağlayıcıların özellikleri; kalıplama, ön sinterleme ve sinterleme aşamalarını doğrudan ilgilendirmektedir. Besleme stokuna eklenen bağlayıcı özelliklerinin yanı sıra bağlayıcıların (ana bağlayıcı/iskelet bağlayıcı/yağlayıcı) kullanım amacı da önemlidir. Bu çalışmada seramik enjeksiyon kalıplama süreci için su bazlı ana bağlayıcı kullanılarak akış özellikleri (reoloji) belirlenmiştir. Reoloji deneyleri hem kılcal hemde tork reometreleri ile gerçekleştirilmiştir. Deneylerde; polietilen glikol ana bağlayıcı ve polipropilen/polietilen iskelet bağlayıcı kullanılarak farklı karışım oranlarında hazırlanan besleme stokları ile gerçekleştirilmiştir. Ana bağlayıcı değiştirilmeden (PEG4000), iskelet bağlayıcı olarak ise iki farklı (PP/PE) bağlayıcı kullanılmıştır. Buna bağlı olarak viskozite, kayma hızı, sıcaklık ve erime davranış indeksleri tespit edilmiştir. Deney sonucunda her iki besleme stoku için kritik toz yüklemesinin hacimce %56 oranında olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler-Besleme Stoku, Seramik Enjeksiyon Kalıplama, Reoloji

ABSTRACT

Rheological characterization plays an important role in powder injection molding. Properties of the selected binders are related directly to the molding, pre-sintering and sintering stages. Besides the residual binding properties of the feedstock, the intended use of the binder (main binder/skeleton binder/lubricant) is also important. In this work, the flow properties of feedstock have been determined with the inclusion of a water-based main binder throughout the injection molding process of a studied ceramic composition. Rheology experiments have been carried out with both capillary and torque rheometers. In the experiments, polyethylene glycol main binder and polypropylene/polyethylene skeleton without changing the main binder (PEG4000), two different binders (PP / PE) were used as skeleton binders. Accordingly, viscosity, shear rate, temperature and melting behavior indexes were determined. In the experiment, it was determined that the critical powder volume concentration for both feedstocks was 56%.

Keywords- Feedstock, Ceramic Injection Molding, Rheology

¹İletişim: levent.urtekin@ahievran.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0003-4348-4749>)

Makine Mühendisliği Bölümü, Kırşehir Ahi Evran Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Kırşehir, Türkiye

^{2*}Sorumlu yazar iletişim: faik.yilan@ahievran.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0001-7166-8604>)

Makine Mühendisliği Bölümü, Kırşehir Ahi Evran Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Kırşehir, Türkiye

³İletişim: iuslan@gazi.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0003-1486-4865>)

Makine Mühendisliği Bölümü, Gazi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Ankara, Türkiye

⁴İletişim: betunc@baskent.edu.tr (<https://orcid.org/0000-0003-0658-2251>)

Makine Mühendisliği Bölümü, Başkent Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Ankara, Türkiye

I. GİRİŞ

Toz enjeksiyon kalıplama (TEK), küçük, karmaşık ve hassas parçaların yüksek hacimli üretiminde uygun maliyetli tekniktir [1]. Bu işlem geleneksel toz teknolojisi ve plastik enjeksiyon kalıplamanın birleşimidir. Bu teknolojide metal veya seramik tozlarının kullanılmasına bağlı olarak genellikle metal enjeksiyon kalıplama (MIM) veya seramik enjeksiyonlu kalıplama (CIM) olarak adlandırılır [2]. CIM işlemleri genellikle dört aşamada meydana gelir bunlar sırasıyla; taneleme, enjeksiyon kalıplama, bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemleridir [3,4]. Bu işlemler kullanılan bağlayıcının türüne bağlıdır [5]. Enjeksiyon kalıplama sırasında oluşan kusurlar üçüncü ve dördüncü adımda giderilemez [4]. Bu nedenle, nihai parçadan beklenen üstün özellikler uygun bir bağlayıcı sistemi seçimine bağlıdır [6]. Toz Enjeksiyon kalıplama (TEK) süreçlerinde genellikle yüksek basınç uygulanır ve bağlayıcı sistemi çok kritik öneme sahiptir [7]. Bağlayıcılar, bir beslenme stoğunun reolojik özelliklerini kontrol etmede kilit rol oynar ve ortaya çıkan hammaddenin hatasız olarak enjeksiyonla kalıplanması, ayrılması ve sinterlenmesine etki eder [8]. Uygun bir bağlayıcı sistemi için besleme stoku genelde en az üç farklı bileşenden oluşur ki bunlar sırasıyla ana bağlayıcı, iskelet bağlayıcı ve yağlayıcıdır [9]. İyi bir bağlayıcı sistem; iyi akış özelliklerine sahip, nispeten düşük maliyetli, metal tozları ile iyi etkileşim sağlayan, kolay giderilebilen ve çevreye zarar vermeyen sistemlerdir [10]. Örneğin bağlayıcının kalıplama sıcaklığında düşük viskoziteye ve soğuma esnasında ise hızlı viskozite değişimine sahip olmalıdır. Ayrıca kalıplama sırasında toza yapışması gerekir [11]. TEK için; toz ve bağlayıcı homojen karışabilir ve istenen reolojik özelliklere sahip olmalıdır. Bu nedenle uygun karıştırma koşullarının belirlenmesi gerekir [12]. Reolojik özelliklerin belirlenmesinde kullanılan tork reometre beslenme stoğundaki bileşenlerin karıştırma aşamasında ve karışım homojenliğinin değerlendirilmesinde tercih edilmektedir. Ayrıca, bir besleme stoğu için uygun ve kritik katı yüklenmesini belirlemek için oldukça faydalıdır [13,14]. Aktivasyon enerjisi, sıcaklığın viskozite üzerindeki güçlü etkisini gösterir. Bu nedenle, TEK sırasında sıcaklıktaki küçük bir değişiklik besleme stokunda önemli bir viskozite değişikliğine neden olmaktadır [15]. Enjeksiyon kalıplama sırasında, besleme stoku 106 s^{-1} 'e varan son derece yüksek kayma hızlarına maruz kalır ve bu durum toz bağlayıcı ayrışmasına veya homojen olmayan bağlayıcı karışımına yol açabilir [16]. Bu sebeple seramik parçanın anizotropik büzülmesini ve nihai parçada çatlakları, gözenekliliği veya bozulmaları önlemek için toz/bağlayıcı karışımın homojen dağılımı sağlanmalıdır [16,17]. CIM akış özellikleri, ürünün ve proseslerin kalitesini etkilediğinden, hammadde reolojisinin belirlenmesi önemlidir. Akışkanın davranışı Newton ve Newton olmayan olabilir. Newton akışkanlarının viskozitesi, malzeme, sıcaklık ve basınçtan etkilenirken kesme hızı ve kesme gerilmesinden bağımsızdır. Oysaki akış koşulları Newton olmayan akışkanların viskozitesini etkiler. Newton tipi olmayan akışkanların üç çeşittir: zamandan bağımsız, zamana bağımlı ve viskoelastik akışkanlardır [18]. Zamandan bağımsız akışkan davranışı viskozitenin kayma hızıyla azaldığı psödoplastik ve viskozitenin kayma hızıyla arttığı dilatant (kayma kalınlaşması) olarak gruplandırılır [19]. Bunun için kayma hızı artarken viskozitenin azalması yani akış tipinin psödoplastik akış davranışı sergilemesi önemlidir. CIM'da beslenme stoğu normalde 1'den küçük bir akış indeksi (n) sahiptir ve psödoplastik akışkan gibi davranır. Çünkü psödoplastik akışkanlar kalıpları doldurmada, enjeksiyon izlerinin azaltılmasında ve farklı bileşenlerin şekillerini korumada daha iyi performans gösterir [20]. Aynı zamanda polimer-toz karışım viskozitenin 1000 Pa·s altında sahip olmasını sağlamaktır [4,21].

Bilimsel literatürde, beslenme stoğuna belirli oranlarda bağlayıcıların karıştırılması sonucunda reolojik ve homojen beslenme stoklarının optimum değerleri üzerine bir çok çalışma incelenmiştir. Tipik bir besleme stokunda yüksek yoğunluklu polietilen glikol (PEG) ana bağlayıcı, yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) ve polivinil butiril (PVB) iskelet bağlayıcı ve stearik asit (SA) ise yağlayıcı olarak 180 °C'de 5 dakika ve ardından 160 °C'de 10 dakika karıştırılarak granül haline getirilmiştir [12]. Krauss ve ark. (2005) 180 °C'de 30 dakika boyunca sigma tipi bıçaklı bir karıştırıcıda alümina tozunu PEG, PVB ve SA oluşan bir bağlayıcı sistemi ile karıştırarak reolojik özelliklerin iyileştirildiğini ve homojen bir besleme stoku hacimce %55 alümina tozu içermesi ile elde edildiğini tespit etmişlerdir [19]. Weil ve ark. (2006) 90 °C'de belirsiz bir sürede naftalin, etilen vinil asetat ve stearik asit ile aromatik bazlı bağlayıcı sistemini Ti-6Al-4V tozu ile karıştırmışlardır. Çalışmaları kapsamında reaktif metal bazlı TEK için homojen beslenme stoğu için optimum yüklenme değeri hacimce %65 olarak belirlenmiştir [22]. Amin ve ark. (2009) 70 °C'de 60 dakika ardından 30 dakika oda sıcaklığında Z-bıçak tipi bir karıştırıcıda PEG, polimetil metakril (PMMA) ve SA'dan oluşan bir bağlayıcı sistemle paslanmaz çelik tozunu karıştırarak en iyi reolojik özellik ve homojen beslenme stoğu hacimce %64 olarak tespit edilmiştir [23]. Sulong ve ark. (2012) paslanmaz çelik 316L tozu için hacimce %73 PEG, %25 PMMA ve hacimce %2 SA'dan oluşan bir bağlayıcı kullanıldığında kalıp sıcaklığının ve tutma süresinin sırasıyla dayanıklılık ve yüzey kalitesi üzerinde en yüksek etkiye sahip olduğu sonucuna varmışlardır [24]. Başka bir çalışmada, hibrit-dehibrit (HDH) titanyum Ti-6Al-4V alaşım tozunu PEG bazlı suda çözünür bağlayıcı sistemi ile karıştırılmasıyla optimum beslenme stoğu

hacimce %60 alaşım tozu, %32 PEG, %6 polivinil butiril ve %2 SA içermesi ile titanyum enjeksiyon kalıplama için en uygun sonuç olarak bildirilmiştir [25]. Titanyum MIM parçaları, Ti_6Al_4V alaşım tozu ile (12.8, 51.8 ve 117.7 μm ile sırasıyla d_{10} , d_{50} , ve d_{90}) ve çeşitli polietilen glikol-polivinil butiral(PEG-PVB) bazlı bağlayıcı sistemler üretilmiştir. En iyi ayrıştırma özellikleri ve tek tip partikülden oluşan parçalar 4 saatlik 35 °C’de veya 3 saatlik 45 °C için çözücü ayrıştırılarak %60 Ti_6Al_4V ve hacimce %80:15:5 PEG:PVB:SA bağlayıcı ile elde edilmiştir [26]. AISI 4605 düşük alaşımlı çeliklerin bağlayıcı sistemleri üzerine uyumluluğu ilk kez araştırılarak çok çeşitli mum bazlı bağlayıcı sistemi ile çeşitli toz yüklemelerinde (%53-61 hacim) birleştirilmesiyle incelenmiştir. Besleme stokunun kritik katı yüklemesinin hacimce %58 civarında olduğu tespit edilmiştir [27].

Literatürden anlaşıldığı üzere toz enjeksiyon kalıplama için bağlayıcı sistemi önemli bir etken olup reolojik özellikleri doğrudan etkilemektedir. Bağlayıcı sistemindeki değişiklik ve oransal değişimin akma davranımı üzerindeki etkilerinin reolojik sonuçları üzerinden belirlemektedir. Reoloji çalışması sağlıklı olarak yapılan bir enjeksiyon kalıplama süreci sorunsuz tamamlanabilmektedir. Aksi durumda kalıplamadan bağlayıcı giderme ve sinterleme sürecine kadar çeşitli sorunlar ile karşılaşmak kaçınılmazdır. Bu çalışmada ise su bazlı (PEG4000) ana bağlayıcı sabit, iskelet bağlayıcı ise değiştirilerek hacimce aynı toz yüklemeleri için reolojik etkileri üzerinde bir araştırma yapılmıştır. İki farklı reometre cihazı ile viskozite, kayma hızı, erime hacim indeksi ve erime davranış indeksleri belirlenmiştir.

II. DENEYSEL YÖNTEM

Bu deneysel çalışmada, Kale Seramiş A.Ş. tarafından temin edilen C221 seramik tozu (steatit) tercih edilmiştir. Bu toz mükemmel yalıtıncılığa, üstün mekanik dayanımı, iyi aşınma ve oksidasyon direncine sahip su geçirmez seramiktir. Ayrıca deneyde kullanılan SA yaygın olarak bağlayıcının toz partiküllerini ıslatmasına yardımcı olan ve akışı destekleyen bir yüzey aktif maddedir. Tablo 1’de tozun kimyasal kompozisyonu gösterilmiştir.

Tablo 1. C221 tozu kompozisyonu (Ağırlıkça %) [28]

| SiO ₂ | MgO | Al ₂ O ₃ | CaO | Fe ₂ O ₃ | Na ₂ O ₃ +K ₂ O | Kızdırma kaybı |
|------------------|-----|--------------------------------|-----|--------------------------------|--|----------------|
| 60 | 30 | 2,5 | 1 | 1,5 | 0,5 | 4,5 |

Steatit tozları ilk olarak hava ortamında belirli bir sürede öğütülmüş olup akabinde 2 saat alümina bilyalar yardımıyla öğütülmüştür. Başlangıçta ortalama tane boyutu 12,15 μm iken, ortalama tane boyutu 3,96 μm ’ye azalmıştır. Ortalama tane boyutu dağılımı Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Süleyman Sarıtaş Toz Metalurjisi laboratuvarında bulunan lazer kırınımlı toz boyutu ölçme cihazı ile belirlenmiştir. Tablo 2’de öğütülen seramik tozunun ortalama boyutu ile hacimce %10 ile %90’ının küçük olduğu boyutlar sunulmaktadır.

Tablo 2. Deneylerde kullanılan seramik tozunun ortalama tane boyutu ve birikimli boyut değerleri

| d_{50} , μm | d_{10} , μm | d_{90} , μm |
|--------------------|--------------------|--------------------|
| 3,96 | 0,74 | 15,62 |

Bu çalışmada, üç boyutlu karıştırıcı kullanılarak bağlayıcılar ağırlıkça belirli oranlarda yaklaşık 45 dk. karıştırılmıştır. Bu süre karışımın homojen olması için yeterlidir. Sonrasında bağlayıcılar ile steatit tozları aynı koşullarda karıştırılarak ekstürder cihazına konulmuştur. Taneleme işlemi 150-180°C sıcaklık aralığında bağlayıcıların herhangi bir bozunmasına neden olmadan ekstürder cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tablo 3’te bağlayıcıların ağırlıkça % karışımları ve hacimce besleme stoğu için yükleme aralığı gösterilmektedir. Bu amaçla 5 farklı bağlayıcı bileşimi kullanılmıştır. Bağlayıcıyı oluşturan unsurlar yüksek yoğunluklu polipropilen/polietilen (PP/PE), stearik asit (SA) yağlayıcı ve ana bağlayıcı olarak ise PEG 4000 su ile çözünen bağlayıcılar belirlenmiş olup, 4000 molekül ağırlıklarıyla ilgili değerlerdir. Bu değerler ortalama molekül ağırlığına sahip malzemelerdir ve farklı molekül ağırlığına sahip malzemeler reolojik açıdan farklı özellikler gösterirler. Tablo 4’te çalışmalarda kullanılan bağlayıcıların özellikleri verilmiştir.

Tablo 3. Beslenme stoku, bağlayıcıların ağırlıkça % oranları ve hacimce yükleme aralıkları [29]

| Besleme stoku | Seramik toz | %65 | %30 | %5 | Hacimsel yükleme aralığı, % |
|---------------|-------------|---------|-----|----|-----------------------------|
| F1 | Steatit | PEG4000 | PP | SA | 50-56 |
| F2 | Steatit | PEG4000 | PE | SA | 50-56 |

Tablo 4. Deneysel çalışmada kullanılan bağlayıcıların fiziksel özellikleri [29]

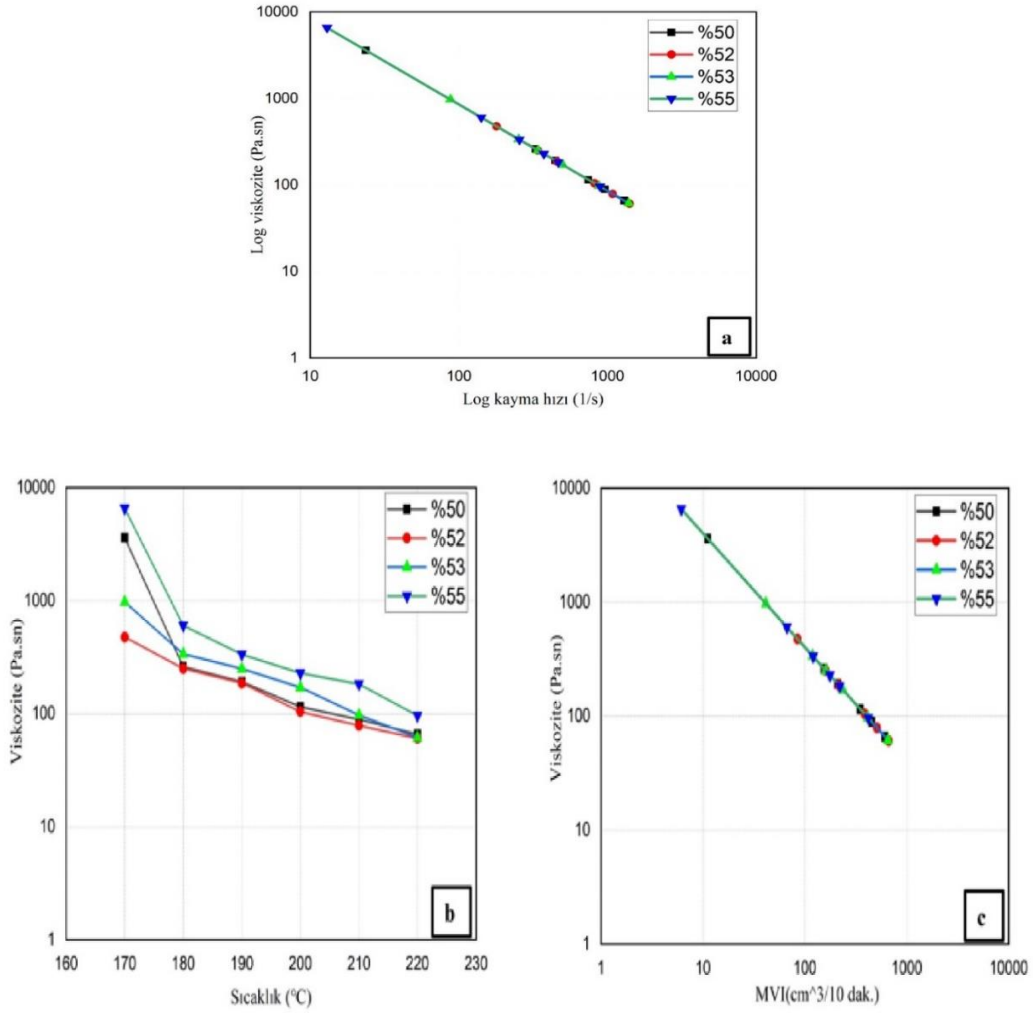
| Özellikler | PEG4000 | PE | PP | SA |
|----------------------------------|----------|-------------|-------------|----------|
| Temin Edilen Yer | Merck Co | Petkim A.Ş. | Petkim A.Ş. | Merck Co |
| Yoğunluk ($\frac{g}{cm^3}$) | 1,212 | 0,91 | 0,85 | 0,94 |
| Erime Sıcaklığı (°C) | 60-63 | 137 | 189 | 68-70 |
| Bozulma Başlangıç Sıcaklığı (°C) | 300 | - | - | 395 |
| Suda Çözünürlük | Çözünür | Çözünmez | Çözünmez | Çözünmez |

Reoloji deneyleri ASTM D 1238 ve TS 1675 [29] standartlarına uygun olarak Protherm marka reometre cihazı (capillary rheometer) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu cihazın özellikleri; silindir uzunluğu 115 mm, iç çapı 10 mm, piston boyu 6,35 mm, kalıp uzunluğu 8 mm ve çapı 2 mm'dir. Deneylere başlamadan önce cihaz ilk olarak temizlenmiştir. Sonrasında silindir ve piston sıcaklığı 15 dk. süre ile 190 °C'de sabit tutularak deney esnasında sıcaklık değerinde değişim olmaması sağlanmıştır. Numune yerleştirilmesinden 8 dk. sonra besleme stoğu ekstrüde etmek için, piston üstüne yük konulmuştur. Silindire yerleştirilen numuneler belirli süre sonra ilk akan kısımlar ve içinde oluşan hava kabarcıkları uzaklaştırılır. Akabinde uygun kesimler (en az üç tane) sırasıyla mg duyarlılıkta tartılır ve ortalama bir ağırlık belirlenir. En büyük ve en küçük değerler arasındaki fark, ortalama ağırlığın %10'nundan fazla ise deney sonuçları ihmal edilmiştir ve yeni numuneler ile deneyler tekrar edilmiştir. Reometre deneyleri ile besleme stokunun enjeksiyon kalıplama davranışı ve akış özellikleri hakkında ön veriler elde edilmiştir ki bunlar sıcaklığa ve basınca bağlı olarak değişen kayma hızı, viskozite ve erime hacim indeksi (MVI) değerleridir. MVI malzemelerin akış özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan yöntemdir. Bu çalışmada besleme stokları için basit bir viskozite ölçüsüdür. MVI, belirli bir sıcaklıkta öncesinde belirlenen bir basınç altında erimiş besleme stoğunun kılcal bir borudan akma kolaylığını gösterir. Bu çalışmada 10 dakikada akan besleme stoğunun cm^3 olarak karşılığıdır. Bir diğer reoloji çalışması olan tork reometre deneyi her bir bağlayıcı için optimum toz yükleme değerinde (hacim%55) yapılmıştır. Tork tipi reometre deneyleri Gazi Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya bölümü laboratuvarlarında bulunan Thermo-Haake RS600 Paralel Plate Rheometer marka cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde F1 ve F2 besleme stoklarının erime davranış indeksleri belirlenmiştir.

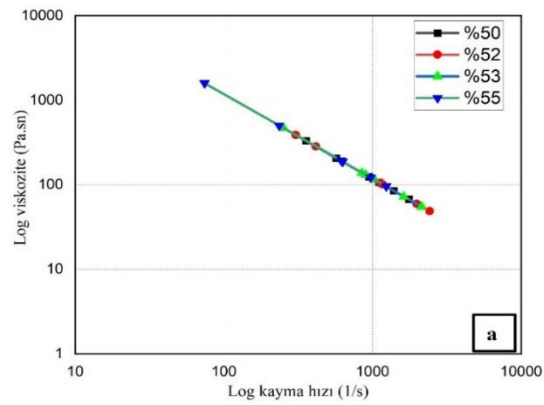
III. BULGULAR VE TARTIŞMA

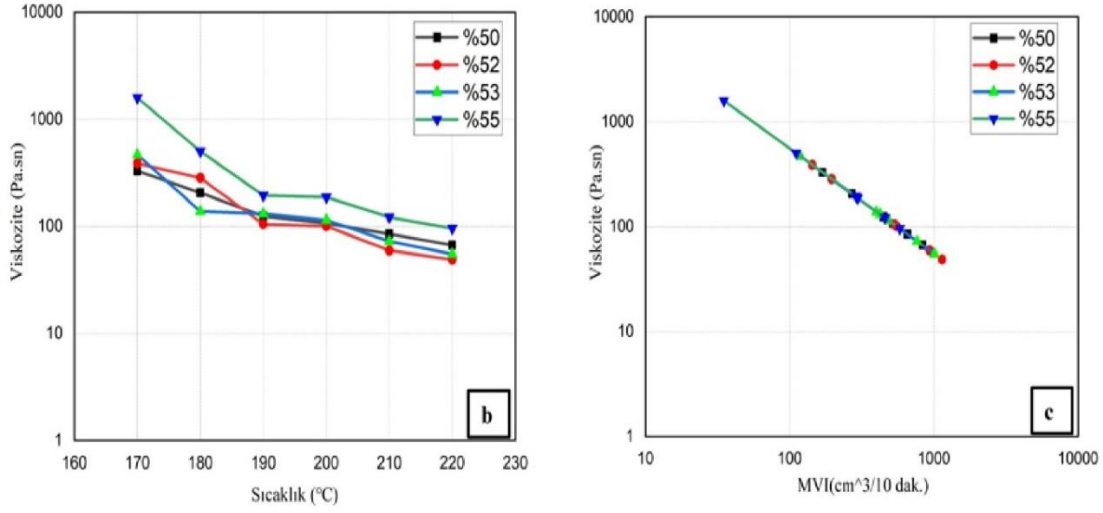
A. F1 Besleme Stok Reoloji Bulguları

PEG4000/PP/SA bağlayıcı sisteminden (F1 besleme stoku) oluşan karışım oranları için iki farklı basınç değerinde, 170-230 °C arası sıcaklıklarda yapılan viskozite deneylerinde elde edilen veriler Şekil 1 ve Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 1. 1,397MPa basınç için a) log kayma hızı-log viskozite değişimi, b) Viskozite-sıcaklık değişimi, c) Viskozite-MVI değişimi



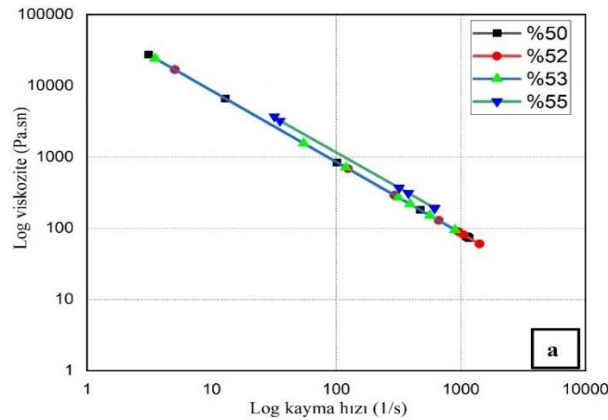


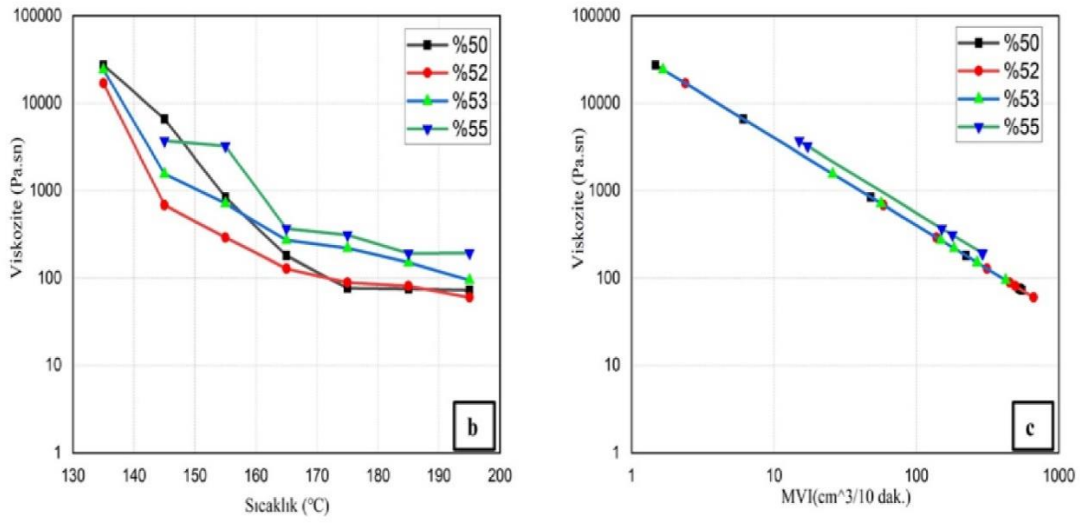
Şekil 2. 1,891 MPa basınç için a) log kayma hızı-log viskozite değişimi, b) Viskozite-sıcaklık değişimi, c) Viskozite-MVI değişimi

Reolojik özellikler, kalıplama aşamasında yüksek sıcaklıkta beslenme stoğu hakkında bilgi verir. Ayrıca kalıplama aşamasında olası hataları tahmin etmek için kullanılabilirler. Bu nedenle, reolojik özellikleri test ederek beslenme stoğunun homojenliğini değerlendirmek yaygındır. 170-230 °C aralığında farklı bağlayıcı bileşimlerine sahip beslenme stoğunun reolojik özelliklerini gösterir. PEG bağlayıcı sistemli beslenme stoklarının viskoziteleri küçüktür. Bu durumda iyi bir akışkanlık özelliği gösterir ve viskozite hem sıcaklık hem de kayma hızının artması ile azalmıştır. Şekil 1 ve 2 incelendiğinde; hacimce % 50 toz yüklemelerinde viskozite değeri 261-50 Pa.s arasında, kayma hızı ise 1766,9-326 s⁻¹ aralığında değişmiştir. Hacimce %55 toz yüklemelerinde ise viskozite 603-76 Pa.s aralığında, kayma hızı ise 1236,06-141 s⁻¹ aralığında değişmiştir. Akış tipi psödoplastik olup kayma hızı arttıkça viskozite azalmıştır. Bu durum, kalıplama aşamasında seramik tozu ile bağlayıcının ayrılma olasılığını azaltır. Hacimce %52-53-55 toz yüklemelerinde viskozite değerleri kalıplama için uygundur. Hacimce %56 toz yüklemesinde akış gerçekleşmemiştir.

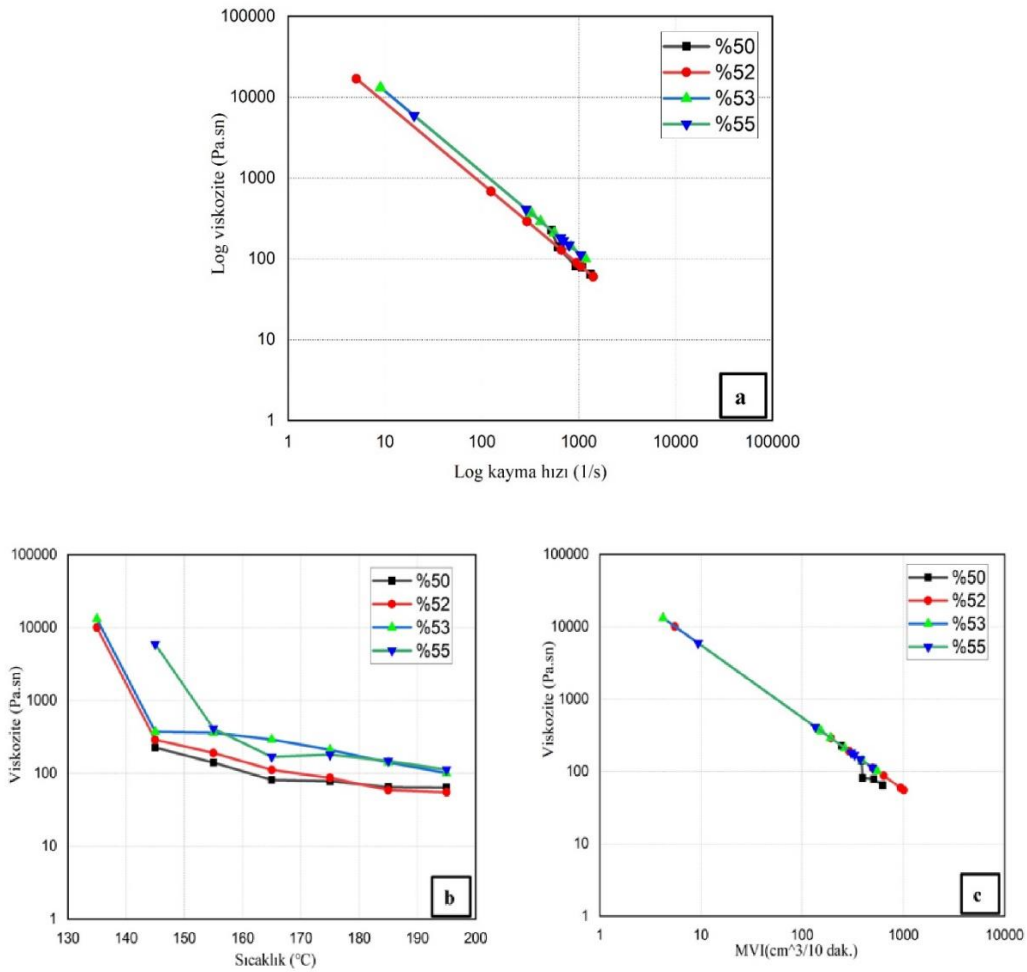
B. F2 Besleme Stok Reoloji Bulguları

PEG4000/PE/SA bağlayıcı sisteminden (F2 besleme stoku) oluşan karışım oranları için iki farklı basınç değerinde, 135-195 °C arası sıcaklıklarda yapılan viskozite deneylerde elde edilen veriler Şekil 3 ve Şekil 4'de gösterilmiştir.





Şekil 3. 1,397MPa basınç için a) log kayma hızı-log viskozite değişimi, b) Viskozite-sıcaklık değişimi, c) Viskozite-MVI değişimi



Şekil 4. 1,891MPa basınç için a) log kayma hızı-log viskozite değişimi, b) Viskozite-sıcaklık değişimi, c) Viskozite-MVI değişimi

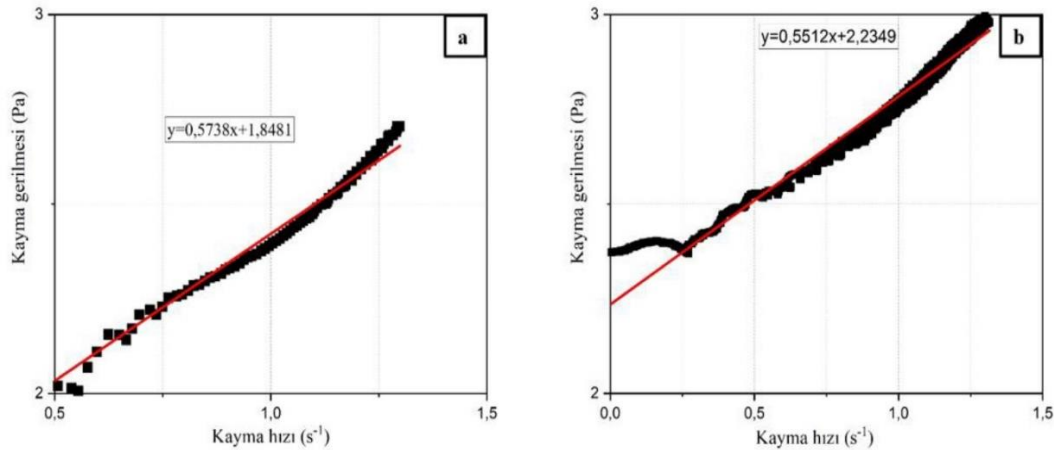
Şekil 3 ve 4 incelendiğinde; hacimce %50 toz yüklemesinde viskozite değerlerinin çok düşük kaldığı ve toz bağlayıcı ayrışmasının olduğu gözlemlenmiştir. Hacimce %52-53-55 toz yüklemelerinde ise sıcaklığın 145 °C altında beklenen viskozite değerlerinin çok üstünde olduğu ve kalıplama için uygun olmadığı görülmüştür. 145 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ise akış kalıplama için uygundur. Bu sıcaklığın F2 besleme stoku için iskelet bağlayıcı olan PE'nin erime sıcaklığı 137 °C ile ilişkili olduğu belirlenmiştir. Akış tipi Newton olmayan akış olup psödoplastiktir. Hacimce %56 toz yüklemelerinde akış gerçekleşmemiştir.

C. Tork Reometre Deney Bulguları

Literatür [28-32], incelemelerinde bağlayıcının erime sıcaklığının üzerinde, bozulma sıcaklığının ise altında enjeksiyon sıcaklığı belirlenmektedir. Bu bilgi doğrultusunda tork reometre deneyleri belirlenen sıcaklıklarda (135-195 °C, 170-230 °C) yapılmıştır. Besleme stokunun erime davranış indeksi, kayma hızı, kayma gerilmesi, viskozite değerleri elde edilmiştir. Deneylerde hacimce %55 oranı içeren besleme stokları için (F1 ve F2) yapılan tork reometre deneylerde elde edilen kayma gerilmesi-kayma hızı değişimini gösteren grafikler Şekil 5'de verilmiştir. Elde edilen doğrunun eğimi erime davranış indeksini vermektedir.

$$m = \frac{d(\log \tau_w)}{d(\log \gamma_a)} \quad (1)$$

Erime akış indeksi Denklem 1'de verilen bağıntı yardımıyla hesaplanmaktadır [25]. Burada m erime akış indeksi, γ_a kayma hızını (s^{-1}) ve τ_w ise kayma gerilmesini (kPa) ifade etmektedir.



Şekil 5. Hacimce %55 toz yüklemesi için kayma hızı ve kayma gerilmesi değişimi a) F1 besleme stoğu b) F2 besleme stoğu

Şekil 5 incelendiğinde her iki besleme stoku içinde erime davranış indeksi (m) 1'in altındadır. F2 besleme stokunun erime davranış indeksi F1'den küçük olmakla birlikte istenilen aralıkta olduğu görülmektedir.

IV. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, su bazlı (PEG4000) ana bağlayıcı sabit, iskelet bağlayıcı ise değiştirilerek hacimce aynı toz yüklemeleri için reolojik etkileri üzerinde bir araştırma yapılmıştır. İki farklı basınç değerinde F1 besleme stoku polipropilen (PP) bağlayıcı sisteminden oluşurken F2 besleme stoku ise Polietilen (PE) bağlayıcı sisteminden oluşturulmuştur. İki farklı reometre cihazı ile viskozite, kayma hızı, erime hacim indeksi ve erime davranış indeksleri belirlenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Her iki iskelet bağlayıcıyı polipropilen/polietilen(PP/PE)içeren F1 ve F2 besleme stoku için optimum toz yüklemesi hacimce %55 olarak belirlenmiştir.
2. Polietilen (PE) içeren besleme stokunun viskozite ve erime davranış indeksi polipropilen (PP) içeren besleme stokuna göre daha düşük elde edilmiştir. Düşük viskozite değerleri kalıplama sırasında çeşitli hatalara neden olduğuna dikkat edilmelidir.

3. Reoloji deneyleri sıcaklığı olarak Polietilen (PE) içeren besleme stoku 190-195 °C iken Polietilen (PE) içeren besleme stoku için 200-220°C olarak belirlenmiştir. Bu kapsamda F1 besleme stokunun daha düşük sıcaklıklarda kalıplanabileceği görülmüştür. Aynı zamanda iskelet bağlayıcının besleme stoku için belirleyici olduğu kanaatine varılmıştır.
4. Her iki besleme stokunun da uygun parametreler seçilmesiyle seramik enjeksiyon kalıplamada kullanılabileceği belirlenmiş olup bağlayıcı giderme süreçleri incelenerek en efektif besleme stokunun tercih edilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.
5. Optimum yükleme sergileyen her iki besleme stoku içinde viskozite değeri uygun sıcaklıkta 1000 Pa.s'nin altındadır. Akış tipi newtonien olmayan akış olup, psöyoplastiktir. Kayma hızı arttıkça viskozite azalmaktadır.
6. Her iki besleme stoku için optimum toz yüklemesinde erime davranış indeksi 1'den düşüktür.

Elde edilen sonuçlar ışığında F1 ve F2 besleme stoklarının kalıplama ve akış özellikleri seramik enjeksiyon kalıplama için uygundur. F1 ve F2 besleme stoklarının birbirlerine göre avantaj ve dezavantajlarının olduğu görülmekle birlikte bir çok parametreyi içeren toz enjeksiyon kalıplama sürecinin kontrollü yapılmasıyla her iki besleme stokunda üretim aşamasında kullanılabileceği kanaatine varılmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] German, R.M. & Bose, A. (1997). *Injection Molding of Metals and Ceramics Metal Powder Industries Federation*, Princeton 10-250.
- [2] P. Thomas-Vielma, A. Cervera, B. & Levenfeld, A. (2008). *Várez Journal of the European Ceramic Society*, 28, 763-771.
- [3] Hanemann, T., & Weber, O. (2014). *Polymethylmethacrylate/polyethyleneglycol-based partially water-soluble binder system for micro ceramic injection moulding*, *Microsystem Technology*, 20, 51–58.
- [4] Subaşı M., Yılmaz O., Same, K., Safarian A., & Karataş Ç., (2020). Toz Enjeksiyon Kalıplamada 316 L Besleme Stokunun Çekme Yüzdesinin Yapay Sinir Ağları İle Tahmin Edilmesi, *El-Cezeri Journal of Science and Engineering*, 7 (3):1063-1073.
- [5] German, R.M. (1990). *Toz Enjeksiyon Kalıplama MPIF*, ABD. 1-225.
- [6] Weber O, & Hanemann T, (2011). Molding Compounds on partially water-soluble organic binder for production of complex shaped ceramic micro parts, *In Proceedings of the 18th International Conference on Composite Materials*, Jeju Island, South Korea.
- [7] Bleyan D, Svoboda P, & Hausnerova B, (2015). Specific interactions of low molecular weight analogues of carnaubawax and polyethyleneglycol binders of ceramic injection moulding feedstocks, *Ceram. Int.*, 41: 3975–3982.
- [8] D. Claudel, M. Sahli, T. Barriere, & J.C. Gelin. (2017). Influence of particle-size distribution and temperature on the rheological properties of highly concentrated Inconel feedstock alloy 718. *Powder Technol.*, 322, 273-289.
- [9] Park MS, Kim JK, Ahn S, & Sung HJ, (2001). Water-soluble binder of cellulose acetate butyrate/poly (ethylene glycol) blend for powder injection moulding, *J. Mater. Sci.*, 36:5531–5536.
- [10] Hwang BJ, Lin ST, Sarma LS, & Cheng MY., (2003). *Feedstock for Injection Molding*, US, 10/170464.
- [11] C.I. Chung, B.O. Rhee, M.Y. Cao, & C.X. Liu (1989). Requirements of binder for powder injection molding Advances in Powder Metallurgy Proceeding, *Powder Metallurgy Conference Exhibition*, MPIF, Princeton, NJ, USA, 67-78.
- [12] Gao Y, Huang K, Fan Z, & Xie Z, (2007). Injection molding of zirconia ceramics using watersoluble binders, *Key Eng. Mater.*, 336–338:1017–1020.
- [13] J.M. Contreras, A. Jiménez-Morales, & J.M. Torralba (2010). Experimental and theoretical methods for optimal solid loading calculation in MIM feedstocks fabricated from powders with different particle characteristics. *Powder Metall*, 53 (1). 34-40.
- [14] R. Supati, N.H. Loh, K.A. Khor, & S.B. Tor (2000) Mixing and characterization of feedstock for powder injection molding. *Mater Lett*, 46. 109-114.

- [15] Karatas C, Kocer A, Unal HI, & Saritas S, (2004). Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic binders, *J.Mater. Process. Technol.*, 2005, 152, 77–83.
- [16] Greiner A, Kauzlaric D, Korvink JG, Heldele R, & Schulz M, (2011). Simulation of micro powder injection moulding: Powder segregation and yield stress effects during form filling, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 31, 2525–2534.
- [17] Wei WCJ, Tsai SJ, & Hsu KC, (1998). Effects of mixing sequence on alumina prepared by injection molding, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 18, 1445–1451.
- [18] Chhabra, R. P. (2006). Non-Newtonian fluid behavior. In *Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids* (37-76). CRC Press.
- [19] Krauss VA, Pires EN, Klein AN, & Fredel MC, (2005). Rheological properties of alumina injection feedstocks, *Mater. Res.*, 8, 187–189.
- [20] J. Wen, W. Liu, Z. Xie, C. Lou, & X. Yang (2018). Effects of the binder compositions on the homogeneity of ceramic injection molded compacts. *Ceram. Int.*, 44, 3218-3225.
- [21] Pugh RJ, & Bergström L, (1994). Surface and Colloid Chemistry in Advanced Ceramic Processing; III. Series, *Institute for Surface Chemistry Surfactant Sciences Series*; CRC Press, Stockholm, Sweden.
- [22] K.S. Weil, E. Nyberg, & K. Simmons (2006). A new binder for powder injection molding titanium and other reactive metals *J. Mater. Process. Technol.*, 176, 205-209.
- [23] S.Y.M. Amin, K.R. Jamaludin, & N. Muhamad (2009). Rheological investigation of SS316L MIM feedstock prepared with different particle sizes and powder loadings *J. Inst. Eng. Malaysia*, 71 (2), 59-63.
- [24] Arifin, A., Sulong, A. B., & Muhamad, N. (2012). Optimizing injection parameter of metal injection molding processes using the feedstock of 16 µm stainless steel powder (SS316L), *PEG, PMMA and stearic acid. Journal of Applied Sciences Research*.
- [25] G. Thavanayagam, K.L. Pickering, J.E. Swan, & P. Cao (2015). Analysis of rheological behaviour of titanium feedstocks formulated with a water-soluble binder system for powder injection moulding. *Powder Technol.*, 269, 227-232.
- [26] Thavanayagam, G., & Swan, J. E. (2018). Aqueous debinding of polyvinyl butyral based binder system for titanium metal injection moulding. *Powder Technology*, 326, 402-410.
- [27] Askari, A., Alaei, M. H., Mehdipoor Omrani, A., Nekouee, K., & Park, S. J. (2020). Rheological and thermal characterization of AISI 4605 low-alloy steel feedstock for metal injection molding process. *Metals and Materials International*, 26(12), 1820-1829
- [28] Urtekin L, Uslan I, & Tuc B, (2012). Investigation of effect of feedstock rheologies for injection molding of steatite, *Journal of The Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 27(2), 333-341.
- [29] Urtekin, L. (2008). *Toz enjeksiyon kalıplanmış steatit seramiklerin özelliklerine kalıplama ve sinterleme parametrelerinin etkisinin deneysel olarak incelenmesi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi.
- [30] Urtekin L, Uslan I, & Tuc B, (2012). Investigation of properties of powder injection-molded steatites, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21 (3), 358-365.
- [31] Urtekin L, & Taşkın A, (2017). Ti–6Al–4V alloy cortical bone screw production by powder injection molding method, *Materials Express*, 7 (4), 245-252.
- [32] Urtekin L, Genc A, & Bozkurt F, (2019). Fabrication and simulation of feedstock for titanium powder injection molding cortical bone screws, *Materials and Technology*, 53 (5), 619-625.