

**TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA İLE STEATİTTEN ÜRETİLMİŞ
PARÇALARIN SİNERLEME DAVRANIŞLARININ
ARAŞTIRILMASI**

Mahmut BERBER

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Ekim 2005

ANKARA

Mahmut BERBER tarafından hazırlanan TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA İLE STEATİTTEN ÜRETİLMİŞ PARÇALARIN SİNERLEME DAVRANIŞLARININ ARAŞTIRILMASI adlı bu tezin yüksek lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Yrd. Doç. Dr. İbrahim USLAN
Tez Yöneticisi

Bu çalışma jürimiz tarafından Makina Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ

Üye : Prof. Dr. Can ÇOĞUN

Üye : Yrd. Doç. Dr. İbrahim USLAN

Bu tez, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.

**TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA İLE STEATİTTEN ÜRETİLMİŞ
PARÇALARIN SİNERLEME DAVRANIŞLARININ ARAŞTIRILMASI**

(Yüksek Lisans Tezi)

Mahmut BERBER

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Ekim 2005

ÖZET

Bu çalışmada, Toz Enjeksiyonla Kalıplama (TEK) ile steatitten üretilmiş parçaların farklı sıcaklık, hız ve bekleme zamanlarında sinterlenmesi sonucu yoğunluk, % büzülme oranı, çekme ve eğme mukavemeti özelliklerinde meydana gelen değişikliklerin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaç için üretilen numunelerin bağlayıcıları giderilmiş, farklı sıcaklık, hız ve bekleme zamanlarında sinterleme işlemi gerçekleştirilmiş, her sinterleme basamağından sonra yoğunlukları Arşimet prensibi ile, mukavemetleri çekme ve üç noktalı eğme deneyleri ile ölçülmüş, bu deneyler sonunda numunelerin kırılan yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Deneyler sonucunda, % 58 steatit tozu ve % 42 bağlayıcı kullanılarak üretilmiş çekme ve eğme numuneleri için en ideal sinterleme sonuçları bulunmuştur.

Bilim Kodu : 948

Anahtar Kelimeler : Steatit, sinterleme, seramik, davranış, toz enjeksiyon kalıplama

Sayfa Adedi : 123

Tez Yöneticisi : Yrd. Doç. Dr. İbrahim USLAN

**INVESTIGATION OF SINTERING BEHAVIOURS OF STEATITE PARTS
PRODUCED BY POWDER INJECTION MOLDING**

(M.Sc. Thesis)

Mahmut BERBER

**GAZI UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY**

October, 2005

ABSTRACT

In this study, the properties like density, % size change, tensile and bending strengths due to sintering of the parts produced by Powder Injection Molding (PIM) from the steatite powder at different temperatures, heating rates and waiting times have been investigated. First, the samples have been debinded. Then, they have been sintered at different sintering conditions. Later, their densities have been measured by using Archimet's principle. Then, the tensile and three point bending tests have been carried out. Finally, the broken surfaces of the samples have been examined under a scanning electron microscope. Thus, the ideal sintering conditions have been determined for the tensile and bending strengths of samples which were produced by using the mixture of 58 % steatite powder and 42 % binders.

Science code : 948
Keywords : Steatite, sintering, ceramics, characterization, powder injection molding
Number of Pages : 123
Supervisor : Ass. Prof. Dr. İbrahim USLAN

TEŞEKKÜR

“2003K120470-09/Toz Enjeksiyonla Kalıplama Parametrelerinin Pilot Ölçekli Araştırılması” ve “2001K120590/Gazi Üniversitesi İleri Araştırma ve Eğitim Programları” başlıklı DPT projelerince de desteklenen çalışmalarım sırasında yardım ve katkılarını esirgemeyen değerli hocam Yrd. Doç. Dr. İbrahim USLAN’a, deneysel çalışmalardaki değerli katkılarından dolayı Araş. Gör. Emre ÖZÇELİK, Uzman Aydın GÖKÇE ve Sn. Sami ERGÜNEY’e teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	ix
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xv
1. GİRİŞ	1
2. SERAMİK ÜRÜNLERİNİN ŞEKİLLENDİRİLMESİ	8
2.1. Slip Döküm	10
2.2. Ekstrüzyon	11
2.3. Şerit Döküm	12
2.4. Kuru Presleme	13
2.5. İsostatik Presleme	13
2.6. Sıcak Presleme	15
2.7. Sıcak İsostatik Presleme (HIP)	16
2.8. Toz Enjeksiyonla Kalıplama (TEK)	18
2.8.1. Toz enjeksiyonla kalıplama işlemi	20
3. SİNTERLEME	31
3.1. Seramik Ürünlerinin Kurutulması ve Pişirilmesi	33
3.1.1. Kurutma işlemi	33

Sayfa

3.1.2. Seramiklerin sinterlenmesi	35
3.1.3. Seramikler için endüstriyel sinterleme yaklaşımları.....	39
3.2. Sinterlemenin Mekanizması	41
3.2.1. Sinterlemede yoğunlaşma	43
3.2.2. Difüzyon	45
3.2.3. Sinterlemede gözenek yapısı	47
3.2.4. Tane büyümesi.....	49
3.3. Sinterleme Yöntemlerinin Sınıflandırılması	51
3.3.1. Katı hal sinterlemesi	51
3.3.2. Buhar faz sinterlemesi	53
3.3.3. Sıvı faz sinterlemesi.....	54
3.4. Sinterleme Fırınları	59
3.4.1. Sinterleme fırınlarının sınıflandırılması	60
3.5. Sinterleme Problemleri.....	66
4. STEATİT TEKNOLOJİSİ	68
4.1. Kullanım Alanına Göre Steatitler.....	68
4.2. Sinterleştirmeyi Sağlayan Malzemelere Göre Steatitler	69
4.3. Steatitin Kullanıldığı Yerler	69
4.4. Steatitin Genel Formülü	70
4.5. Talk ve Steatitin Dünya Üzerindeki Rezervleri	71
4.6. Steatitin Genel Özellikleri.....	72
4.7. Steatitin Üretim Teknolojisi	72

Sayfa

4.7.1. Steatit karışım hazırlama	73
4.7.2. Steatit karışım şekillendirme	74
4.7.3. Sinterleme teknolojisi	75
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	77
5.1. TEK İle Üretilmiş Parçalardan Bağlayıcı Giderme ve Kurutma.....	79
5.2. Farklı Sıcaklıklarda Sinterleme	79
5.3. Sinterlenmiş Parçaların Yoğunluk ve % Büzülme Oranlarını Ölçme	83
5.4. Çekme Deneyleri	94
5.5. Üç Noktalı Eğme Deneyleri	97
5.6. Kırık Yüzey İncelemesi.....	101
5.7.Sonuç ve Öneriler	115
KAYNAKLAR	117
ÖZGEÇMİŞ	123

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Bazı şekillendirme işlemleri için seramik tozlarına katılması gereken maddeler	9
Çizelge 2.2. Seramiklere ilave edilen katkı maddeleri ve işlevleri	9
Çizelge 2.3. Bağlayıcı özellikleri	23
Çizelge 2.4. Tipik bağlayıcı örnekleri.....	24
Çizelge 3.1. Sinterleme işlemi etkileri	32
Çizelge 3.2. Enjeksiyon kalıplanmış beta silikon karbürde sıcaklığın, zamanın ve atmosferin yoğunluk ve mukavemet üzerine etkileri.....	37
Çizelge 3.3. n ve m değerleri	45
Çizelge 3.4. Bazı metalik sistemler için D_0 ve Q değerleri	47
Çizelge 3.5. Sinterlemenin ilk kademesi boyunca atom transferi için farklı yollar	48
Çizelge 3.6. Sinterleme yöntemlerinin taşınım mekanizmaları ve itici güçler	51
Çizelge 4.1. Steatit ve talkın istenilen sınır değerleri.....	71
Çizelge 4.2. Steatit tozunun fiziksel özellikleri	72
Çizelge 5.1. Çekme ve eğme deneylerinde kullanılan ham numune boyutları.....	78
Çizelge 5.2. TEK işleminde kullanılan parametreler	78
Çizelge 5.3. Sinterleme esnasında seçilen sıcaklıklar, sinterleme sıcaklığında beklemeler ve sinterleme hızları.....	81
Çizelge 5.4. Çekme numunelerinin yoğunluk değerleri.....	84
Çizelge 5.5. Eğme numunelerinin yoğunluk değerleri.....	86
Çizelge 5.6. Çekme numuneleri için % büzülme değerleri.....	90
Çizelge 5.7. Eğme numuneleri için % büzülme değerleri.....	92

Çizelge	Sayfa
Çizelge 5.8. Çekme mukavemet değerleri	95
Çizelge 5.9. Üç noktalı eğme mukavemet değerleri	99

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Slip döküm kademeleri	11
Şekil 2.2. Ekstrüzyon sisteminin şematik olarak gösterilmesi	12
Şekil 2.3. Şerit dökümle şekillendirme yöntemi	14
Şekil 2.4. İsostatik presin şeması	14
Şekil 2.5. Sıcak presin şeması	15
Şekil 2.6. Sıcak isostatik presleme ünitesinin şeması	16
Şekil 2.7. Sıcak isostatik preslemedeki sıcaklık ve basınç eğrileri	17
Şekil 2.8. Sıcak isostatik presleme ile üretim aşamaları	18
Şekil 2.9. TEK işlem aşamaları	21
Şekil 2.10. Bilgisayar kontrollü bir TEK makinasının şematik görünüşü	26
Şekil 2.11. Besleme stokunun akış yolu	27
Şekil 2.12. Şematik olarak bağlayıcı giderme yönteminin mekanizması ve düzeneği	29
Şekil 2.13. Fitilleme prensibi	30
Şekil 3.1. Tozlar arası bağlanmanın gelişimi ve sinterleme sırasındaki yapısal değişiklikler	33
Şekil 3.2. Şekillendirilmiş yaş seramik parçada kuruma hızı ve büzülme miktarının malzemedeki nem miktarı ile değişimi	34
Şekil 3.3. Sinterleme esnasında tozların birbirine kenetlenmesi ve gözenek miktarı ve morfolojisinin değişimi	36
Şekil 3.4. Sinterleme hızının sinterleme süresi ile değişimi	38
Şekil 3.5. Sintrelemede yoğunlaşma	43
Şekil 3.6. Boyun yarıçapının düz bir yüzey ile ilişkisi	44

Şekil	Sayfa
Şekil 3.7. Yer değiştirme difüzyon mekanizması	45
Şekil 3.8. Ara yer difüzyon mekanizması	46
Şekil 3.9. Sinterleme kademeleri	47
Şekil 3.10. Altı farklı difüzyon kontrol yolu.....	48
Şekil 3.11. Sinterleme esnasında, katı-hal malzeme taşınımı sonucu, boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi	52
Şekil 3.12. Sinterleme esnasında, katı-hal reaksiyonu sonucu $MgAl_2O_4$ yeni ürün oluşumu	53
Şekil 3.13. Sinterleme esnasında, katı hal reaksiyonu sonucu tozların yüzeyinde reaksiyon tabakasının meydana gelmesi	53
Şekil 3.14. Buharlaşma – kondensasyonla sinterlemede ilk aşamalar	54
Şekil 3.15. Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun ikili sistemler	56
Şekil 3.16. Ön alaşımlı tozların solidüstü sinterlenmesinde toz parçalanması ve yeniden düzenlenmesinin şematik gösterimi	56
Şekil 3.17. Ergime sıcaklıkları ve çözünürlük bakımından geçici sıvı faz sinterlemesine uygun iki denge diyagramı.....	57
Şekil 3.18. Reaksiyonlu sinterleme için uygun denge diyagramı ve reaksiyonlu sinterlemede meydana gelen olayların şematik gösterimi....	58
Şekil 3.19. Aralıklı işleyen fırın.....	61
Şekil 3.20. Sürekli fırın	61
Şekil 3.21. Alttan çekişli fırın	63
Şekil 3.22. Yatay çekişli fırın.....	64
Şekil 3.23. Tünel fırın	65
Şekil 5.1. Çekme ve üç noktalı eğme numuneleri.....	77
Şekil 5.2. Çekme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki	84

Şekil	Sayfa
Şekil 5.3. Çekme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki	85
Şekil 5.4. Eğme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki	86
Şekil 5.5. Eğme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki	87
Şekil 5.6. Çekme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki	91
Şekil 5.7. Çekme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki.....	91
Şekil 5.8. Eğme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki	93
Şekil 5.9. Eğme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki.....	93
Şekil 5.10. Çekme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile ortalama çekme mukavemeti arasındaki ilişki.....	96
Şekil 5.11. Çekme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile ortalama çekme mukavemeti arasındaki ilişki	96
Şekil 5.12. Eğme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile ortalama eğme mukavemeti arasındaki ilişki	100
Şekil 5.13. Eğme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile ortalama eğme mukavemeti arasındaki ilişki	100

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. Steatitin bazı kullanım alanları	70
Resim 5.1. Bağlayıcı giderme ve kurutma işlemlerinde kullanılan etüv	80
Resim 5.2. Deneyde kullanılan sinterleme fırını.....	80
Resim 5.3. Farklı sıcaklıkta sinterlenen malzemeler	82
Resim 5.4. Ağırlık ölçümünde kullanılan terazi	83
Resim 5.5. Çekme deney cihazı	94
Resim 5.6. Üç noktalı eğme deney cihazı	98
Resim 5.7. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM).....	101
Resim 5.8. Altın kaplama cihazı	101
Resim 5.9. Herbir sinterleme durumu için maksimum ve minimum çekme mukavemetine sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri	103
Resim 5.10. İncelenen bütün sinterleme şartlarından maksimum ve minimum çekme mukavemetine sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri	112
Resim 5.11. İncelenen bütün sinterleme şartlarından maksimum ve minimum yoğunluğa sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri	113
Resim 5.12. İncelenen bütün sinterleme şartlarından maksimum ve minimum büzülme oranına sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri	114

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
A	En kesit alanı
a³	Yayılan boşluğun atomik hacmi
b	Numune genişliği
C₀	Düz yüzeydeki konsantrasyon
D	Difüzyon katsayısı
D₀	Difüzyon sabiti
D_{gb}	Tane sınırları boyunca difüzyon
D_w	23 °C'deki saf suyun yoğunluğu (0,997)
F	En büyük eğme yükü
F_ç	En büyük çekme yükü
G	Ortalama tane ebatı
h	Numune kalınlığı
J	Difüzyon hızı
k	Boltzman sabiti
L	Dış açıklık (30,5 mm)
L₀	İlk boy
m₁	Malzemenin kuru haldeki ağırlığı
m₂	Malzemenin çözeltiye batırıldıktan sonraki ağırlığı
m₃	Malzemenin sudaki ağırlığı
Q	Aktivasyon enerjisi
R	Gaz sabiti
r	Toz yarıçapı
t	Sinterleme süresi
T	Sıcaklık
V₀	İlk hız

Simgeler**Açıklama**

V_m	Atomların hareketinin molar hacmi
X	Yüzeyden mesafe (derinlik)
x	Boğaz çapı
z	Birleştirilmiş malzeme ve geometrik sabiti,
ΔC	Boşluk konsantrasyonundaki değişim
$\Delta C / \Delta X$	Konsantrasyon gradyanı
ΔE	Yüzey enerjisi
ΔL	Boydaki değişim
ΔV	Hızdaki değişim
σ	Boyun bölgesini genişletmeye çalışan gerilme
σ_ϕ	Çekme mukavemeti
σ_f	Üç noktalı eğme mukavemeti
γ	Yüzey enerjisi
v	Boşluğun hacmi
ρ	Boyun yarıçapı

Kısaltmalar**Açıklama**

GSFS	Geçici sıvı faz sinterleme
HIP	Sıcak isostatik presleme
HMK	Hacim merkezli kübik yapı
PEG	Polietilen glikol
PVA	Polivinil alkol
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
SSFS	Sürekli sıvı faz sinterleme
TEK	Toz enjeksiyonla kalıplama
T/M	Toz metalurjisi
TS	Türk standartları
YMK	Yüzey merkezli kübik yapı

1. GİRİŞ

Elektrik enerjisi tüketiminin hızla artması, üretim, iletim ve kullanım safhalarında seramik izolasyon malzemelerine olan talebi de hızla arttırmıştır. Büyük boyutlara ulaşan ihtiyaçlara cevap verebilmek için kurulan hidroelektrik, termik, nükleer enerji v.b. gibi santrallerin dağıtım ve iletim ünitelerinde yüksek güçleri taşıyabilecek seramik izolatörlerin yanında, yüksek izolasyon fonksiyonlarına cevap verecek, seramik aksam ve parçaların özelliklerinin iyileştirilmesi ihtiyacı ön plana çıkmıştır. Elektroporselenin bu noktadan itibaren ihtiyaçlara cevap veremediği görülmüş ve 1930'lerden itibaren steatit kullanımı yaygınlaşmaya başlamıştır. Ülkemizde bu teknoloji yaklaşık 1975-1980 yıllarında geliştirilmiştir ve geçen süre içerisinde uygulaması başarıyla geliştirilerek sürdürülmüştür (1).

Steatit, elektroteknikte yalıtkan parçaların üretiminde kullanılan, klasik elektroporselene nazaran çok daha yüksek elektriksel ve mekaniksel dayanıma sahip bir malzeme olarak tanımlanabilir (1). Isıyı emmesi ve eşit miktarda dağıtabilmesinden dolayı ateş alanlarının çevrilmesinde (2), düşük malzeme fiyatı, ateşe dayanıklılık ve yüksek sıcaklıklarda bile yüksek elektriksel direnç gibi özelliklerinden dolayı ısıl dirençlerde ve elektriksel yalıtkanlarda, direnç formlarında, tutuşturucularda, kesicilerde, bobin formlarında, uzay araçlarında, bujilerde hassas toleranslarda kolayca kullanılmaktadır (3).

Toz Enjeksiyonla Kalıplama (TEK); küçük, karmaşık şekilli, kesin boyutlu, hassas toleranslı, düzgün yüzeyli, işlenmesi güç ve fazla işlem gerektiren parçaların, uygun maliyette üretimi için geliştirilmiş bir toz işleme teknolojisidir (4,5). Başka bir ifadeyle toz enjeksiyonla kalıplama, çeşitli tozlardan (metal, seramik veya intermetalik) iş parçalarının ekonomik olarak biçimlendirilmesidir (6).

Bu çalışmada, steatit tozundan TEK ile ağırlıkça % 58 steatit tozu, % 42 bağlayıcı (bağlayıcının ağırlıkça % 65'ini polietilen glikol (PEG), % 30'unu polipropilen, % 5'ini ise stearik asit oluşturmaktadır) kullanılarak üretilmiş parçaların farklı sıcaklık, süre ve bekleme zamanlarında sinterlenmesi sonucu yoğunluk, % büzülme oranı,

çekme ve eğme mukavemeti özelliklerinde meydana gelen değişiklikler incelenmiştir.

Bu amaç için ilk önce üretilen numunelerin bağlayıcıları suda çözündürme yöntemiyle giderilmiştir. Bağlayıcı giderme işlemi, maksimum 250 °C sıcaklıkta kullanılabilen etüvde, malzemeleri 50°C sıcaklıktaki suda 23 saat bekletmek suretiyle gerçekleştirilmiştir. Kurutma işlemi ise aynı etüvde malzemeleri 50 °C sıcaklıkta 7 saat bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Daha sonra numunelerin 12 farklı sıcaklık, 2 farklı hız ve 4 farklı bekleme zamanlarında sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemi ısıma ve soğuma hızı ayarlanabilen ve 1600 °C'de kullanılabilen fırında gerçekleştirilmiştir. Her sinterleme işleminden sonra yoğunluklar Arşimet prensibi ve geometrik ölçüler kullanılarak hesaplanmıştır. Mukavemet değerleri çekme ve üç noktalı eğme deneyleri ile bulunmuş, bu deneyler sonunda numunelerin kırılan yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

Yapılan bu çalışmada genel manada steatitten ve seramiklerin sinterlenmesinden bahseden birtakım çalışmalara değinildikten sonra 2. bölümünde seramikleri şekillendirme yöntemlerinden, özellikle de TEK'den bahsedilmiştir. 3. bölümde genel manada sinterleme, seramiklerin sinterlenmesi, sinterleme yöntemlerinin sınıflandırılması, sinterleme mekanizması, sinterleme fırınlarının özellik ve çeşitleri konularına değinilmiştir. 4. bölümde steatitin kullanım alanları, üretim yöntemleri ve sinterlenmesi hakkında bilgi verilmiştir. 5. bölümde ise yapılan deneylerden, deneyler sonucunda elde edilen değerlerden, elektron mikroskobundan alınan görüntülerden bahsedilmiş, gerekli sonuçlar çıkarılmış ve değerlendirmeler yapılmıştır.

Literatür Araştırması

Genel manada steatit ve bazı seramiklerin sinterlenmesi ile ilgili yapılan bazı çalışmalar şu şekildedir:

Cerchez, L. ve Ciupeiu, A., tarafından yapılan bir çalışmada (7), baryum dioksit ve baryum karbonattan elde edilen ve preslenmek suretiyle 12,1 mm çap ve 15,5 mm boy ölçülerine getirilen numuneler 1150°C 'de 4 saat elektrik fırınında ön sinterlemeye tabi tutulmuş ve daha sonra şu özellikleri ölçülmüştür: Başlangıç ve son yoğunluk, porozite, su emme ve görünür yoğunluk. Bu sıcaklıkta nitrik asit ile kimyasal davranışları ve elektriksel özellikleri toz boyutlarına bağlı olarak incelenmiştir. Final sinterlemesinde numuneler 10°C/dakika ısıtma ve soğutma hızını kullanarak 1330 °C'de 3 saat elektrik fırınında bekletilmişlerdir. Sonuçta elde edilen numunelerden 1330 °C sıcaklıkta, 10°C/dak. hızda, 3 saat sinterleme sonucunda çekme, ağırlık kaybı, görünür ve mutlak yoğunluk ve porozite değerleri göz önünde bulundurularak en iyi sonuçlar alındığı gözlemlenmiştir.

Kara, F. ve Little A. J. (8), iki farklı toz karışımını (pseudoboehmite-colloidal silica karışımı ve alüminyum sülfat-colloidal silica karışımı) 1200-1250 °C civarında yüksek yoğunluk için sinterlemişler ve özelliklerini incelemişlerdir. 1000°C civarı kalsinasyon sinterlenebilirliği etkilemezken 1200°C'de yapılan kalsinasyon sinterlenebilirliği düşürmüştür. 1000°C'de kalsine olmuş malzemenin ağırlık kaybı %20, kalsine olmamış malzemenin ağırlık kaybı %5 olarak ölçülmüştür. 1225 °C sıcaklıkta 2 saat, 1250 °C sıcaklıkta 2 saat, 1300°C sıcaklıkta 2 saat, 1420 °C sıcaklıkta 5 saat sinterleme sonucu kristal değişimler incelenmiş, bu basamaklarda tozların SEM' den görüntüleri alınmış, % açık gözenek ve % yoğunluk arasındaki ilişkiler incelenmiştir. Deneyler neticesinde 1250 °C'de sinterlemenin %95 yoğunluğa, %5 gözeneğe sebep olduğu, 1450-1500°C civarında yapılan sinterlemeler neticesinde hemen hemen tam yoğunluğa ulaşıldığı bulunmuştur.

Yorulmaz, S., vd. (9), α - Al_2O_3 ve kaolin kullanarak 150 MPa'da presleyerek elde ettikleri mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) matris numuneleri yoğunluk ve görünür gözeneklerin sıcaklığa göre değişimlerini incelemek için değişik sıcaklıklarda 2 saat süreyle basınçsız olarak havada sinterlemişlerdir. Bu sıcaklıklar 1500 °C-1700 °C arasında seçilmiştir. Sinterleme sonucunda elde edilen yoğunluk ve görünür gözeneklilik değerleri orijinal rulo malzemesi ile karşılaştırılmış, ruloların termal şoklara karşı dirençli olmasındaki en önemli etken olan gözenek göz önüne

alındığında 1550°C örnek numunesi orijinal değere en yakın numune olarak bulunmuştur. Bu yüzden 1550 °C’de yapılan sinterleme işlemlerinde, sinterleme süresinin özelliklere olan etkisini araştırmak üzere numuneler 2-6 saat sürelerle sinterlenmişlerdir. En önemli kriterler olan yoğunluk ve gözenekliliğin her ikisinin de göz önüne alınarak 5 saatlik sinterleme sonuçlarının optimum olduğu bulunmuştur. Sinterleme işlemleri sırasında, fırın sıcaklığı 5 °C/dakikalık bir hızla artırılmış ve bekleme süresinin ardından 5 °C/dakikalık bir soğutma hızıyla düşürülmüştür. Yüzde gözenek ve yoğunluk ölçümleri için numuneler, 1 saat distile suda kaynatılıp soğumaya bırakılmış, yoğunluk ölçümleri Arşimet prensibine göre yapılmıştır. 1500 °C- 1700°C arasında 2 saat sinterlenen numunelerin XRD sonuçları incelenmiştir. Optimum durum olan 1550°C’de 5 saat sinterlenen numunelerin üç nokta eğme mukavemeti 40 x 4 x 3 mm boyutlarında hazırlanan numuneler kullanılarak Instron cihazında test edilmiştir. Kırılan numune yüzeylerinin SEM’den görüntüleri alınmış ve incelenmiştir. Sonuçta kendi elde ettikleri numunelerin şu anda kullanılmakta olan numunelerden daha iyi sonuçlar verdiğini gözlemlemişlerdir.

Rohan, P., vd. (10), stetait, mullit ve kordierit tozlarından plazma sprej yöntemi kullanılarak üretilen numunelerin termal ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Isıl yayılma 12-13 mm uzunluğundaki numunelerde, 5°C/dakika’lık ısıtma oranında, cordierite için 1350 °C, mullit için 1480 °C ve steatit için 1250°C’de ölçülmüş ve her bir malzeme için termal yayılma katsayıları belirlenmiştir. Bu sıcaklıklarda her bir malzemenin kristal yapıları incelenmiştir. Yoğunluk Arşimet metodu ile ölçülmüştür. Youngs modülü ve eğme mukavemeti 4 noktalı eğme deneyi ile Instron 1362 universal test makinası kullanılarak bulunmuştur. 50 x 3,5 x 2,5 mm ebatındaki numunelerin testi sırasında test cihazı kafa hızı 1 mm/dak., silindirler arası iç açıklık 20 mm, dış açıklık 40 mm olarak seçilmiştir.

Li, R., vd. (11), $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ’ün sinterleme ilavesi olarak kullanılması suretiyle $\text{Ca}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{TiO}_3$ ’ün sinterlenmesini incelemişlerdir. 20 x 20 x 5 mm boyutlarındaki örnek numuneleri elde etmek amacıyla tozlar 200 MPa basınçta soğuk isostatik olarak preslenmişler ve 1200°C’de 2 saat sinterlenmişlerdir. Numunelerin 3 nokta

eğme mukavemeti çapraz kafa hızları 0,5 mm/dak. ve mesnetler arası mesafe 10 mm olacak şekilde belirlenmiştir. Dielektrik mukavemetler ölçülmüş ve kristografik faz davranışları XRD ile belirlenmiştir. Sinterlenmiş seramiklerin yoğunlukları Arşimet prensibi kullanılarak belirlenmiş, mikroyapılar SEM’de incelenmiştir. $\text{Ca}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{TiO}_3$ ’ün 1200 °C’de ve 1400°C’de katkısız olarak ve ağırlıkça % 0,5, % 1,5 ve % 4 $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ilaveleri ile sinterleme sonuçları incelenmiştir. 1200 °C’de $\text{Ca}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{TiO}_3$ ’ün katkısız olarak sinterlenmesi sonucu bir çok gözenek olduğu görülmüş, bu gözeneklerin 1400 °C’de bile yapı içerisinde olduğu gözlemlenmiştir. 1400°C’de ağırlıkça % 0,5 $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ilaveli sinterleme özelliklerinin katkısız 1200 °C’de sinterlemeden daha iyi olduğu görülmüştür. Teorik yoğunluk, üç noktalı eğme, kırılma tokluğu, Vickers sertliği, dielektrik mukavemet gibi değerler ilavelerin oranına göre gözlemlenmiş ve ağırlıkça % 0,5’den sonraki ilavelerin bu değerleri olumsuz etkilediği bulunmuştur.

Mielcarek, W., vd. (12), MgSiO_3 fazları ve steatit seramiklerinin mekanik özellikleri arasındaki ilişkiler ile alakalı çalışma yapmışlardır. Deneylerde Çin talkı kullanılmıştır. Hacimce % 10 baryum karbonat ve % 90 talk, baryum steatit numuneleri elde etmek amacıyla ıslak olarak karıştırılmışlardır. Kurutmadan sonra %10 bağlayıcı ilave edilmiş ve karışım 100 MPa basınç altında soğuk olarak preslendikten sonra 1380 °C’de sinterlenmiştir. 10 mm çapında ve 80 mm boyundaki numunelerle eğme deneyi yapılmıştır. Kristal fazları belirlemek amacıyla 15 x 20 x 5 mm ebatında numuneler kullanılarak XRD ölçümleri yapılmıştır.

Kara, F. ve Şener, O. (13), Boehmite-colloidal silika karışımı (A) ile alüminyum sülfat-colloidal silika karışımı (B)’nin mullite formasyonu, sinterleme davranışları ve mikroyapı gelişimi üzerine etkilerini araştırmışlardır. Tozlar 100 MPa’da kalıpta, daha sonra 300 MPa’da isostatik olarak preslenmişlerdir. Numuneler 1300 °C ve 1700°C’de 2 saat durgun havada, 5°C/dak’lık ısıtma hızıyla sinterlenmişlerdir. Sinterlenmiş malzemelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre ölçülmüş, 5 örnek ölçümün ortalaması alınmıştır. Mikroyapı incelemeleri XRD ile yapılmış, SEM ve TEM ’den görüntüler alınarak incelemeler yapılmıştır. A ve B tozlarının sinterleme sıcaklıklarıyla yoğunluk değişimleri gözlemlenmiş, 1500 °C ve 1600 °C’de 2 saat

sinterleme sonucu tane büyümesi incelenmiştir. Saf A, A'nın içine hacimce %1 ve %10 B katılması sonucu sıcaklıkla yoğunluk değişimleri incelenmiştir. Deneyler sonucunda mullit içindeki silikon ve alüminanın düşük difüzyonu nedeniyle küçük tozlarda bile (yaklaşık 0,1 μm) sinterlemenin 1600 °C'nin üzerinde olduğunu belirlemişler, bununla birlikte boehmite ve silika karışımlarında %95 yoğunluk için 1250 °C sıcaklığın yeterli olduğunu bulmuşlardır. Sinterleme davranışları karışımın oranına bağlı olarak değiştiğini, B tozu %70 yoğunluğa 5 saatte ulaşırken, A tozunun %95 yoğunluğa 2 saatte ulaştığını gözlemlemişlerdir.

Maca, K., vd. (14), ceria seramiklerinin (CeO_2) enjeksiyon kalıplama ve sinterlemelerini incelemişlerdir. Enjeksiyon karışımı 160 °C, kalıp sıcaklığı 25°C, 60 x 3,5 x 4,65 mm büyüklüğündeki numunelerin sinterleme özellikleri havada ve hız kontrollü sinterleme metoduyla belirlenmiştir. Parça büyüklük dağılımı lazer kırınım analizleyici ile, reolojik özellikler kapiler rheometre ile ölçülmüştür. Bağlayıcı azot atmosferde 10°C/saatlik ısıtma hızında 500°C'de uzaklaştırılmıştır. Daha sonra numuneler 800°C'de 1 saat ön sinterlemeye tabi tutulmuş ve yoğunluklar Arşimet prensibiyle 12 ölçümün ortalaması alınarak belirlenmiştir. Sinterleme özelliklerinin belirlenmesi için ısıtma hızları 2, 5 ve 10 °C/dakika; sıcaklıklar 1400, 1450, 1500 °C; sinterleme zamanı 40 dakikadan 4 saate kadar seçilmiştir. Gözenek durumlarının tespitinde SEM'den alınan görüntüler kullanılmıştır. Deneyler neticesinde çekme ile sıcaklık arasındaki ilişkiler bulunmuştur.(maksimum çekme oranı, çekmenin başladığı sıcaklık, çekmenin azaldığı sıcaklık gibi...). Bu değerler tablo halinde verilmiştir. Çekme ve yoğunluk değerleri sıcaklık ve zamana bağlı olarak hesaplanmıştır. En yüksek yoğunluğa 1500 °C'de 2°C/dakikalık ısıtma hızıyla 1 saat sinterleme sonucu ulaşılmış ve 5°C/dakika'nın üzerindeki ısıtma hızları yoğunluk üzerine ters etki yaptığı tespit edilmiştir.

Karataş, Ç., vd. (15), steatit tozu ve polietilen bazlı termoplastik bağlayıcılarla hazırlanan besleme stoklarının reolojik özelliklerini incelemişlerdir. Bunun için hazırlanan besleme stoklarının akış davranışlarını, kalıplama şartlarını ve bağlayıcı uzaklaştırılmasını araştırmışlardır. Yapılan çalışmalar neticesinde optimum enjeksiyon kalıplama ve ısıl bağlayıcı giderme karakteristiklerine sahip olmak için

iyi bir homojenizasyon, yüksek stabilite, üretim sıcaklıklarında düşük bir viskozite, düşük bir aktivasyon enerjisi ve düşük bir kayma gerilmesine sahip bir besleme stoğu bulunmuştur.

Liu, D. ve Tseng, W. (16), bağlayıcı formülasyonu ve bağlayıcı uzaklaştırma oranının seramik enjeksiyon kalıplamanın sinterleme davranışları ve temel yapısı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. 5, 15 ve 30 °C/saatlik ısıtma hızlarında ve çeşitli sıcaklıklarda sinterlenen enjeksiyon kalıplama ile zirkonyum tozundan üretilmiş numunelerin gözenek durumları ve yoğunlukları SEM'den alınan görüntüler kullanılarak incelenmiştir. Deneyler sonucunda % 60 ham malzeme yoğunluğuna sahip numunelerin 1400 °C'de % 95, 1500 °C'de % 99,3 yoğunluğa; % 50 ham malzeme yoğunluğuna sahip numunelerin ise 1400 °C'de % 84, 1500 °C'de % 97,8 yoğunluğa ulaştıkları gözlemlenmiştir.

2. SERAMİK ÜRÜNLERİNİN ŞEKİLENDİRİLMESİ

İleri seramik malzemelerin şekillendirilmesinde, metal parçalarda olduğu gibi değişik yöntemlerden yararlanılır. Kullanılacak şekillendirme yöntemlerinin seçiminde, üretilecek parçanın boyutları, miktarı ve fiziksel özellikleri göz önüne alınır. Diğer taraftan şekillendirme prosesine bağlı olarak seramik tozları, çeşitli katkı maddelerinin ilave edilmesiyle hazırlanır.

Kusursuz bir ürün için uniform olarak tozların hazırlanması gereklidir. Şekillendirme prosesine bağlı olarak tozlara bir takım katkı maddeleri ilave edilir. Bunlar:

- a) Bağlayıcılar: Pişmemiş, yaş haldeki ürüne mukavemet kazandırmak amacı ile ilave edilir.
- b) Yağlayıcı ilavesi: Presleme esnasında tozlar arasındaki sürtünmeyi azaltır.
- c) Sinterleme amacıyla ilave edilen katkı maddeleri densifikasyonu (yoğunlaşmayı) artırır.
- d) Tozlara, deflökantlar, plastisiteyi ve ıslatma özelliklerini kontrol eden malzemelerle, termoplastiklerin ilavesi belirli şekillendirme yöntemleri için gerekli kolaylığı sağlar.

Çizelge 2.1’de, çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıklar gösterilmiştir.

Çizelge 2.2’de ise seramik tozlarına ilave edilen katkı malzemelerinin işlevleri özetlenmiştir.

Çizelge 2.1. Bazı şekillendirme işlemleri için seramik tozlarına katılması gereken maddeler (17)

Presleme	Slip döküm	Enjeksiyonla kalıplama
Bağlayıcı ilavesi	Bağlayıcı ilavesi	Bağlayıcı ilavesi
Yağlayıcı ilavesi	Deflükant ilavesi	Plastisiteyi artırıcı ilaveler
Sinterlemeyi kolaylaştırıcı ilaveler		Sinterlemeyi kolaylaştırıcı ilaveler
		Islatıcı ilavesi
		Yağlayıcı ilavesi

Çizelge 2.2. Seramiklere ilave edilen katkı maddeleri ve işlevleri (17)

Katkı maddesi	İşlevi
Bağlayıcı	Yaş mukavemeti artırır. Tozların kaymasını, kalıptan kolayca sıyrılmasını sağlar.
Plastisiteyi artırıcılar	Şekillendirme esnasında plastik deformasyonu sağlar
Deflükantlar	PH'ı kontrol eder. Toz yüzeylerindeki elektrik yükünü, dispersiyonu veya topaklanmayı kontrol eder.
Islatıcı	Yüzey gerilmesini azaltır.
Suyu tutan madde	Presleme esnasında suyun yapıda kalmasını sağlar.
Antistatik madde	Elektirik yükünü kontrol eder.
Antifom madde	Köpük oluşmasını önler.
Fom stabilizer	İstenen köpüğü sağlamlaştırır.
Sinterleme için ilaveler	Densifikasyonu sağlar
Mantarlar ve bakterilere karşı yapılan ilaveler	Bekletilme esnasında bozulmayı önler
Diğer ilaveler	İstenmeyen iyonları aktive etmez.

Bağlayıcılar, organik ve inorganik olarak iki grupta toplanır. Organik bağlayıcılara örnek olarak, balmumu ve reçineyi gösterebiliriz. Bu maddeler, suda çözünmedikleri için ıslak proseslere uygun değildir. Ergime veya enjeksiyonla şekillendirmede kullanılır. İşlem sonunda organik bağlayıcı yanar. İnorganik bağlayıcılar ise nihai

işlem sonunda yapıda kalır ve seramiğin bir bileşeni haline gelir. Seramik teknolojisinde kullanılan çeşitli organik ve inorganik bağlayıcılar şunlardır:

Organik bağlayıcılar

Polivinil alkol (PVA), balmumu, selülöz, dextrin, termoplastik reçine, termoset reçine, lignin, lastik, sakız, nişasta, un, kazein, jelatin, albümin, protein, bitüm, akrilik, yosun.

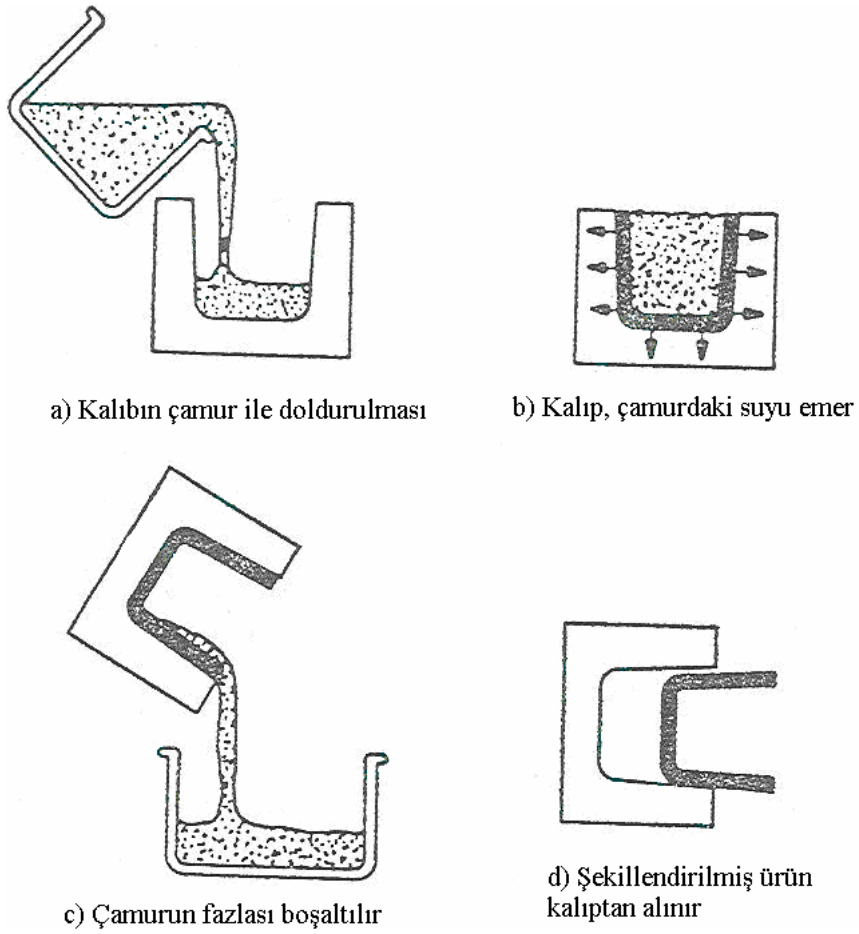
İnorganik bağlayıcılar

Kil, bentonit, Mg-Al silikatlar, çözünen silikatlar, organik silikatlar, kolloidal silika, kolloidal alümina, alüminatlar, fosfatlar, borofosforlar.

Seramikler çeşitli şekilde biçimlendirilebilir. Bunlar; slip ve şerit-döküm, kuru ve sıcak presleme, soğuk ve sıcakta isostatik presleme, ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplamadır (17).

2.1. Slip Döküm

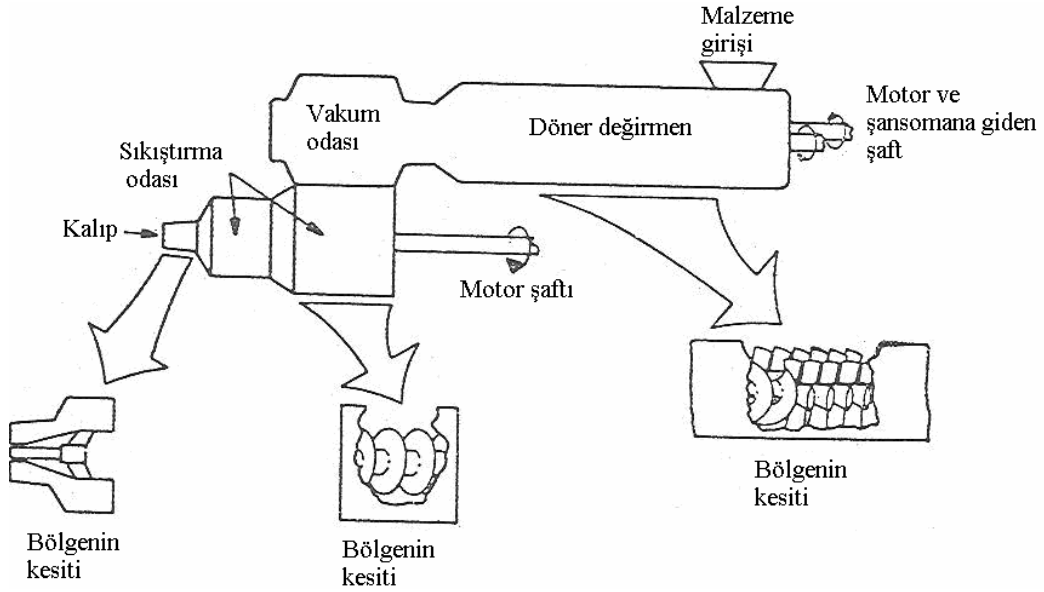
Hazırlanan çamur, alçı kalıplara dökülür. Çamurdaki su, gözenekli alçı kalıp tarafından emilir. Bu yöntem, basit bir yöntem olup esas olarak her boyut ve şekildeki parça üretimi için elverişlidir. Ancak, pişme esnasında çekme miktarı tipik olarak %25-30 mertebesinde dir. Bu durum, nihai ürünün boyut tahmininde güçlük oluşturur. Ayrıca birkaç aşama gerektiren yavaş bir proses tir. Bu nedenle, yöntem prototip çalışmalarda ve kısa süreli üretim dönemlerinde kullanılır. Örneğin, seramik potalar, banyo gereçleri ve seramik sanat eserleri. Şekil 2.1’de slip döküm aşamaları şematik olarak gösterilmiştir (17).



Şekil 2.1. Slip döküm kademeleri (17)

2.2. Ekstrüzyon

Seramik tozları, yeterli plastisiteyi sağlamak amacıyla %25-30 mertebesinde organik bağlayıcı ile karıştırılır ve rutubet kontrol edilerek arzu edilen boyutlarda metallerde olduğu gibi ekstrüzyona tabi tutulur. Tüp, çubuk, tuğla, fayans gibi sabit kesite sahip ürünlerin imali için uygundur. Şekil 2.2’de ekstrüzyon sistemi görülmektedir (17).



Şekil 2.2. Ekstrüzyon sisteminin şematik olarak gösterilmesi (17)

2.3. Şerit Döküm

İnce şerit veya plaka halindeki seramikler için kullanılır. Şerit döküm, elektronik seramik endüstrisinin en önemli proseslerinden biridir.

Şerit döküm yöntemi, inorganik seramik malzemenin sıvı içerisinde dağıldığı seramik çamurunun hazırlanması ile başlar. Burada sıvı faz, solvent içerisinde seyreltilmiş halde organik bağlayıcılar ile plastisiteyi modifiye eden katkı maddeleri içermektedir. Hazırlanan çamur, düz bir yüzeye yayılır ve solventin bünyeden uçurularak uzaklaşması sağlanır. Böylece, kurutulan malzeme inorganik seramiği ve geçici plastik bağlayıcıyı içerir. Kurutulan şerit, yüzeyden sıyrılabilir ve kağıt veya deri gibi ele alınabilir.

Doktor bıçağı ile üretilen şeritler çok katmanlı çip kapasitörlerde ve termistör, ferrit, piezoelektrikler gibi pasif elektronik komponentlerde kullanılmaktadır.

Şerit döküm yöntemi, öğütme, döküm çamurunun hazırlanması ve karakterizasyonunu içermektedir. Öğütme işlemi, titreşimli, bilyalı veya kavanoz değirmenlerinde gerçekleştirilmektedir. Daha sonra bağlayıcı ve plastisiteyi artırıcı katkı

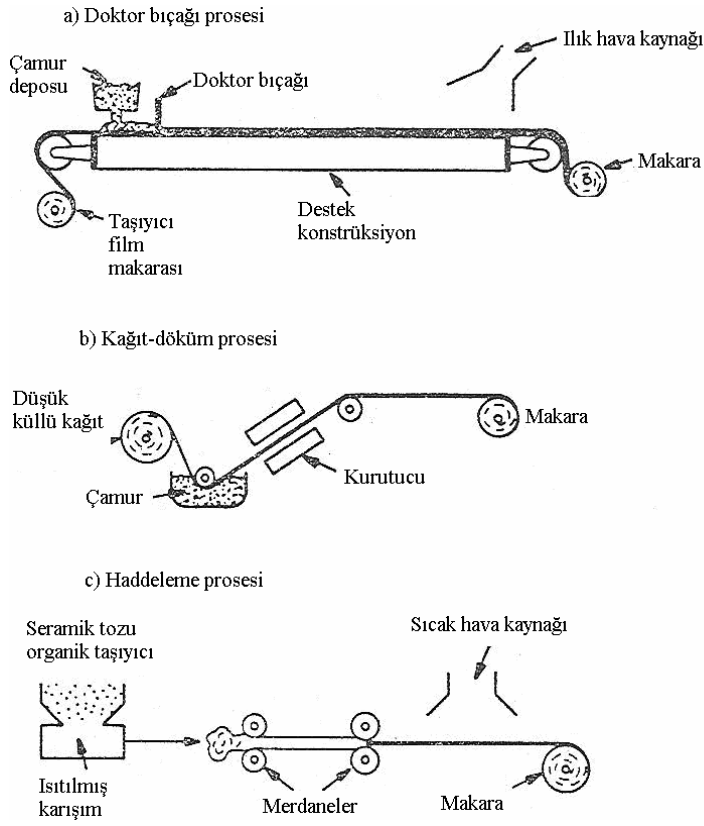
maddeleriyle meydana getirilen çamur, çok iyi karıştırıldıktan sonra vakumla veya yavaşça haddelenerek veya karıştırılarak havası emilir. Havası emilen çamur, bilahare döküm makinesine aktarılır. Çamur içinde kalan habbecikleri veya çözünmeyen bağlayıcıları süzmek için filtre kullanılır. Kuruma işleminden sonra, şerit ya makaraya sarılır veya kullanım amacına uygun boyutlarda kesilir. Üretim ölçeğindeki şerit döküm işlemi genellikle sürekli döküm makinesinde gerçekleştirilir. Bu makinede, hareketli bir konveyör sistemi mevcuttur. Ayrıca hava üfleyen kurutma sistemi, ıslatıcı sistemi, döküm ünitesi, şeridi sıyıran sistem ve şeridi saran makine bulunmaktadır. Makinede doktor bıçağı sabit, buna mukabil dökümün yapıldığı yüzey hareketlidir. Doktor bıçağı, farklı kalınlıktaki şeritlerin üretimi için ayarlanabilmektedir. Şekil 2.3'te şerit dökümle şekillendirme işlemi görülmektedir (17).

2.4. Kuru Presleme

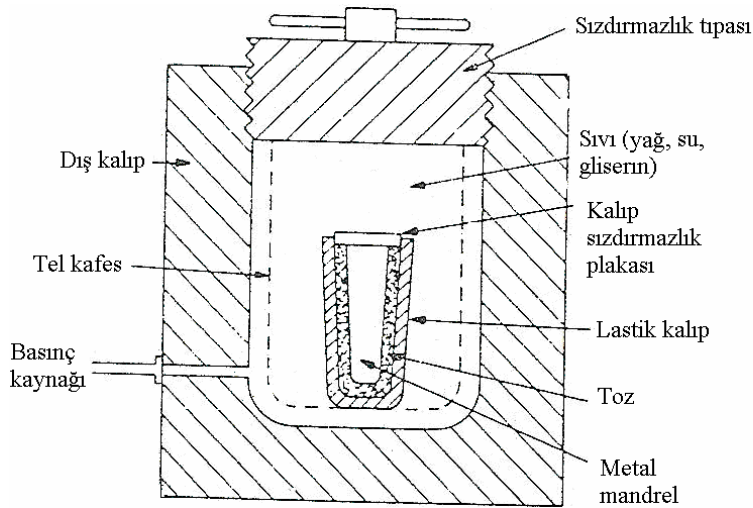
Bu yöntemde seramik tozları uygun bir bağlayıcı ve yağlayıcı ile karıştırılarak metal bir kalıp içerisinde tek eksenli yük altında kuru olarak sıkıştırılır. Toz boyutunun dağılımı önemlidir. Yöntem plaka gibi düz parçaların üretimi için uygundur (17).

2.5. İsostatik Presleme

Bu yöntemde tozlar, kuru preslemeye olduğu gibi hazırlanır ve sıvı geçirmeyen lastik kalıba konur. Sistemin havası boşaltılır. Kalıbı çevreleyen sıvı, $400 \text{ MN} / \text{m}^2$ kadar sıkıştırılır. Bu şekilde yaş (pişmemiş) yoğunluk %50 mertebesine ulaşır ve pişme ile de bu değer teorik yoğunluğa ulaşabilir. Şekil 2.4'te isostatik presin şekli görülmektedir (17).



Şekil 2.3. Şerit dökümle şekillendirme işlemi (a), (b), (c) farklı uygulamalara tekabül etmektedir (17)

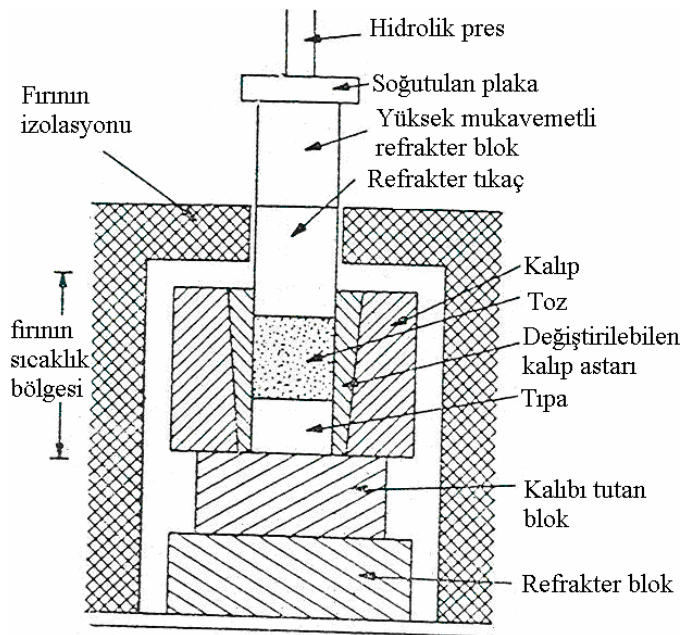


Şekil 2.4. İsostatik presin şeması (17)

2.6. Sıcak Presleme

Seramik ürünlerindeki densifikasyonu artırmak için genellikle sıcak preslemeye başvurulur. Sinterleme, yüksek sıcaklık ve uzun sürede yapılsa bile nihai malzemede densifikasyon (yoğunlaşma) ancak %80-90 mertebesinde gerçekleşmektedir. Sinterlemede densifikasyon difüzyon prosesine dayandığından tam bir densifikasyon ancak difüzyonun hızlı olduğu ergime noktasına yakın yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Ancak bu durum bir takım güçlükler doğurur. Örneğin, refrakter ve seramik malzemelerin ergime noktaları çok yüksek olduğundan, çok yüksek sıcaklıklarda sinterleme teknik ve ekonomik açıdan sıkıntı doğurur. Diğer taraftan süper alaşımlar içinde yüksek sıcaklıklarda sinterleme, tane büyümesi ve mevcut fazların kararlılığı açısından pratik değildir. Benzer şekilde süper iletken seramiklerin üretiminde de faz dönüşümü nedeniyle yüksek sıcaklıklarda sinterleme çok zordur. Bütün bu güçlükler sıcak preslemeye başvurmaya sebep olmaktadır.

Sıcak presleme iki şekilde uygulanabilir. Bunlardan birincisi, Şekil 2.5'te gösterildiği gibi kuru preslemeye benzerdir.

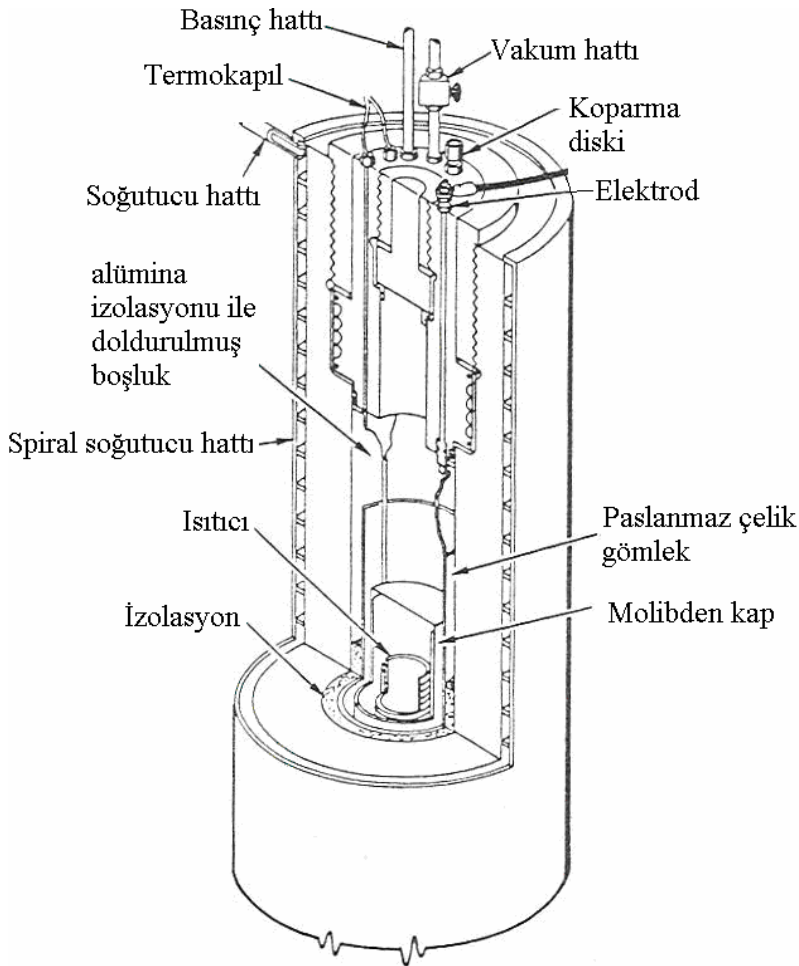


Şekil 2.5. Sıcak presin şeması (17)

Ancak presleme fırın içerisinde yapılır. Bu yöntemde tozlar tek yönde sıkıştırılır. Sıcakta preslemenin diğer bir yöntemi de sıcak isostatik presleme “HOT ISOSTATIC PRESSING (HIP)” dir (17).

2.7. Sıcak İsostatik Presleme (HIP)

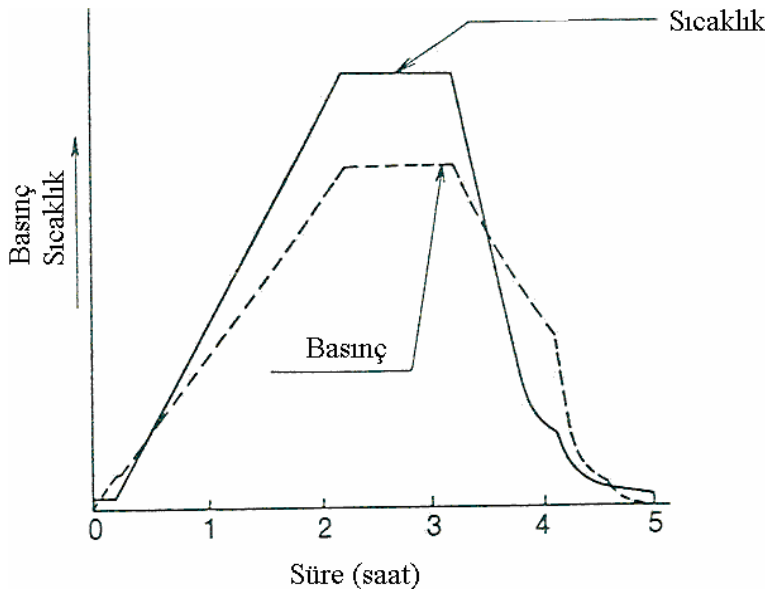
HIP, hidrostatik gaz basıncı altında yoğun veya yoğun olmayan tozların birleştirilmesi veya şekillendirilmesi için kullanılan bir metottur. Şekil 2.6’da tipik bir HIP ünitesi verilmiştir.



Şekil 2.6. Sıcak isostatik presleme ünitesinin şeması (18)

210 MPa veya daha fazla basıncın kullanılması, sıcaklık ve atmosferin kontrol edilebilmesi seramikler için HIP'e başvurmayı teşvik etmektedir. Daha düşük sıcaklıklara nispeten yüksek densifikasyon, yüksek hız ve ayrıca iyi taneleşmiş mikro yapı sonucu daha yüksek mikroyapı kontrolü ve yaklaşık net biçim formunun yakalanması seramikler için HIP'in avantajlarıdır.

HIP işleminde önceden şekillenmiş toz kütlesi veya şekillenmemiş tozlar deforme olabilen, gaz geçirmeyen kaba veya cam veya metalden yapılmış kutuya yerleştirilir. Daha sonra bu kaplar yüksek sıcaklık fırını yerleştirilmiş bir üniteye konur. 210 MPa basınçta argon gibi ağır bir gaz ile doldurulur ve sıcaklık artırılır. Sonuçta basınç en üst seviyede tutulur. Şekil 2.7'de sıcak isostatik preslemedeki sıcaklık ve basınç eğrileri görülmektedir.

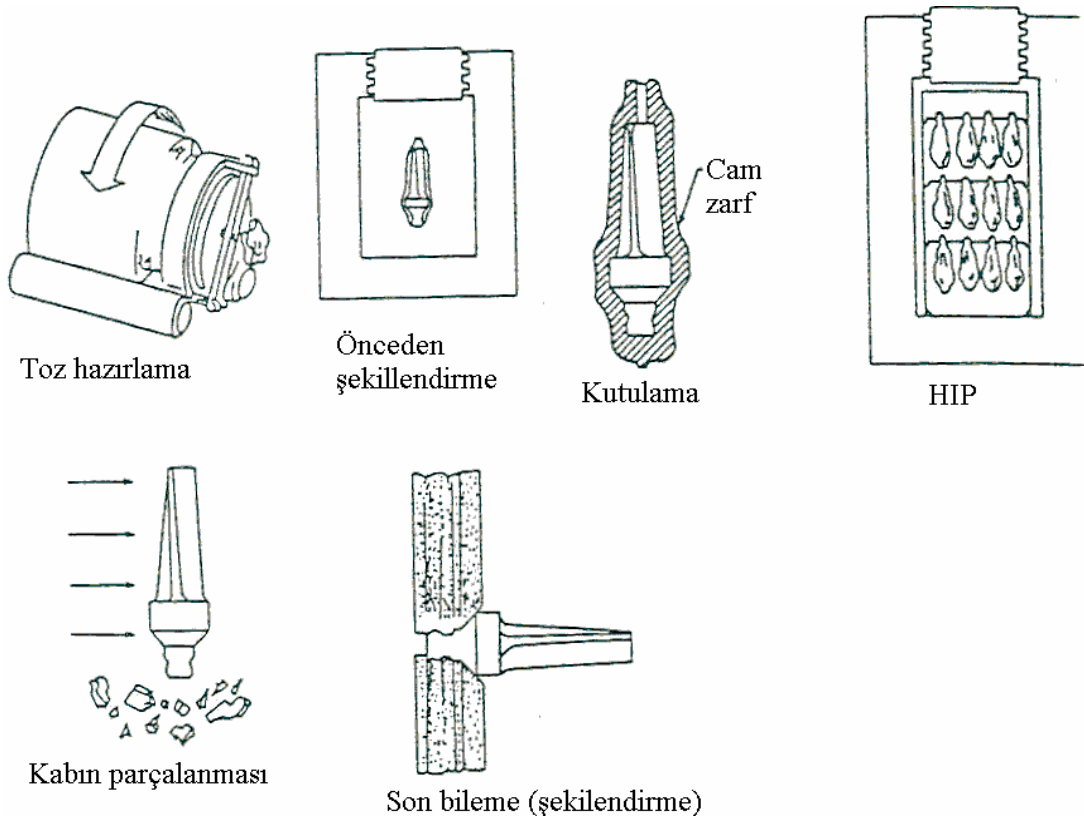


Şekil 2.7. Sıcak isostatik preslemedeki sıcaklık ve basınç eğrileri (18)

HIP döngüsünün tamamlanmasından sonra, sisteme soğuması için izin verilir ve basınç tahliye edilir. Sonuçta parçalar üniteden çıkartılır ve kutular parçalanır. Şekil 2.8'de HIP ile üretim aşamaları görülmektedir. HIP'da presleme + sinterleme bir arada gerçekleşmektedir. Seramiklerin HIP'ı operasyon sıcaklığını 1500 °C civarında olmasını gerektirir. Molibden, tungsten ve tantalyum gibi malzemeler ısıtma elemanı

olarak kullanılırlar. Grafit yüksek sıcaklıklarda daha ziyade tercih edilir. Ayrıca platinyum bazı araştırma ünitelerinde kısmi oksijen ile birlikte kullanılır. Argon çoğunlukla basınç dağıtma ortamı olarak kullanılır, sinterleme ile HIP'in birleştiği bazı işlemlerde azot kullanılır.

HIP üniteleri su soğutmalıdır ve sıcaklık dağılımı çok yönlü termokapılar ile ölçülür. İlavenen mikrosesör bazlı kontrol sistemleri ve genleşme ölçerler (dilatometer) kullanılmaktadır. Metaller ve camlar kırılabilir kapsül malzemesi olarak karmaşık seramikler için kullanılır. En çok kullanılan metaller tantalyum ve molibdendir (18).



Şekil 2.8. Sıcak isostatik presleme ile üretim aşamaları (18)

2.8. Toz Enjeksiyonla Kalıplama

Toz Enjeksiyonla Kalıplama (TEK); küçük, karmaşık şekilli, kesin boyutlu, hassas toleranslı, düzgün yüzeyli, işlenmesi güç ve fazla işlem gerektiren parçaların, uygun

maliyette üretimi için geliştirilmiş bir toz işleme teknolojisidir (4, 5, 19). Başka bir ifadeyle toz enjeksiyonla kalıplama, çeşitli tozlardan (metal, seramik veya intermetalik) iş parçalarının ekonomik olarak biçimlendirilmesidir (6).

TEK yöntemi 1920'li yıllardan beri geliştirilmektedir (20). Endüstriyel olarak ilk kullanım 1970'lerin başında A.B.D., Kaliforniya'da Parmatech firması tarafından başlatılmıştır (21). 1979'da TEK ile üretilen, uçakta kullanılan vida tıkaçı ile niobyum alaşımlı roket parçasının ödül alması gelişmeyi daha da hızlandırmıştır. Böylece TEK ile üretilmiş yüksek performanslı malzemeler, imalat teknolojisinin ön saflarında yer almıştır (22). Son yıllarda TEK; karmaşık şekilli, küçük ölçekli kütle üretimi ile parça imalatında cazip bir yöntem haline gelmiştir. İmalat maliyetinin düşük olması nedeniyle gün geçtikçe daha da yaygınlaşmıştır (23).

Hassas döküm yöntemindeki kalıp hazırlama, model yapma, seramik işlemlerin yanında mekanik işlemler gerektirmesi, alışılmış toz metalurjisi (T/M) yoluyla çok karmaşık şekilli parçaların üretilmemesi veya üretimden sonra talaşlı imalat gerektirmesi, plastik enjeksiyonun çok iyi bilinmesi, TEK'in doğmasına neden olmuştur. Bugün plastik enjeksiyon makinelerinde, plastik malzemelerle karıştırılmış metal veya seramik tozlarından ham parçalar üretilmektedir. Üretilen parçalar %95'ten fazla yoğunluk derecelerine ulaşabilmekte ve bu nedenle mekanik özellikleri genel olarak T/M ile üretilmiş parçalardan daha üstün olabilmektedir (24). Genellikle TEK ile üretilen parçaların ağırlığı 100 gramı geçmez ve ekonomik olmaları için sayılarının 100 000'i geçmesi gerekir. TEK ile üretilen parçalar tıp, dişçilik, büro makineleri, havacılık, silah sanayii, elektronik, beyaz eşya, bilgisayar, kamera ve otomobil sanayiinde kullanılmaktadır. TEK ile üretilen parçaların %55'i metal, %35'i seramik ve %10'u karbür veya intermetaliktir (21, 22).

Toz Enjeksiyonla Kalıplamanın Avantajları ve Dezavantajları

Avantajları

1. Geleneksel T/M ile üretilmeyecek karmaşıklıkta şekilli parçaların üretilmesi
2. Parçaların tümünde sinterleme sonrası tekdüze yoğunluğa ulaşılabilmesi

3. Geleneksel T/M ile üretimi çok zor yapıda olan parçaların imal edilebilmesi
4. Geleneksel T/M işleminden daha dar toleranslar ile çalışabilme

Dezavantajları

1. Düzgün parça üretimi için kullanılacak toz boyutunun küçük ve şeklinin uygun olması gerekliliği
2. Geleneksel T/M işleminde yer almayan bağlayıcı çıkarma işleminin zorluğu
3. Bağlayıcı çıkarma ve sinterleme aşamalarında ön görülemeyen hataların çok sayıda üretilmiş ön ürünün firesine sebep olması
4. Geleneksel T/M'ye göre daha pahalı kalıp, tezgah ve operatör maliyeti (25)

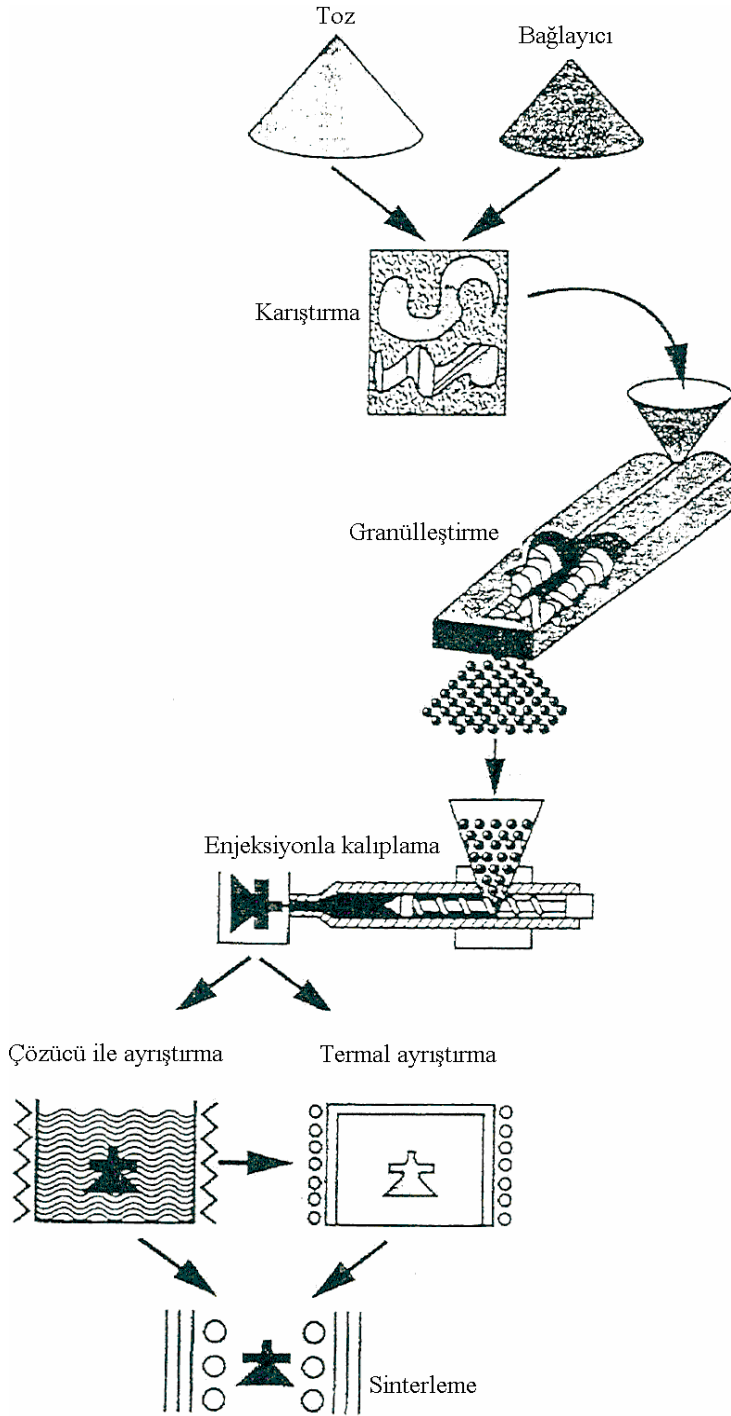
TEK işlemi son derece ince tozların (çapları 20 mikrondan küçük) kullanılmasını gerektirmektedir (22).

2.8.1. Toz enjeksiyon kalıplama işlemi

Şekil 2.9'da TEK işleminin basamaklarını gösteren bir akış şeması verilmiştir (4). TEK dört ana aşama içerir: Karıştırma, enjeksiyonla kalıplama, bağlayıcı uzaklaştırma ve sinterlemedir (26).

TEK için hazırlanmış toz + bağlayıcı karışımına “besleme stoğu” denilmektedir. Besleme stoğu oluşturmak amacıyla, metal ve/veya seramik tozları çok hassas oranlarda termoplastik bağlayıcılar ve diğer katkı maddeleri ile karıştırılmaktadır. Bağlayıcı toplam hacmin ortalama %35 - %50'sini oluşturur. Uygulamada besleme stokları çok elemanlı sistemler olup, çok sayıda bağlayıcı benzer katkı maddeleri içermektedir. Uygun toz ve bağlayıcı seçilip karıştırıldıktan sonra granül haline getirilmektedir. Granül haldeki karışım enjeksiyon makinesine konup, belirlenen bir sıcaklıkta dış macunu kıvamına getirildikten sonra uygun bir basınçla enjeksiyon makinesine bağlanmış kalıbın boşluğuna gönderilir. Kalıbın soğumasıyla kalıbın şeklini almış ham parçalar elde edilir. İşlemdeki daha sonraki basamak bağlayıcının ayrılmasıdır. Bağlayıcının parçadan ayrılmasından sonra yapılacak işlem, parçanın

pişirilmesidir. Pişirme işleminin sonunda ortaya tamamen yoğun bir parça çıkmaktadır (5, 21, 26, 27).



Şekil 2.9. TEK işlem aşamaları (4)

Tozlar

TEK’de kontrolü sağlamak için tozların özelliklerinin bilinmesi çok önemlidir. Sinterlenen parçanın son özelliklerini tozun başlangıç özellikleri belirler (28-30).

TEK işleminin anlaşılmasında tozların şu özelliklerine bakılmalıdır (22):

1. Yüksek paketleme yoğunluğu, düşük maliyet için uygun parçacık büyüklüğünün dağılımı
2. Topaklanma olmaması
3. Küresel parçacık şekli
4. Bağlayıcının ayrılmasından sonra parçanın bozulmasını önlemek için parçacıklar arasında yeterli sürtünme, muhtemelen 55° üstünde şev açısı
5. Hızlı sinterleme için küçük parçacık büyüklüğü (20 mikronun altında)
6. Kapalı, gözeneksiz yoğun parçacık
7. Temiz parçacık yüzeyi

Bağlayıcılar

Sinterlenebilir seramik tozlarının termoplastik bağlayıcılarla enjeksiyon kalıplamada kullanıldığı bilinmektedir (27). TEK’te bağlayıcısız bir ürün elde etmek mümkün değildir. Bağlayıcı, tozların arzu edilen şekilde paketlenmesi ve sonra, sinterlemenin başlangıcına kadar tozların bu şekilde kalmasına imkan veren geçici bir araçtır. TEK’te toz özelliklerinin yanı sıra bağlayıcı özellikleri de önemlidir (29, 31).

Bağlayıcının özellikleri

Bağlayıcılar büyük ölçüde organik bileşenlerin bir karışımı olup, ana eleman doğal mumlar ve sentetik polimerlerdir. Diğer katkı maddeleri de özellikleri değiştirmek için kullanılabilir. Çizelge 2.3’te ideal bir bağlayıcının nitelikleri belirtilmektedir (29, 32, 33).

Çizelge 2.3. Bağlayıcı nitelikleri (32)

Akış özellikleri

- Kalıplama sıcaklığında saf bağlayıcı viskozitesi $< 10 \text{ Pa.s}$,
- Kalıplama sıcaklığında, sıcaklıkta yapılan değişime göre viskozitede az değişiklik,
- Soğuduktan sonra iyi ham mukavemet,
- Toz tanecikler arasına giren uyumlu küçük moleküller,
- Tozdan akış ile ayrılmama.

Tozla etkileşim

- Düşük temas açısı ve toz ile iyi bir yapışma,
- Toza göre kimyasal olarak pasif durumda.

Ayrışma

- Farklı özelliklerde birden fazla bileşen,
- Aşındırıcı değil,
- Bozulma sıcaklığı kalıplama ve karıştırma sıcaklığının üzerinde,
- Düşük artık ve metalik içerik,
- Yaygın olarak bilinen zehirleyici olmayan çözücülerde çözünabilirlik,
- Isıl genleşme veya kristallenmeden gelen düşük kalıcı gerilme

Üretim

- Ucuz,
- Uzun raf ömrü,
- Tekrar kullanılabilirlik,
- Güvenli ve çevreci olarak kabul edilen bir ürün,
- Yüksek yağlayıcılık,
- Yüksek bağlayıcılık ve katılık
- Düşük ısı genleşme katsayısı
- Kolay temizleme, bilinen çözücülerde çözünürlük.

Bağlayıcının öncelikli görevi, toz parçacıklarını kalıp boşluğuna taşımak ve orada toplanmasını sağlamaktır. Karıştırma ve kalıplamaya yardımcı olması için, bağlayıcının tozun yüzeyini ıslatması zorunludur. TEK’te çok etkili olan ıslatıcılar titanatlar, silikon hidridler, fosfatlar ve stearatlardır (6, 34). Çizelge 2.4’te örnek bağlayıcı sistemleri verilmiştir (6, 29).

Çizelge 2.4. Tipik bağlayıcı örnekleri (6)

Bağlayıcı 1 : %70 parafin mum, %20 mikrokristal mum, %10 metil etil keton
Bağlayıcı 2 : %67 polipropilen, %22 mikrokristal mum, %11 stearik asit
Bağlayıcı 3 : %33 parafin mum, %33 polietilen, %33 balmumu, %1 stearik asit
Bağlayıcı 4 : %69 parafin mum, %20 polipropilen, %10 carnauba mum
Bağlayıcı 5 : %45 polistiren, %45 nebati yağ, %5 polietilen, %5 stearik asit
Bağlayıcı 6 : %25 polipropilen, %75 fıstık yağı
Bağlayıcı 7 : %65 epoksi reçine, %25 parafin mum, %10 bütül stearat
Bağlayıcı 8 : %4 hint tutkalı, %3 gliserin, %94 su

Karıştırma ve granülleme

Toz ve bağlayıcı seçildikten sonraki işlem bu maddeleri karıştırmaktır. Kalıplama için besleme stokunun hazırlanmasında ilk basamak karıştırma işlemidir. Daha sonraki işlemlerin sağlığı açısından karıştırma işlemi çok önemlidir. Karıştırmadaki amaç, toz parçacıklarını bağlayıcı ile kaplamak, topaklanmaları dağıtmak, besleme stokunun her yerinde homojen bir dağılım sağlamaktır (35-38).

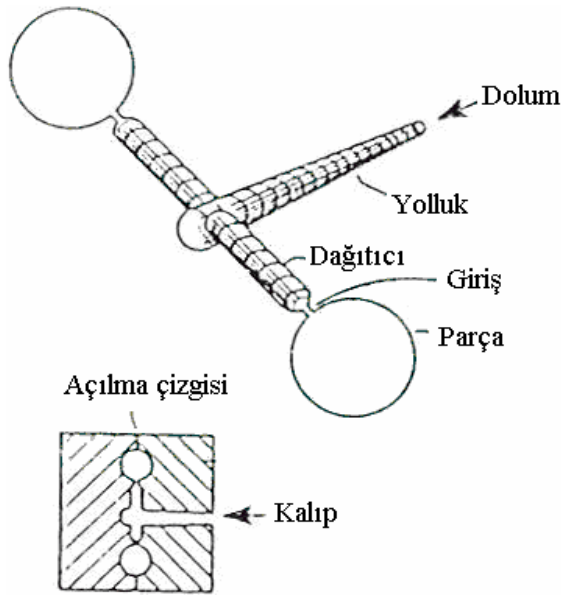
Saklama ve nakliye için homojen olarak karıştırılmış TEK besleme stoğu granül haline getirilmelidir. Böylece hem yanlış kalıplamadan meydana gelen hurda malzeme değerlendirilmiş olur hem de toz ve bağlayıcının kolayca taşınabilecek kümelerinin hazırlanması sağlanır (6, 20-22).

Kalıplama

TEK, besleme stoğunun yeterli bir sıcaklığa kadar ısıtılarak bağlayıcının ergimiş hale getirilmesi ve sonra bir kalıp boşluğunun içerisine doldurulmasıdır. Amaç, boşluksuz, hatasız, tozun homojen dağıldığı şeklin sağlanmasıdır. Bu nedenle ergimiş madde asgari zorlanma ile kalıbın içine akacak kadar yeterli derecede viskoziteye sahip olmalıdır. Aynı zamanda parça asgari maliyette en kısa sürede üretilmelidir (22).

Şekil 2.10'da bilgisayar kontrollü bir TEK makinesinin şematik görünüşü verilmiştir (39). Besleme stoğunu kalıp boşluğuna doldurabilmek için sıcaklık ve basınç kontrol edilir. İşlem genelde besleme stoğunun, enjeksiyon makinesinin silindrinde ısıtılması ile başlar. Helisel olan bir vida karışımı doldurmak, sıkıştırmak ve homojenize etmek için kullanılır. Gerçek kalıplama işlemi, vidanın silindir içinde öne doğru hareketi sonucunda ergimiş besleme stoğunun kalıba enjekte edilmesi ile yapılır (22).

Şekil 2.11'de gösterildiği gibi akış, yolluk, dağıtıcı ve giriş kanalından geçerek kalıp boşluğuna ulaşır. Kalıp dolduktan sonra ısı, besleme stoğundan kalıba aktarılır. Son olarak sertleşmiş parçanın dışarı çıkartılması için kalıp açılır (22).



Şekil 2.11. Besleme stoğunun akış yolu (22)

Bağlayıcı giderme

Bağlayıcı giderme, besleme stoğuna kalıplama ile istenen şekil verildikten sonra parçadan bağlayıcının çıkarılması işlemidir (27). Sinterleme (pişirme) öncesi bağlayıcıların ayrıştırılması TEK işleminin en kritik safhasıdır. Bütün bağlayıcıların ayrıştırılması tozların dökülmesine ve böylece parçanın bozulmasına yol açacaktır. İlk aşamada bağlayıcıların yaklaşık 3/4'ü ayrıştırılır. Geriye kalan bağlayıcılar tozları sinterleme sıcaklığına kadar taşırlar. Sinterleme sırasında bu bağlayıcılar da buharlaşarak atılırlar. Bağlayıcıyı, tozların konumunu bozmadan çıkartmak, birkaç küçük adımla ulaşılabilecek hassas bir işlemdir. Bağlayıcı ısıtılınca yumuşar ve bu nedenle yerçekimi ile içerdeki buhar keselerinde oluşan gerilmelere karşı koyamaz. Bundan dolayı parçanın şeklini koruması için toz taneleri arası sürtünmeye gerek duyulur. Parçayı bozmadan ve kirletmeden, gözeneklerden bağlayıcıyı sıvı veya buhar halinde çıkartmak gerekir. Bağlayıcı uzaklaştırmada en uygun ve kolay çözüm, çok bileşenli bağlayıcı formülü kullanmaktır. Bağlayıcı bileşenlerinden biri uzaklaştırılırken diğeri tozları bir arda tutacak ve parçanın hasar görmesi önlenecektir (6, 21, 40). Bu son bırakılan bileşen parçayı sinterlemeye kadar

götürecektir. Bağlayıcılar iki farklı şekilde parça içerisinde çıkartılmaktadır (6, 41, 42):

1. Çözgen

- a. daldırma
- b. süper kritik çözücü
- c. katalitik

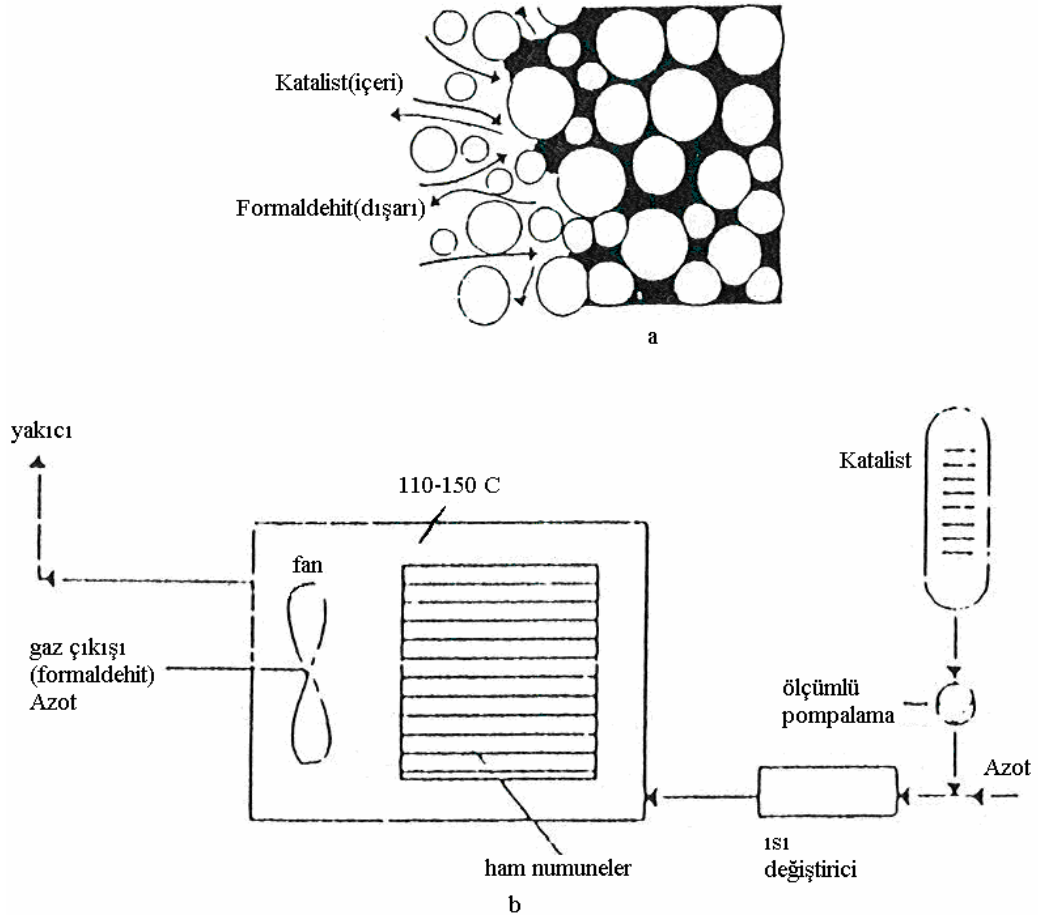
2. Isıl

- a. difüzyon
- b. sızma
- c. fitilleme

Çözgenle bağlayıcı giderme işleminde parça çözücü içine daldırılır ve bağlayıcı bileşenlerinden bazılarının sıvı içinde çözünmesi sağlanır. Böylece bir sonraki aşamalar için yapıda açık gözenekler oluşmuş olur. Çözücü ayrıştırma yaygın olarak yağ-polimer bağlayıcılı sistemlerde kullanılır. Çözücünün polimeri çözememe, yağı çözebilme özelliği olmalıdır. Ayrıştırma için kullanılan en genel çözücüler, etil alkol, etilen klorür, triklor etilen, pentan gazı, metil klorür, aseton heptandır. Ayrıştırma için tipik sıcaklık 50°C'dir.

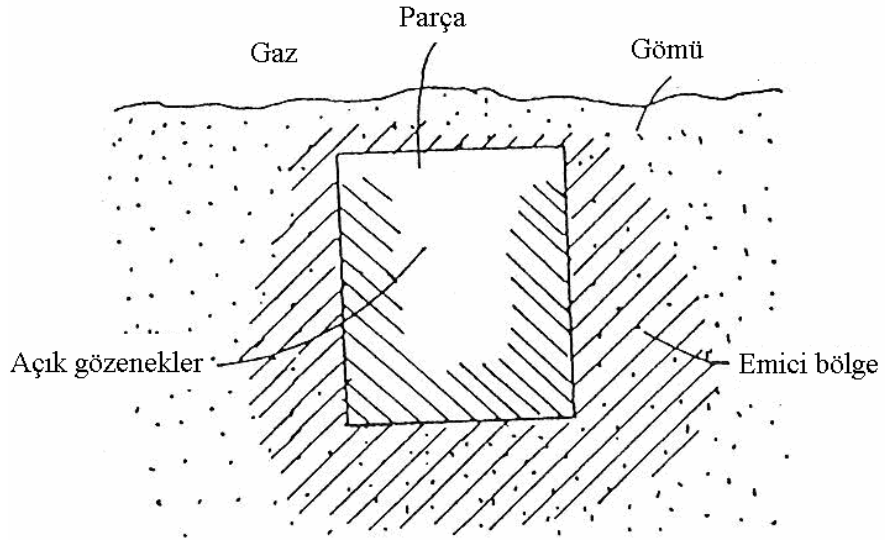
Süper kritik çözücü yönteminde çözücüye yüksek basınç ve sıcaklık uygulandığında sıvı-gaz kritik noktası geçilerek çözücü süper kritik bölgeye geçer. Bu bölgede çözücünün buhar ve sıvı fazı dengede olurlar. Böylece sıvıdan buhara geçme ve hacim değişimi problemi kalmadan bağlayıcı yapıdan çözülerek alınır (22).

Katalitik yöntemde, poliasetal bağlayıcı içeren numunenin asidik gaz atmosferinde dipolarize edilerek buharlaştırılması ve formaldehit olarak yapıdan uzaklaştırılmasıdır. Bağlayıcı direkt olarak katı halden gaz fazına geçerek uzaklaştırılmaktadır. Bağlayıcı alındıktan sonra %1-2 oranında yapıda kalan organik katkı, 50 °C/dakika'lık bir hızla 500 °C'ye kadar ısıtılarak yapıdan uzaklaştırılmaktadır. Katalitik bağlayıcı giderme yönteminin mekanizması ve düzeneği Şekil 2.12'de verilmiştir.(43-45).



Şekil 2.12. Şematik olarak katalitik bağlayıcı giderme yönteminin mekanizması (a) ve düzeneği (b) (43-45)

Isıl bağlayıcı uzaklaştırma yöntemleri, kılcal çekme kuvvetiyle sıvı bağlayıcının alınması, numunenin bir toz içine gömülmesi ve daha sonra uygulanan ısı ile parça içindeki bağlayıcının belli bir akışkanlığa ulaşp, toz yatağı içine doğru kılcal çekim kuvvetiyle emilmesiyle olur. Fitilleme olarak kullanılan tozlar, alümina, grafit tozu, kil, kuvars kumu, zirkonyum dioksit, silisli toprak gibi değişik tozlardır (42). Şekil 2.13’de fitilleme prensibi şematik olarak görülmektedir (46).



Şekil 2.13.Fitilleme prensibi (46)

Sinterleme

Sinterleme (pişirme) 3. bölümde ayrıntılı olarak anlatılacaktır.

3. SİNERLEME

Sıkıştırılmış ham parçanın mukavemeti çok düşüktür. Ham mukavemetten beklenen, kalıptan sağlamca çıkartabilme ve bazı manipulosyanlara (taşıma) müsaade etmesidir. Ham parça hiçbir zaman yük taşıyacak bir mukavemete sahip değildir. Parçanın mukavemetini artırmak için pişirilmesi gerekir (47).

Şekillendirilmiş toz karışımının ana bileşeninin, ergime sıcaklığının altında ısıtılması ile tozlar arasında bağ oluşturulması işlemine “sinterleme” adı verilir. Sinterlemenin itici gücü toplam yüzey alanının azaltılması ile sistemin toplam serbest enerjisinin azaltılmasıdır (48).

Sinterlemenin temel sebebi; sertlik, mukavemet, yorulma ömrü, elektrik iletkenliği, ısıl genleşme, manyetik doyumluk veya korozyon direnci gibi parça özelliklerini iyileştirmektir. Bu özelliklerden herbirinin sinterleme derecesine duyarlılığı oldukça farklı olabilir. Ama genellikle yoğunlaşma derecesi ile artarlar. Çizelge 3.1’de sinterlemede bazı ayarlanabilir işlem değişkenlerinin avantaj ve dezavantajları karşılaştırılmıştır.

TEK yöntemindeki sinterleme de geleneksel T/M parçalarda uygulanan şekilde olmaktadır. Tozların oksitlenmesinden sakınmak şart olduğu için kullanılan atmosferler genelde indirgendir. Metalin korunması dışında söz konusu atmosferler, toz parçacıklarının yüzeylerinde bulunan herhangi bir oksiti de indirgeme avantajına sahiptirler. Bu yüzey oksiti, geleneksel T/M’ye nazaran TEK işleminde, tozların daha küçük olmalarından dolayı daha da önem kazanmaktadır. Sonuç olarak; kullanılan tozların T/M’ye göre TEK’de çok daha küçük olması parçaların daha yüksek yüzey enerjisi olması demek olduğundan sinterleme daha hızlı olmaktadır (6).

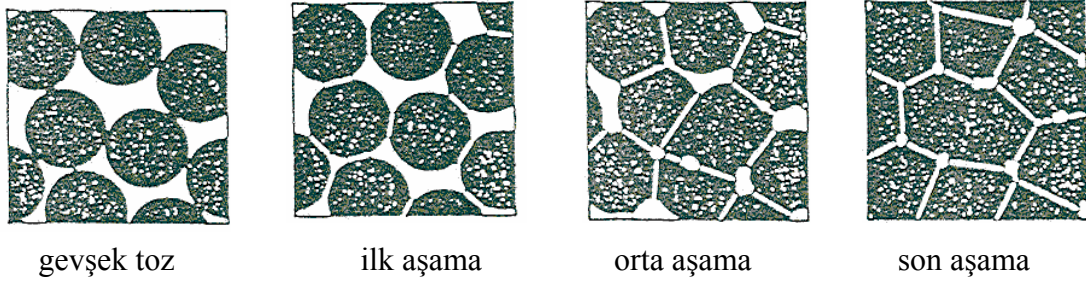
Sinterleme ile herbir toz kaynak ile birbirine bağlanmaktadır. Tozlar arasında karşılıklı kütle transferi meydana gelmekte, ara yüzeyler ortadan kalkmaktadır (47).

Çizelge 3.1. Sinterleme işlemi etkileri (6)

Sinterlemeye yardım edecek değişiklikler	Etkiler
Parçacık büyüklüğünde düşme	Daha hızlı sinterleme Daha yüksek maliyet Daha yüksek saflık derecesi Artan zararlar
Zamandaki artış	Daha yüksek maliyet Tanecik büyümesi Üretim düşüklüğü
Sıcaklıkta artış	Daha fazla büzülme Tanecik büyümesi Daha fazla masraf Fırın sınırlaması Gözenek büyümesi
Paketleme yoğunluğunda artış	Daha az büzülme Daha fazla bağlayıcı Daha yavaş ayrışma
Alaşımlama düzeyinde artış	Yüksek mukavemet Homojenlik ile ilgili özellikler
Sinterleme yardımcılarının kullanılması	Kırılganlık Bozulma Tanecik büyümesi

Sinterleme aşaması T/M üretim süreçlerinde en fazla enerjinin kullanıldığı işlem basamağıdır. Tozların sinterleme öncesi presleme yoğunlukları sinterlemeye etki eder. Örneğin, sinterleme öncesi presleme ile yüksek yoğunluk verilmiş parçalar daha kısa sürede teorik yoğunluğa erişirler. Ancak bu durum her zaman ham mukavemet ve maliyet açısından pratik ve ekonomik olmayabilir (49).

Bağlayıcının giderilmesinden sonra parçanın son derece gözenekli olması nedeniyle büyük oranda çekme ortaya çıkmaktadır. Şeklin korunması ve çökmenin engellenmesi amacıyla ısının son derece yakından kontrol edilmesi zorunludur. Sinterlemenin sonucunda parçanın yoğunluğu, teorik yoğunluğa yakın olup %95'den büyüktür. Mekanik özellikleri de aynı malzemeden döküm/dövme parçasından aşağı kalmamaktadır (22). Sinterleme ile mukavemet artışı ham mukavemetin 100 katı üzerindedir (47). Şekil 3.1'de tozlar arası bağlanmanın gelişimi ve sinterleme sırasındaki yapısal değişiklikler görülmektedir.



Şekil 3.1. Tozlar arası bağlanmanın gelişimi ve sinterleme sırasındaki yapısal değişiklikler. Bağlanma ilerlerken, gözenek hacmi küçülür. Değer bölgelerde tanecik sınırı oluşur ve gözenekler düzgünleşir (22).

Sinterleme sıcaklığı, malzemedan malzemeye göre değişiklik gösterir. Gözenekli bronzlar ve bronzlara benzeyen alaşımlar 600°C ila 800°C arasında, demir grubu metallerin alaşımları ise 1000°C ila 1300°C arasında, sert alaşımlar 1400°C ila 1600°C arasında, refrakter metaller (molibden, wolfram, tantal) 2000°C ila 2900°C arasında, seramikler ise 700°C ila 2000°C arasında sinterlenirler.

Sinterleme sıcaklığı gibi sinterleme süresi de kullanılan malzemeye göre değişir. Elmas alaşımları ve refrakter metaller için yarım saatten az bir zaman çoğu halde kafidir. Sert alaşımlar ve mıknaş alaşımlarında olduğu gibi bir çok hallerde de birkaç saat süren bir sinterleme süresi kafidir. Seramikler için ise yarım saat ila bir saat yeterli olabilmektedir (17, 50).

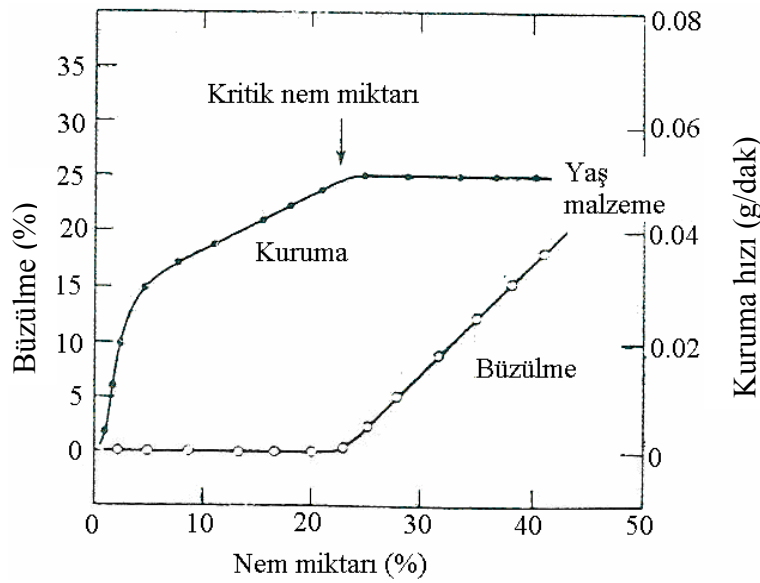
3.1. Seramik Ürünlerinin Kurutulması ve Sinterlenmesi

3.1.1. Kurutma işlemi

Seramik parçaların şekillendirme işlemini kolaylaştırmak için seramik hamuruna bir miktar su ilave edilmektedir. Şekillendirilmiş parçalar, yüksek sıcaklıkta yapılacak sinterleme işleminden önce kurutularak yapıda mevcut bu su atılmalıdır.

Başlangıçta kurutma hızı, seramik parçanın ihtiva ettiği su miktarına bağlı değildir. Kuruma hızı, yüzeyden uzaklaşan su miktarı ile ifade edilir ve başlıca, sıcaklığa,

ortamdaki rutubet miktarına ve kuruyan yüzeyde yer alan hava sirkülasyon hızına bağlıdır. Bu nedenle, kuruma hızı bu üç parametreyi kontrol ederek sağlanır. Şekil 3.2’de seramik parçalarda kuruma hızı ve buna bağlı olarak parçada yer alan büzülmenin, parçanın ihtiva ettiği rutubet miktarı ile değişimi görülmektedir. Seramik tozlarının birbirine temas ettiği kritik su miktarında, kuruma hızı azalmakta ve bu esnada büzülme meydana gelmektedir (17).



Şekil 3.2. Şekillendirilmiş yaş seramik parçada kuruma hızı ve büzülme miktarının malzemedeki nem miktarı ile değişimi (17)

Seramik parçaların kuruması esnasında büzülmeyi kontrol etmek için; şekillendirme esnasında seramik çamurundaki rutubet miktarı (kuru olarak presle şekillendirilmiş parçalarda büzülme yer almaz) ve toz boyutu kontrol edilmelidir.

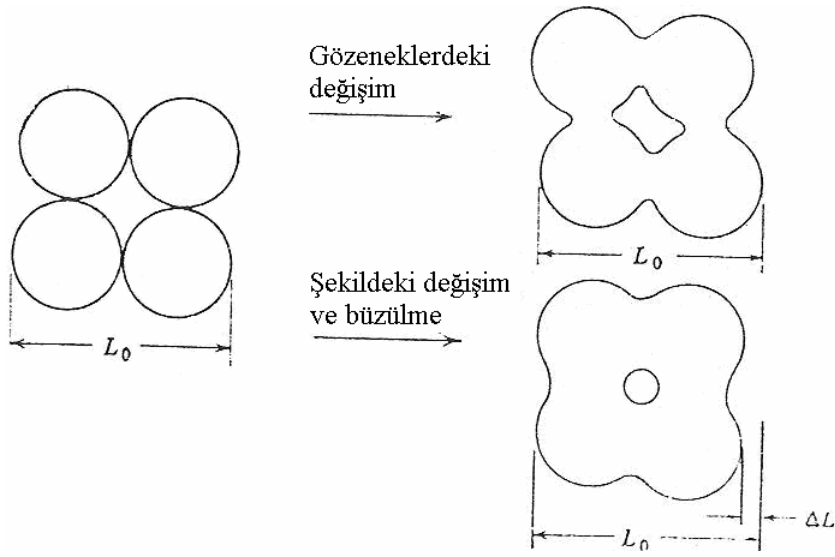
Şekillendirilmiş seramik malzemeyi kurutmanın en basit yolu açık havada bir sundurma altında malzemeyi bekletmektir. Kurutma kademesinin kontrollü olarak yapılması gerekiyorsa bu işlem, sıcaklık ve rutubetin kontrol edildiği özel odalarda gerçekleştirilir. Ayrıca, sıcaklık profilinin sağlandığı hareketli bant sistemi ile çalışan fırınlarda da kurutma yapılmaktadır. Diğer taraftan, ince parçaların hızlı bir şekilde kurumasına imkan veren infrared (kızıl ötesi) kurutma tekniği de mevcuttur (17).

3.1.2. Seramiklerin sinterlenmesi

Kurutulan seramik malzemeler 700-2000°C gibi yüksek sıcaklıklarda sinterlenirler. Seramiklerin sinterlenmesinden amaç, yoğunluğu artırarak sağlamlığı elde etmektir.

Seramik tozları, şekillendirme esnasında sıkışarak malzemedeki gözenek miktarı biraz azalır. Kuruma ile de tozlar tamamen birbiri ile temas haline gelir. Ancak malzeme henüz yoğun hale gelmemiştir. Tozlar arasında boşluklar mevcuttur. Seramik malzemenin cinsine, tane boyutuna ve şekillendirme prosesine bağlı olarak %25-60 mertebesinde gözenek içerir. Mukavemet, saydamlık, ısı iletkenliği gibi özellikler için yapıda mevcut gözeneklerin elimine edilmesi gerekir. Sinterleme esnasında difüzyon hızlandığından birbiri ile temas halinde olan tozlar arasında özellikle yüzeyde yer alan karşılıklı atom difüzyonu sonucu tozlar birbirine aralarında boyun oluşturarak kenetlenir. Böylece gözenek miktarı azalır ve yoğunlaşma sağlanır. Bu esnada gözeneklerin şekilleri de küreleşir. İdeal bir sinterleme sonunda malzeme yoğun bir kitle haline gelir. Şekil 3.3’de sinterleme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve gözenek miktarı ile gözenek morfolojisinin değişimi görülmektedir (17).

Sinterleme genellikle hava ortamında veya azot, hidrojen, helyum veya argon gazları içeren atmosferlerde yapılır. Eğer sinterlemeye yardım amacıyla bor kullanılırsa, bor içeren atmosferlerin kullanılması sinterlemeye yararlı etkiler yapar. Bor içeren bir atmosfer bor triklorid veya sinterleme sıcaklığında yüksek buhar basıncına sahip diğer bor bileşiklerinin ilavesiyle oluşturulur. Azot sinterleme atmosferi olarak kullanıldığında, beta fazın alfa faza dönüşümü engellenir, bu yüzden aşırı zerre (parça) toplanması önlenir. Fakat azot sinterleme oranını düşürür, daha yüksek sinterleme sıcaklığını zorunlu kılar (18).



Şeki 3.3. Sinterleme esnasında tozların birbirine kenetlenmesi ve gözenek miktarı ve morfolojisinin değişimi (17)

Genelde uygun sıcaklıklarda sinterleme süresi çok dardır. Bu yüzden verilen toz için sinterleme yoğunluklarına kısa sinterleme periyodundan sonra ulaşılır. Örneğin, beta silikon karbid için 1900°C ve 2100°C arasındaki bir sıcaklıkta 30 ila 60 dakika yeterlidir. Aşırı yüksek sıcaklıklar, beta fazdan alfa faza dönüşümü ilerleterek yoğunlaşmayı önler. Alfa silikon karbid sıcaklık için betadan daha hassastır; bu yüzden alfa silikon karbidin optimum sinterleme sıcaklığı beta fazdan daha yüksektir (2200°C ila 2300°C arası). Çizelge 3.2’de enjeksiyon kalıplanmış beta silikon karbürde sıcaklığın, zamanın ve atmosferin yoğunluk ve mukavemet üzerine etkileri görülmektedir. Burada yoğunluk üzerine sıcaklığın etkisi açıkça belli değildir. Sinterlenmiş malzemenin yoğunluğu vakum altındakinden argon altındakinden daha yüksektir. Buna rağmen her iki durumda da sinterleme sıcaklığında sinterleme zamanının yoğunluğa etkisi daha azdır (18).

Çizelge 3.2. Enjeksiyon kalıplanmış beta sikon karbürde sıcaklığın, zamanın ve atmosferin yoğunluk ve mukavemet üzerine etkileri (18)

Sıcaklık (°C)	Zaman(dakika)	Atmosfer	% Yoğunluk	Dayanım (MPa)
2080	6	Vakum	97,25	498,5
2080	12	Vakum	97,95	575,0
2100	6	Vakum	97,52	431,0
2100	12	Vakum	97,57	482,0
2120	30	Argon	92,93	403,0
2120	60	Argon	92,45	475,0
2135	30	Argon	92,59	420,0
2135	60	Argon	92,57	449,0

Sinterleme hızı;

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{3\Delta L}{L_0} = 3 \left(\frac{20\gamma a^3 D^*}{\sqrt{2} kT} \right)^{2/5} r^{-6/5} t^{2/5} \quad [3.1]$$

ile verilir.

Burada;

γ : Yüzey enerjisini,

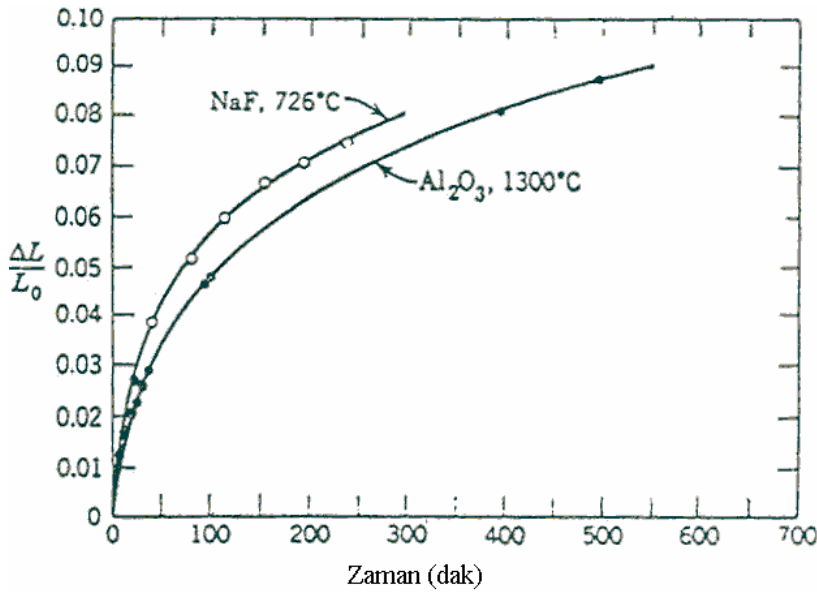
a^3 : Yayınan boşluğun atomik hacmini,

D^* : Self difüzyon katsayısını,

r : Toz yarıçapını,

t : Sinterleme süresini göstermektedir.

Sinterleme hızı, Şekil 3.4’de görüldüğü gibi sinterleme süresi ile azalır.



Şekil 3.4. Sinterleme hızının sinterleme süresi ile değişimi

Yukarıdaki anlatılan özellikleri göz önünde bulundurarak seramiklerde sinterlemeyi kontrol eden faktörleri şu şekilde sıralayabiliriz (17, 18, 27):

1. Sıcaklık (Sıcaklık arttıkça difüzyonun artmasından dolayı sinterleme hızlanır.)
2. Toz boyutu (Toplam yüzey alanının ve dolayısıyla yüzey enerjisinin azaltılması sinterlemenin itici gücüdür. Bu sebeple yüksek yüzey alanı ve yüksek yüzey enerjisine sahip küçük tozlar daha hızlı sinterlenirler.)
3. Tozların sıkıştırılmasındaki homojenlik (Homojen olarak hazırlanmış kütleler sinterleme zamanını azaltırken daha düşük sıcaklıklarda sinterleşmeye olanak sağlar.)
4. Zaman (Süre, sinterlemenin etkili bir hızda ve parçanın deforme olmadığı sıcaklık aralığına işaret eder. Sinterleme zamanı, sıcaklığı yükselterek kısaltılabilir. Fakat bu, aşırı tane büyümesine ve sıvı oluşumuna neden olur).

3.1.3. Seramikler için endüstriyel sinterleme yaklaşımları

Bir çok durumda sinterleme sıcaklıkları 1400°C ile 1650°C arasındadır. Bu çok fazla bir değerdir. Çünkü bu sıcaklık yakıt ve sinterlenecek elementlere, nispeten daha erken akıcılık kazandırabilir. Aynı zamanda hali hazırda refrakterlerden bu sıcaklıklarda ocak ve fırın tepsileri imal edilebilir.

Slisyum nitrür ve silüsyum karbürün her ikisi de daha yüksek sıcaklıklarda (1750-2200°C) sinterlenirler. Bunun için vakum veya ağır (hareketsiz) gaz ocaklar gibi yüksek basınç kapasiteli özel ocaklar gerekir. Su soğutmalı basınçlı kaplar ısıtma elementleri olan molibden, tungsten veya grafit ile beraber uzunca bir süre sıklıkla kullanılır. Sıcaklık ve gaz akışı microprocessorler ile kontrol edilir (18).

Seramiklerde sinterleme kinetiğini artırmak veya sinterleme sıcaklığını düşürmek için genel olarak iki yaklaşım vardır. Birincisi çok ince tozlar kullanmak veya yapı içerisindeki aglomerasyonu elimine etmektir. Aglomerasyonlar, sinterleme sırasında, matriks içinde kendisini çevreleyen tozlardan farklı şekilde sinterlendiği için çatlaklar ve büyük boşlukların oluşmasına neden olur ve bunlarda parçanın tam olarak sinterlenmesini engeller. İkinci yaklaşım ise sinterleme katkı maddeleri kullanmaktır. Bu katkı maddeleri, katı çözelti içerisinde tane sınırlarında oluşturdıkları sıvı faz difüzyonu ile sinterleme kinetiğini artırır (51).

Toplam sinterleme zamanı birkaç saatten birkaç güne kadar sürebilir. Bu zamanın çoğunu ısıtma ve yavaş yavaş soğutma alır. Sinterlemenin maksimum olduğu en yüksek sıcaklıklarda bu ısıtma ve soğutma zamanı genellikle toplam sinterleme zamanının tam bir parçasıdır. Isıtma ve soğutma zamanı sinterlemenin ekonomik ve etkili bir şekilde yapılması için çok önemlidir.

Sinterlemenin başlangıcında, parça sinterleme sıcaklığına doğru yavaş yavaş ısıtılır. Isının oranı kritik limiti aşmamalıdır. Bu başlangıç basamağı ısıtma oranını limitleyen ilave bir faktör olan polimorfik dönüşüm gibi diğer işlemleri içerebilir.

Yumuşamanın (erimenin) başlangıcı ve kimyasal reaksiyonlar yoluyla oluşan yeni fazlar bu bölümde meydana gelebilir.

Sinterleme işleminin değerleri maksimum sıcaklıklardaki işlemlerin devamına karar verir. Sinterleme zamanı, sıcaklığı yükselterek kısaltılabilir. Fakat bu, aşırı tane büyümelerine, sıvı oluşumuna ve gaz değişimine neden olur. Sinterleme zamanı keyfi olarak düşürülemez. Çünkü nispeten düşük ısı iletken parça düzgün bir şekilde ısıtılmalıdır.

Soğutmanın oranı, ısıtmanın oranı gibi gerilmenin oluşmasıyla sınırlandırılır. Soğutmada, bir gerilme dayanımı parçanın yüzeyi üzerinde oluşturulur. Fakat sinterlenmiş parçanın mukavemeti sinterlemenin ilk basamağındakinden oldukça yüksektir. Genellikle kontrollü soğutmanın seramiklerin özellikle mekanik mukavemet gibi özelliklerini iyileştirdiği bilinmektedir.

“Sinterleme süresi” terimi optimum sinterleme durumlarıyla ilişkide kullanılır. Sinterlemenin etkili bir hızda ve parçanın deforme olmadığı sıcaklık aralığına işaret eder. Sinterleme süresine sıvı fazın varlığında, oluşan sıvının ve onun vizkositesinin sıcaklık bağımlılığıyla karar verilir. Faz diyagramları bu konuda çok yararlı bilgi sunar. Sıvı fazın olmadığı sinterleme durumlarında, sinterleme süresinin üst limiti, aşırı tane büyümesinin olduğu sıcaklıklarla karar verilir (18).

Sinterleme süresi ile sıcaklık arasında şöyle bir ilişki vardır;

$$\log \frac{t_1}{t_2} = A \left[\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right] \quad [3.2]$$

burada,

t_1 : T_1 sıcaklığında gereken sinterleme zamanını kazanmak için gerekli süre,

t_2 : T_2 sıcaklığında gereken sinterleme zamanını kazanmak için gerekli süre,

A : Bir sabit olup seramiğin tipine göre değişmektedir.

Sıcaklıklar Kelvin (K) ' dir.

Isıtma ve soğutma sinterleme işlemini kontrol eden faktörlerdir. Maksimum ısıtma oranı, sinterleme döngüsünü kısaltırken parçayı zararsız olarak desteklemelidir. Optimum ısıtma durumlarının sürdürülmesi ve karar verilmesinde karşılaşılan problemlerden dolayı endüstriyel ocaklarda kullanılan ısı, teorik değerlerin oldukça aşağısındadır. İlaveten, fırında kullanılan refrakter malzemelerin servis ömürleri de dikkate alınacak diğer önemli bir husustur. Uygun oranlarda sinterleme metotları yoğun bir şekilde araştırılmaktadır (18).

3.2. Sinterlemenin Mekanizması

Sinterleme işlemi, parçanın ısıtılması ile toz parçalarının birbirine kaynamasıyla son ürünün dayanımının artırılması işlemidir (25). Moleküler çekim kuvvetleriyle partikül kabuğunda oluşan yüzey geriliminin, sıcaklıkla azaltılıp birbirine kaynaşması yüzüyle eriterek kaynaşmadan çok farklılık gösterir (52).

Sinterleme, genellikle büzülme ve gözeneğin azalmasını (densifikasyon) içerir. Sinterleme sırasında ilerleme genellikle gerinim, büzülme veya parçaların yoğunluğunun ölçülmesi şeklindedir. Çok elemanlı sistemlerin sinterlenmesi kimyasal değişiklikler içermesine rağmen temelde fiziksel bir işlemdir.

Önceleri yapılan teorik çalışmalarda, sinterlemenin yüzey gerilmesinin bir sonucu olarak kristal parçaların viskoz bir akışı olduğu düşünülmüştür. Sinterlemenin tatminkar bir teorisi “ tek parçaların merkezlerinin çekme (büzülme)nin olabilmesi için diğer parçalara yeterince yakın bir şekilde nasıl yaklaşabilir” şeklinde açıklanabilir (18).

Sinterleme sırasında birbirini takip eden birkaç aşama mevcuttur (6):

Yağlayıcı ve bağlayıcıların giderilmesi: Enjeksiyonla kalıplaşan ve daha sonra bağlayıcı giderme işlemi sonucu çoğu giderilip az miktarda yapıda kalan yağlayıcı ve

bağlayıcılar yaklaşık 300 °C sıcaklıklarda uzaklaştırılır. Bu durumda parçada kütle kaybı meydana gelir.

Oksit indirgenmesi: Fırın atmosferleri tozların yüzeylerindeki oksitleri indirger.

Difüzyon: Difüzyon ile tozlar arasında atomsal yayınma sonucu kaynaklaşma olur.

Gözeneklerin küreselleşmesi: Serbest enerjiyi en aza indiren kuvvetin etkisiyle gözenekler küreselleşir, küçük gözenekler kaybolur.

Yoğunlaşma: Bir çok malzemede preslenmiş parçanın boyutlarında sinterleme sonucu daralma meydana gelir. Örneğin, demir için %1 daralma, tungsten için %15 daralma, bakır için aşırı basınçlarda sıkıştırmadan dolayı gözeneklerdeki hapis havanın genleşmesinden dolayı %2-3 genleşme meydana gelir.

Atomik ölçek üzerindeki hareketin detaylarını hesaplamak için yoğun (sıkıştırılmış) tozların iç geometrileri göz önüne alınmalıdır. Birkaç tane işlem, tozlar içindeki eğri yüzeylerin varlığıyla oluşturulur. Boşluk konsantrasyonu bu yüzeylerin eğriliği ile ilgilidir. Boşluk konsantrasyonundaki değişim ΔC , hemen altındaki bir yüzey eğriliğinin yarıçapı r , düz bir yüzey ile alakalı olarak şu şekilde verilir (18);

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{2\gamma v}{rkT} \quad [3.3]$$

burada,

C_0 : Düz yüzeydeki konsantrasyon

γ : Yüzey enerjisi

v : Boşluğun hacmi

k : Boltzman sabitidir.

Ayrıca gaz fazında yüksek buhar basıncıyla birlikte malzemelerde kütle transferi olabilir. Yüzeyin eğriliğine bağlı olan, boşluk konsantrasyonuna benzeyen buhar

basıncı, konveks yüzeyler üzerinde konkav yüzeyler üzerindekiinden daha yüksektir. Dolayısıyla buhar bu yüzeylerden, temasın konkav noktaları üzerinde yoğunlaşır. Bu durumda parçaların merkezleri yaklaşamaz, böylece büzülme (çekme) olmaz. Gözeneklerin hacmi aynı kalır, yalnızca tipleri değişir. Böylece densifikasyon olmaksızın parçanın boyun bölgesi güçlenmiş olur (18).

3.2.1. Sintrelemede yoğunlaşma

Şekil 3.5’de iki toz yüzeyi arasında oluşan boyun bölgesi görülmektedir. Sinterleme şartlarında temastaki iki küre arasında difüzyon bölgesi oluşur. Bu bölgeye “boyun” denir. Boyun oluşmasına kapiler (kılcal) faaliyetler yol açmaktadır. Kılcal faaliyetlere sebep olan kuvvet “yüzey gerilmesi” kuvvetidir (6).

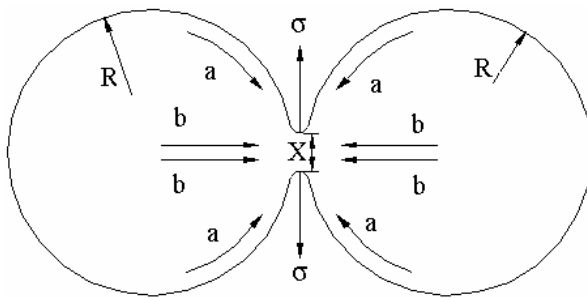
$$\sigma = - \gamma / \rho \quad (\text{Laplace denklemi}) \quad [3.4]$$

burada,

σ : Boyun bölgesini genişletmeye çalışan gerilme (dyn / cm^2)

γ : Yüzey gerilmesi kuvveti (dyn / cm)

ρ : Boyun yarıçapı (cm) ’dır (6).



a : Yüzeyden difüzyon

b : Merkezden difüzyon

Şekil 3.5. Sintrelemede yoğunlaşma (6)

Boyun yarıçapının düz bir yüzey ile ilişkisi Şekil 3.6'da gösterilmiştir.

$$\rho = \left(\frac{x}{2r} \right)^n = \frac{zt}{r^m} \quad [3.5]$$

burada,

ρ : Temas noktasındaki eğriliğin yarıçapı,

z : Birleştirilmiş malzeme ve geometrik sabiti,

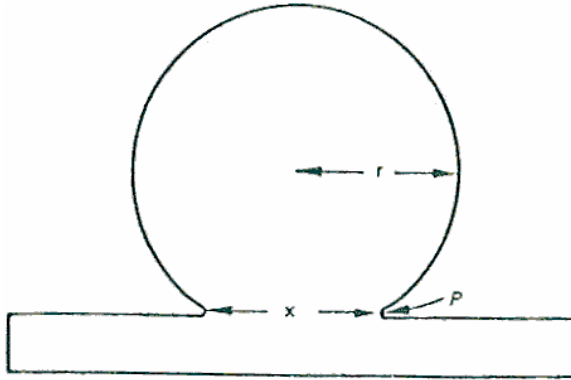
x : Boğaz çapı,

t : zaman,

n, m üsleri: Kütle transfer mekanizmasını karakterize eder.

n ve m değerleri Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Bu işlemlerin sıcaklık, parça ebatı, parça şekli ve sinterlemenin basamağı ile çok çeşitli ilişkileri vardır (18).



Şekil 3.6. Boyun yarıçapının düz bir yüzey ile ilişkisi (18)

Çizelge 3.3. n ve m değerleri (18)

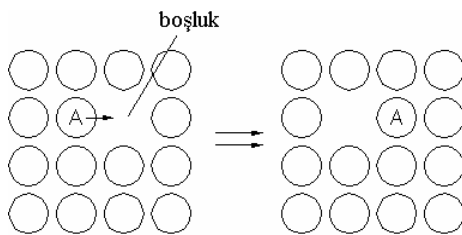
Mekanizma	n	m
Viskoz veya plastik akış	2	1
Buharlaşıma / yoğunlaşma	3	1
Kafes difüzyonu	5	3
Tane sınır difüzyonu	6	4
Yüzey difüzyonu	7	4

3.2.2. Difüzyon

Sinterlemeye en fazla etki eden olaydır. Difüzyonun meydana gelebilmesi için konsantrasyon farkı olmalıdır. Difüzyon katı, sıvı ve gaz fazlarda meydana gelebilir. Gazlarda ve sıvılarda difüzyon, katılara göre çok hızlıdır. Yemeğin kokusunun veya dumanının hızla yayılması gazların difüzyonuna, boyanın su içinde yayılması sıvıların difüzyonuna örnektir. Katılardaki ısı titreşimleri difüzyonun ana sebebidir. Semantasyon (karbürleme), nitrüleme ve oksidasyon ile sinterleme birer katı difüzyon olayıdır. Katı fazlarda difüzyon iki temel mekanizma ile gerçekleşir (47):

1.Yer değiştirme difüzyonu

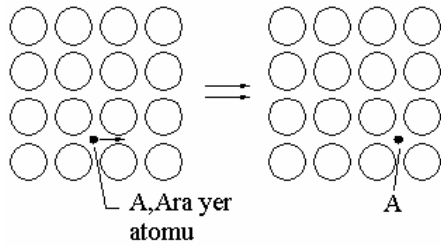
Ana malzeme ile aynı büyüklükte yabancı atomun difüzyonu demektir. Ancak ana yapı içinde atom boşluğu olması ile meydana gelir. Şekil 3.7’de yer değiştirme difüzyon mekanizması görülmektedir (47).



Şekil 3.7. Yer değiştirme difüzyon mekanizması (47)

2. Ara yer difüzyonu

Ana malzemenin atomlarından çok küçük olan yabancı atomların difüzyonu demektir. Ara yer difüzyonu kendiliğinden gerçekleşir ve atom boşluğuna ihtiyaç yoktur. Şekil 3.8’de ara yer difüzyon mekanizması görülmektedir (47).



Şekil 3.8 Arayer difüzyon mekanizması (47)

Difüzyon katsayısını sıcaklık, difüzyon mekanizması, çözen kafes türü (HMK, YMK), kristal kusurları vb. etkiler. Ancak sıcaklık, difüzyon katsayısını etkileyen en önemli parametredir.

$$D = D_0 \cdot e^{-Q/RT} \quad (\text{Arrhenius bağıntısı}) \quad [3.6]$$

Burada,

D : Difüzyon katsayısı (cm^2 / s)

D_0 : Sabit (cm^2 / s)

Q : Aktivasyon enerjisi (cal / mol)

T : Sıcaklık (K)

R : Gaz sabiti (cal / molK) R : 1,987 cal / molK ’dir.

D_0 ve Q değerleri ilgili malzeme kitaplarından bulunabilir. Çizelge 3.4.’de bazı metalik sistemler için D_0 ve Q değerleri verilmiştir (6).

Çizelge 3.4. Bazı metalik sistemler için D_0 ve Q değerleri (6)

Çözünen(yayınan)	Çözen	D_0 (cm^2 / s)	Q (cal / mol)	D (cm^2 / s)
C (900 ° C)	$\alpha - \text{Fe}$	2,2	29300	$7,64.10^{-6}$
C (900 ° C)	$\gamma - \text{Fe}$	0,2	34000	$9,24.10^{-8}$
Ni (1250 ° C)	$\gamma - \text{Fe}$	0,77	67000	$1,87.10^{-10}$
Mn (1250 ° C)	$\gamma - \text{Fe}$	0,35	67500	$7,2.10^{-11}$
Cr (1250 ° C)	$\alpha - \text{Fe}$	30000	82000	$5,2.10^{-8}$
Cr (1250 ° C)	$\gamma - \text{Fe}$	18000	97000	$2,16.10^{-10}$

$$J = -D.(\Delta C / \Delta X) \quad [3.7]$$

Burada,

$\Delta C / \Delta X$: Konsantrasyon gradyanı (atom (gr) / cm^4)

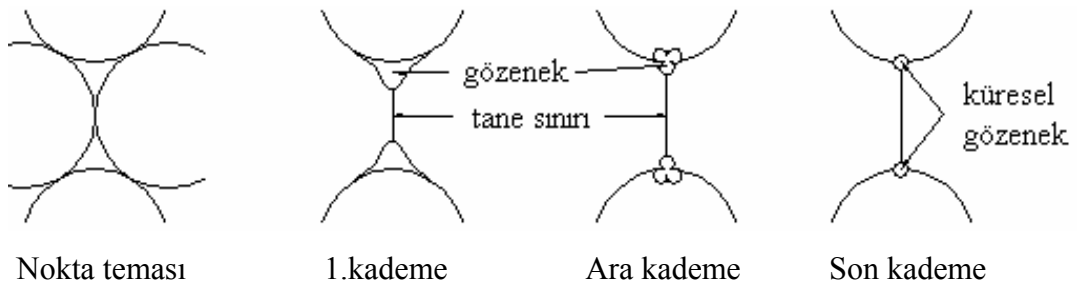
C : Konsantrasyon

X : Yüzeyden mesafe (derinlik)

J : Difüzyon hızı (birim zamanda birim alandan net atom akışı) (atom gr / $\text{cm}^2.\text{s}$) 'dir (6).

3.6 ve 3.7 eşitliklerinde görüldüğü gibi sıcaklığın artması difüzyon katsayısının artmasına ve dolayısıyla da difüzyon hızının artmasına sebep olmaktadır.

3.2.3. Sinterlemede gözenek yapısı

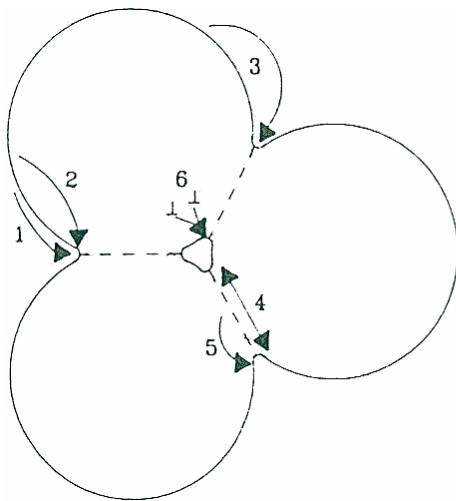


Şekil 3.9. Sinterleme kademeleri (6)

Gözeneklerin şekillerinin değiştiği sinterleme kademeleri Şekil 3.9’da verilmiştir. Küresel temastan dolayı x çok küçük olacağından (Bkz. Şekil 3.5) sinterlemenin başlangıcında ρ çok küçüktür (Bkz. eşitlik 3.5). Böylece yüzey gerilmesinden kaynaklanan boyun oluşturuucu gerilme çok yüksektir (Bkz. eşitlik 3.4). Her küreden (toz) atomlar boyun bölgesine doğru hızla harekete geçerler. Böylece sinterlemenin 1.kademesi başlamış olur. Bu kademe sonunda tozlar arasında boşlukların uçları küreselleşmiş (ρ yarıçaplı) olur (6). Çizelge 3.5’te sinterlemenin ilk kademesi boyunca atom transferi için farklı yollar ve bu yolların iki tane arasındaki şematik görünüşleri şekil 3.10’da verilmiştir.

Çizelge 3.5. Sinterlemenin ilk kademesi boyunca atom transferi için farklı yollar (18)

Mekanizma numarası	Taşıma yolu	Atomların kaynağı	Atomların hareketi
1	Yüzey difüzyonu	Yüzey	Boyun
2	Kafes difüzyonu	Yüzey	Boyun
3	Buhar	Yüzey	Boyun
4	Sınır difüzyonu	Tane sınırı	Boyun
5	Kafes difüzyonu	Tane sınırı	Boyun
6	Kafes difüzyonu	Parçalanma	Boyun



Şekil 3.10. Altı farklı difüzyon kontrol yolu (18)

Ara kademedede, tozlar arasında silindirik gözenekler oluşur. Bu gözenekler birbirine bağlıdır. Bu kademe tozlar arası metalurjik bağın oluştuğu en önemli kademedir. Sinterleme sıcaklığında beklendikçe boyun bölgesine difüzyon devam eder ve ρ büyür (Bkz. Şekil 3.5). Böylece yüzey gerilmesinden kaynaklanan gerilme azalmaya başlar (Bkz. Eşitlik 3.4). Başlangıçta silindirik olan gözenekler, ara kademenin sonunda parçalanarak küresel hale geçer. Bu gözenekler izole gözenektir. Gözeneklerin küreselleşmesiyle gerilme çok düşer ve difüzyon hızı sıfıra doğru iner. Böylece son kademeye girilir.

Son kademedede gözenek yapısında önemli bir değişiklik olmaz. Bu sıcaklıkta beklemek “tane büyümesine” yol açar. Artık malzemeyi tozlardan oluşan bir yapı yerine, içinde küresel gözenekler olan bir katı malzeme olarak kabul edebiliriz (6).

Sinterleme kademelerinin sonunda gözeneklerin tane sınırında kalması ve tane sınırlarının gözeneklerden uzaklaşması önlenmelidir. Ayrıca gözeneklerin boşluklardan ibaret olması sağlanmalıdır. Yani gözenekler herhangi bir gaz içermemeli veya bir gaz oluşturmamalıdır. Gözenekler, oluşacak iç basıncın çekmeyi sınırlamaması için kolaylıkla yayılabilmelidir. Gözenekler küçüldüğünde güç, tane sınırlarının azalması üzerinde kullanılır. Daha fazla uniform olmayan tane yapıları olduğunda özellikle eğer abartmalı tane büyümeleri varsa, sinterlemenin başlangıç aşamasında olduğu gibi olaylar meydana gelir. Bu durumda gözeneklerin çoğu tane içinde yerleşir (18).

3.2.4. Tane büyümesi

Sinterleme işlemleri boyunca yoğunluk ve tane büyümesi aynı zamanda gerçekleşen olaylardır. Sinterlemenin son kademesindeki sıcaklıkta beklemek tane büyümesine yol açar. Tane büyümesi için basit bir model saf yoğun bir malzeme içinde tekil tane sınırının hareketi şeklinde düşünülebilir. Burada bir serbest enerji farkı vardır, ΔE . Buradaki ΔE , eğri tane sınırı boyunca sahip olunan bir yüzey enerjisidir. ΔE , temel eğrilik yarıçapları r_1 ve r_2 ve atomların sınır boyunca hareketinin molar hacmi V_m 'ye bağlı olarak şu şekilde ifade edilir:

$$\Delta E = \gamma V_m \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad [3.8]$$

Bu serbest enerji farkı tane sınırına, sınırın eğriliğın merkezine doğru hareketi için enerjik güç sağlar.

Buradaki sınır hareketinin oranı, eğrilik derecesi ve atomların tane sınırlarını geçmek için gerekli kabiliyetleri D_{gb} (tane sınırları boyunca difüzyon) ile doğru, ortalama tane ebatı G ile ters orantılıdır. Tane büyümesinin oranı şu şekilde açıklanabilir:

$$\frac{dG}{dT} = \frac{D_{gb}}{G} \quad [3.9]$$

$$G^2 - G_0^2 \approx t$$

Tane sınır hareketini etkileyen faktörlerden dolayı büyüme oranı 3.9 denkleminde bulunandan daha az bulunur. Bu faktörler şunlardır:

- Sistemin serbest enerjisindeki azalma etkilerinin sonucu olarak çözülebilir kirliliklerinin ayrışması,
- İkinci faz parçalarının veya yapı içerisine diğer maddelerinin eklenmesiyle tane büyümesinin yasaklanması
- Gözeneklerin varlığı. Gözeneğin tane sınır hareketi üzerine etkisi, sınır ve sistemin geometrisiyle alakalı olarak gözeneğin hareketliliğine bağlıdır. Küçük gözenekler büyük gözeneklerden daha hızlı hareket ederler. Sinterlemenin son basamağı boyunca, çok sayıda küçük gözenek olmadıkça sınır hareketi engellenmez. Diğer taraftan çok büyük gözeneğin varlığı sınır hareketini güçleştirir.

Sinterleme davranışlarının gerçek durumlarını tahmin etmek sinterleme modelleriyle bile zordur. Bu, katkı maddeleri oranlarındaki değişimler, parça tiplerindeki ve paketlenmiş yoğunluklardaki değişimler veya diğer hareketler nedeniyle oldukça uzun bir iştir (18).

3.3. Sinterleme Yöntemlerinin Sınıflandırılması

Sinterleme yöntemlerinin sınıflandırılmasında basınç uygulanıp uygulanmaması durumu çok önemlidir. Yüksek yoğunlukta kaliteli parça üretim yöntemlerinin çoğunda sıcak presleme, sıcak dövme, sıcak ekstrüzyon gibi yöntemler kullanılır. Bütün bu sinterleme işlemleri basınç altında yapılır (53). Bu yöntemler 2.bölümde anlatılmıştır.

Basıncsız sinterleme yöntemleri de katı-hal sinterlemesi, buhar-faz sinterlemesi ve sıvı-faz sinterlemesi olarak üçe ayrılır. Bu üç sinterleme yönteminin taşınım mekanizmaları ve itici güçleri Çizelge 3.6'da verilmiştir (17).

Çizelge 3.6. Sinterleme yöntemlerinin taşınım mekanizmaları ve itici güçleri (17)

Sinterleme tipi	Taşınım mekanizması	İtici enerji
Buhar fazı	Buharlaşma / süblümasyon	Buhar basıncındaki fark
Katı-hal	Yayınma	Serbest enerjideki fark
Sıvı faz	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi, kapiler basınç

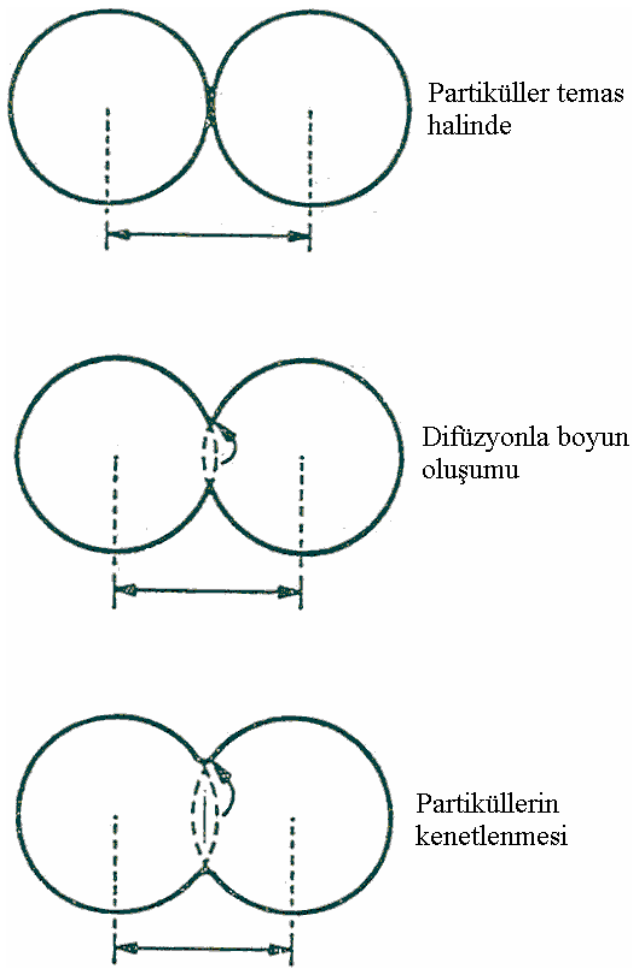
3.3.1. Katı hal sinterlemesi

Katı hal sinterlemesinde sinterleme işlemi süresince iç yapıda sıvı faz oluşmaz ve bütün olaylar (difüzyon, yoğunluk artışı vb.) katı halde meydana gelir (54).

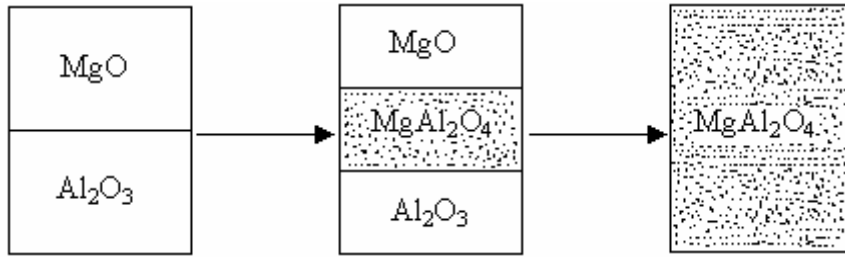
Katı halde sinterleme, yayınma ile malzeme taşınımını içerir. Bu proses için gerekli itici güç, boyun bölgesi ile tozun yüzeyi arasında meydana gelen serbest enerji veya kimyasal potansiyel farkıdır. Şekil 3.11'de katı hal sinterlemesinde malzeme taşınımı şematik olarak görülmektedir. Atomların yayınması ile atom boşluklarının yayınması zıt yöndedir. Boyun bölgesi, atom boşlukları için kaynak ve tozların yüzeyleri de göç bölgesidir.

Sinterleme esnasında yapıda yer alan iki farklı katı bileşen yüksek sıcaklıkta, yayınma koşullarının meydana gelmesi sonucu birbirini ile reaksiyona girerek Şekil 3.12’de görüldüğü gibi yeni bir ürüne dönüşür. Farklı seramik tozlarının yer aldığı bir karışımda bu durum yüzey difüzyonu nedeniyle şekil 3.13’de gösterildiği gibi seramik tozlarının etrafında bir reaksiyon ürünü tabakası oluşur (17).

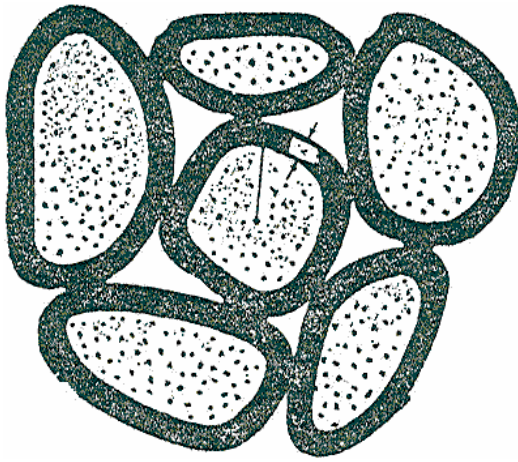
Seramiklerin sinterlenmesi bir katı-hal sinterlemesidir.



Şekil 3.11. Sinterleme esnasında, katı-hal malzeme taşınımı sonucu, boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi (17)



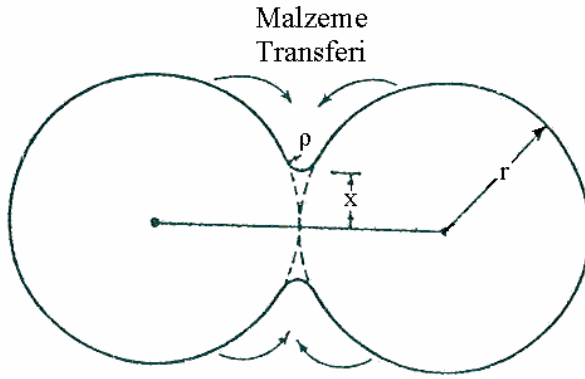
Şekil 3.12. Sinterleme esnasında, katı-hal reaksiyonu sonucu MgAl_2O_4 yeni ürün oluşumu (17)



Şekil 3.13. Sinterleme esnasında, katı hal reaksiyon sonucu seramik tozlarının yüzeyinde reaksiyon tabakasının meydana gelmesi (17)

3.3.2. Buhar-faz sinterlemesi

Buhar fazı sinterlemesi sadece birkaç sistemde önem taşır. Bu prosesi iten güç, yüzey eğriliği nedeniyle buhar basıncında meydana gelen farktır. Tozların yüzeyi, pozitif eğrilik yarıçapına sahip olup buhar basıncı yüksektir. Diğer taraftan iki tozun birbirine temas ettiği boyun bölgesinde eğrilik yarıçapı negatif olup, buhar basıncı düşüktür. Şekil 3.14'te buharlaşma ve çökelme ile meydana gelen sinterlemenin ilk kademeleri görülmektedir. Bu proseste porların morfolojisi değişebilir fakat densifikasyon gerçekleşmez (17).



Şekil 3.14. Buharlaşma – kondensasyonla sinterlemede ilk aşamalar (17)

3.3.3. Sıvı faz sinterlemesi

Kaliteli parça üretiminin bir yolu da sıvı faz sinterlemesidir. Sinterleme sırasında oluşan sıvı faz kapiler etki ile parçacıklara yeterli iç basınç uyguladığından dış basınca gerek kalmaz. Kapiler kuvvet büyük ölçüde dış basınca eşit etki yapar (54).

Sıvı faz sinterlemesinde sıvı faz oluşumu için iki ana mekanizma vardır. Bunlardan birincisi, farklı kimyasal bileşimlerde toz kullanmak olup en yaygın olarak kullanılan yöntemdir. Sinterleme sırasında farklı bileşimdeki tozların etkileşimi ile sıvı faz oluşur. İkincisi ise sıvı fazın toz karışımında bulunan bileşenlerinden bir tanesinin ergimesi veya ötektik faz oluşumu ile oluşmasıdır. Oluşan bu sıvı faz çözünme durumuna göre sinterleme sırasında alaşım oluşumu ile ortadan kalkabilir (geçici sıvı faz sinterlemesi veya reaktif sinterleme) veya sinterleme süresince iç yapıda sürekli olarak bulunabilir (sürekli sıvı faz sinterlemesi). Farklı bir yöntem de ön alaşımlı tozun solidüs-liküdüs sıcaklığı arasında sinterlenmesi suretiyle sıvı+katı karışımı oluşturarak yapılan solidüslü sinterlemedir (48).

Sürekli sıvı faz sinterlemesi

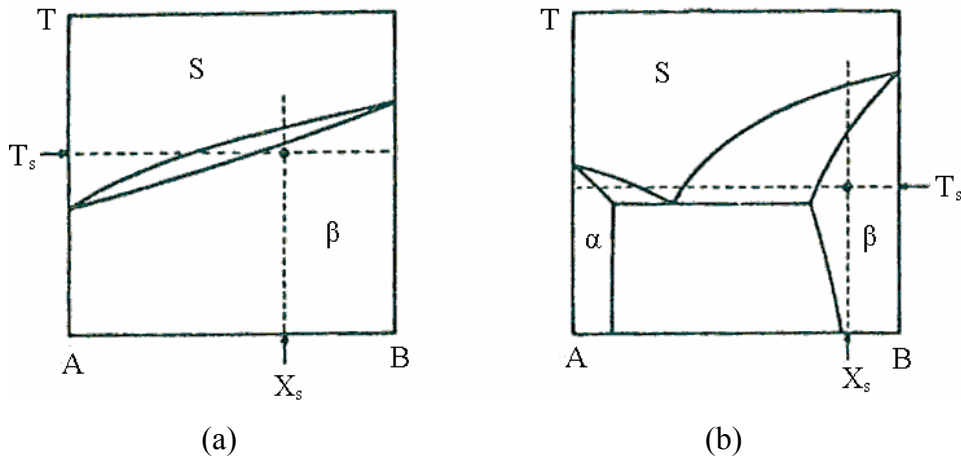
Bu yöntemde, sinterleme işleminin yüksek sıcaklık aşamasında iç yapıda sürekli olarak bulunan sıvı faz, hızlı yoğunluk artışı ile tane büyümesine neden olur. Başlangıçta katıyı ıslatan sıvının katı parçacıklar üzerine uyguladığı kapiler kuvvetler

yardımıyla parçacıkların yeniden düzenlenmesi ile hızlı bir yoğunluk artışı olur. Yeniden düzenleme ile erişilecek yoğunluk artışı, oluşan sıvı faz miktarına, parçacık büyüklüğüne ve katının sıvı fazda çözünürlüğüne bağlıdır. Sıkıştırılmış kütle içerisindeki gözenek miktarının azalması sıvı faz akışını güçleştirir. Bu nedenle yoğunlaşma hızı giderek azalır. Belirli bir aşamadan sonra çözünürlük ve yayınma (difüzyon) daha etkin hale gelerek, çözünme ve tekrar çökelme safhasına geçilir. Bu safhada yoğunlaşma ve tane büyümesine katkıda bulunan Ostwald olgunlaşması ve tane şekli oluşumunun her ikisi de difüzyon kontrollü işlemlerdir (55). Bu işlemin oluşabilmesi için katı fazın sıvı fazda çözünürlüğünün olması gerekir. Alaşım oluşumu ile ergime sıcaklığının düşmesi sinterleme özelliğinin iyileştiğinin bir göstergesidir (56).

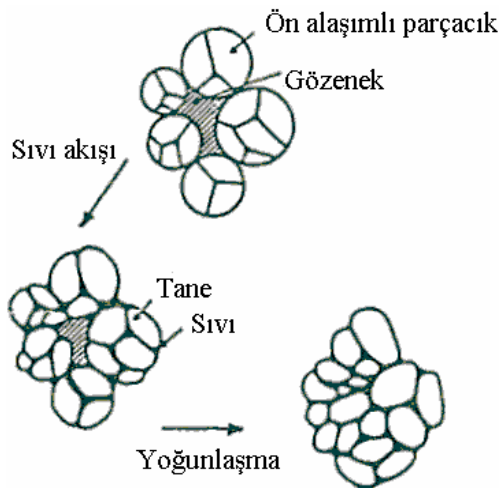
Başarılı sistemlerde oluşan sıvı faz katı fazı ıslatır ve aynı zamanda katıyı çözer (57). En başarılı sıvı faz sinterlemesi özelliği gösteren sistemler ötektik sistemlerdir (58, 59).

Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun iki örnek Şekil 3.15'te verilmiştir. Şekil 3.15 (a) solidüstü sinterleme için uygun olan ikili denge diyagramını göstermektedir. Solidüstü sinterlemede ön alaşımlı toz, solidüs-liküdüs sıcaklıkları arasında bir sıcaklıkta sinterlenir. Eğer solidüs-liküdüs sıcaklıkları aralığı geniş ise işlemin kontrolü daha kolay olur. Şekil 3.16'da gösterildiği gibi ısıtma sırasında her toz parçacığı içinde sıvı faz oluşur. Bu durum parçacıkların tekrar parçalanmalarına neden olmakta ve karıştırılmış tozlara oranla sıvı faz dağılımı daha homojen olmaktadır. Sıvı oluşumuyla birlikte yoğunluk artışı çok hızlı olmakta ve artan sıvı oranıyla artmaktadır. Şekil 3.15 (b)'de karıştırılmış tozların sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun ikili ötektik denge diyagramı verilmiştir (55).

Solidüstü sinterlemeye örnekler; yüksek karbonlu çelikler, takım çelikleri, nikel esaslı süper alaşımlar ve kobalt esaslı aşınmaya dayanıklı alaşımlardır (54).



Şekil 3.15. Sürekli sıvı faz sinterlemesi için uygun ikili sistemler. (a) ön alaşımlı toz, (b) karıştırılmış toz (55)



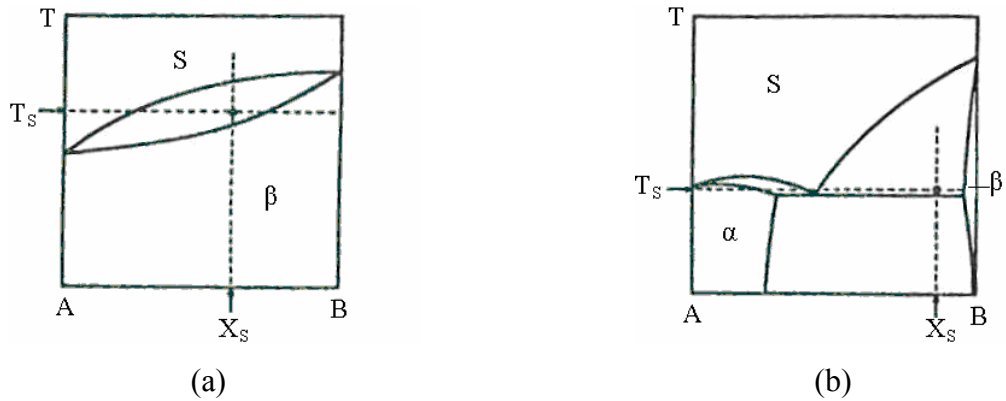
Şekil 3.16. Ön alaşımlı tozların solidüstü sinterlenmesinde toz parçalanması ve yeniden düzenlenmesinin şematik gösterimi (55)

Geçici sıvı faz sinterlemesi

Sinterleme sırasında oluşacak denge fazı katı ise sıvı faz, difüzyon homojenizasyonu ile kaybolur (60). Bu yöntemde sıkıştırılabilirliği yüksek saf element tozları kullanılabilir ve sürekli sıvı faz sinterlemesinde (SSFS) görülen tane irileşmesi olmaz (55).

Geçici sıvı faz sinterlemesi (GSFS)'ne örnek olarak civa ve gümüş esaslı diş amalgamları, gözenekli bronz yataklar, demir esaslı yapı alaşımları, bakır alaşımları, magnetik malzemeler ve alümina esaslı seramik malzemeler verilebilir (54).

GSFS uygulanabilmesi için bileşenlerin birbiri içinde çözünebilmesi ve son bileşimin tek faz bölgesinde olması gerekir. GSFS için uygun iki tür denge diyagramları Şekil 3.17'de verilmiştir. Şekil 3.17 (a)'da sinterleme sıcaklığı iki metalin ergime sıcaklıkları arasındadır. Şekil 3.17 (b)'deki sistemde ise sıvı faz bileşenlerin difüzyonu sonucu oluşan ötektik dönüşüm ile sağlanmaktadır. Sinterleme sıcaklığı ötektik sıcaklığın üzerinde olup son bileşim tek faz bölgesindedir. Her iki durumda da sıvının katı fazda çözünürlüğü yüksek olup sinterleme süresinde sıvı kaybolmaktadır (55).

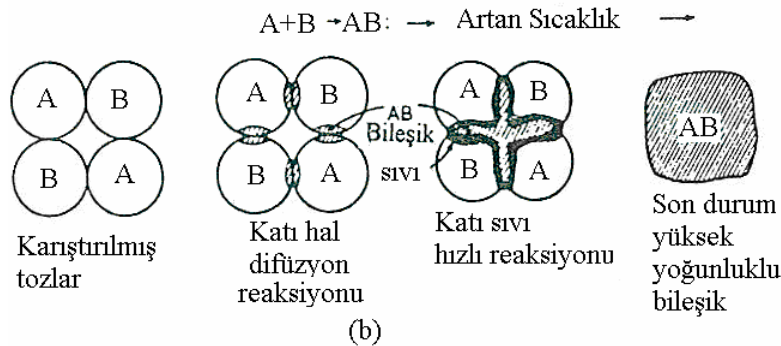
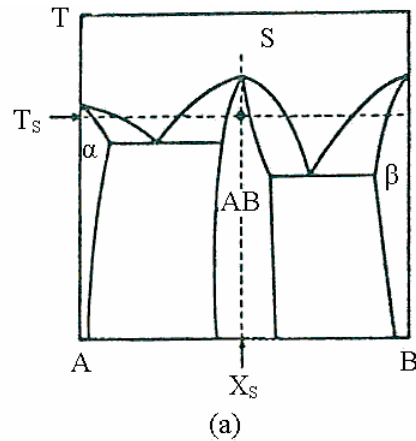


Şekil 3.17. Ergime sıcaklıkları ve çözünürlük bakımından geçici sıvı faz sinterlemesine uygun iki denge diyagramı (55)

Başlangıçta ergime noktası düşük olan bileşenin oluşturduğu sıvı, katı parçacık sınırına nüfuz ettikçe yerlerinde boşluk olur. Oluşan sıvı katıyı ıslatmalı ve difüzyon hızını artırmalıdır. Eğer artan alaşım elementi oranı ile ergime sıcaklığı düşüyorsa ve bileşenler birbiri içinde çözünüyorsa bu şart sağlanmış olur. Sıvı faz oluşuktan sonra hızlı bir sinterleme oluşur. Yoğunluk artışı oluşan sıvı miktarına ve sıvının iç yapıda bulunma süresine bağlıdır (55).

Reaksiyonlu sinterleme

Reaksiyonlu (reaktif) sinterleme, GSFS'ye benzer. Reaksiyonlu sinterleme işlemi şematik olarak şekil 3.18 (a)'da gösterilmiştir. Toz karışımı karşılıklı difüzyonla sıvı fazın olduğu sıcaklıkta sinterlenir. Oluşan sıvı faz geçici olup son ürün bir metaller arası bileşiktir. Bileşenler arasındaki reaksiyon çoğunlukla egzotermiktir. Sıvı oluşumu ve egzotermik reaksiyon sonucu ısınmasıyla birlikte hızlı bir sinterleme gerçekleşir. Reaktif sinterleme için uygun bir sistem Şekil 3.18 (b)'de gösterilmiştir (54). Özellikle karşılıklı difüzyon hızlarının farklı olması ve bileşiğin teşekkül ısısının yüksek olması durumunda, sinterleme sırasında şişme olur (54). Gözenek oluşumu da söz konusudur (61). Sıvı akışı ve homojen bir iç yapı oluşumu için reaksiyon sıcaklığının ötektik sıcaklığın üzerinde olması gerekir (54).



Şekil 3.18. (a) Reaksiyonlu sinterleme için uygun denge diyagramı, (b) Reaksiyonlu sinterlemede meydana gelen olayların şematik gösterimi (54)

Reaksiyonlu sinterleme henüz geliştirme aşamasında olup metaller arası bileşiklerin, seramiklerin ve değişik bileşiklerin şekillendirilmesinde kullanılmaktadır (62).

3.4. Sinterleme Fırınları

Sinterleme işleminde gaye,

1. Uygun bir sinterleme sıcaklığı (malzemenin cinsine ve gayeye bağlı olarak değişir),
 2. Uygun bir ısı dağılımı ve ısı değişim hızı,
 3. Uygun bir alev kalitesi,
- temin edilmek suretiyle arzu edilen kalite ve miktarda mamul elde etmektir.

Seramik fırınlarının seçimi;

1. Sinterlenecek malzemenin cinsine göre,
2. Sinterleme kapasitesine göre,
3. Sinterleme süresi, sıcaklığı ve atmosferine göre,
4. Yakıt cinsine, ihtiyaç duyulan kalite ve tekniğe,
5. Yapılacak yatırım ve amortisman sınırına göre yapılır (63).

Sinterleme işleminde;

1. Doldurma ve istif,
2. Isınma (bazı fırınlarda ön ısıtma safhası vardır.),
3. Pişme ve ateşleme,
4. Soğuma,
5. Boşaltma safhaları vardır.

Bütün seramik sinterleme işleminde malzeme bu safhaları geçirir (64).

Sinterleme işlemlerinin çoğu fırın tepsilerine malzemeleri yerleştirip fırınlara doğru taşınarak yapılır. Fırın tepsileri sinterleme sırasında şeklin korunmasına yardım için yoğunlukları destekleyiciler içerebilir ve bir elemanı diğer elemana kaynaştırmaktan korur. Bu destekleyiciler, çelik, molibden, kuartz, grafit veya alüminyumdan yapılabilir.

Sinterleme fırınları önemli işlem parametrelerini kontrol etmek için birkaç tane monitöre sahiptirler. Bu parametreler, sıcaklık, karbon miktarı, oksijen seviyesi, atmosfer akış oranı ve yoğunlaşma noktasını içerir (6).

Sinterleme işleminin sağlıklı bir şekilde gerçekleşebilmesi için uygun bir sıcaklık seçilmelidir. Bu sıcaklık seramikler için malzeme cinsine ve gayeye bağlı olarak 800-1700 °C arasında bir sıcaklık olabilir. Bu sıcaklıkların temin edilmesi pek de kolay olamayan, maharet isteyen ve teknolojik bilgi gerektiren bir iştir. Kullanılacak yakıt muayyen bir yanma odasında yakılarak elde edilen alev veya ısı, mamulün bulunduğu ısıtma kamarasına sevk edilir. Kullanılan yakıt cinsine ve fırın tipine göre bir ısıtma sistemi kullanılmalıdır (63).

Genel olarak indirgeyici gazlar fırın atmosferi olarak kullanılırlar. Böylece toz yüzeylerinde kalmış olan oksit kalıntıları da indirgenmiş olur. Sinterleme genellikle azot, hidrojen, helyum veya argon gazları içeren atmosferlerde yapılır (47).

3.4.1. Sinterleme fırınlarının sınıflandırılması

Sinterleme fırınları, sinterleme atmosferini sağlarlarken sinterleme döngüsünün sıcaklık-zaman kontrolünü de sağlarlar (6). Sinterleme fırınlarını operasyon tipine, şekline, alev hareket yönüne, ısı kaynağına, ısıtma metoduna ve malzemenin hareketine göre sınıflandırabiliriz.

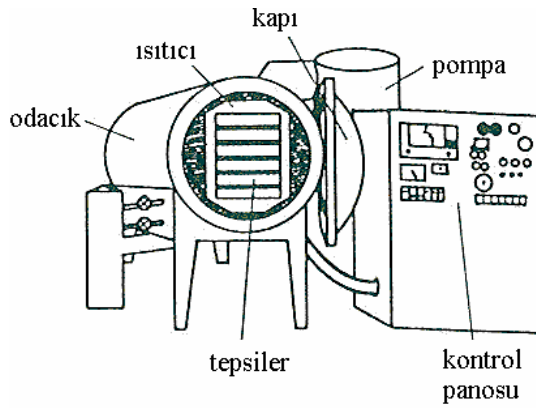
A) Operasyon tipine göre sinterleme fırınları

1. Aralıklı (grup, batch) işleyen fırınlar
2. Sürekli fırınlar (6)

Aralıklı (grup, batch) işleyen fırınlar

Şekil 3.19’da aralıklı işleyen bir fırının şekli gösterilmiştir. Bu fırınlara sinterleme için malzeme yüklenir ve daha sonra sıcaklık yükseltilir. Bu fırınlar sürekli fırınlara

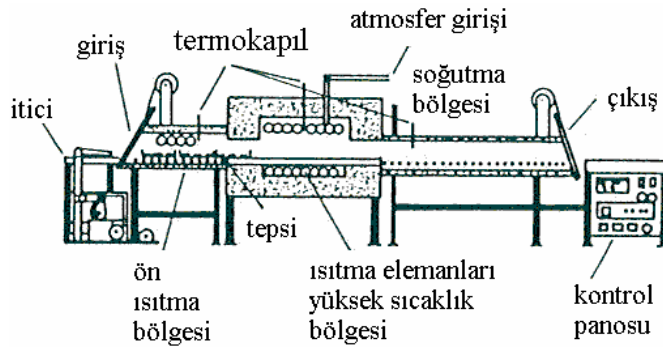
zıt olarak daha düşük kapasite ve daha az verimliliğe sahiptirler. Ana avantajları esnek olmaları, vakum altında çalışmaları ve daha yüksek maksimum sıcaklığa sahip olmalarıdır. Aralıklı fırınlar genellikle daha yavaş ve daha az enerji etkilidirler. Buna rağmen toz enjeksiyon kalıplama işlemlerinin çoğu, özel sinterleme döngüsü nedeniyle aralıklı işleyen modunda yapılır (6).



Şekil 3.19. Aralıklı işleyen fırın (6)

Sürekli işleyen fırınlar

Sürekli işleyen bir fırında, önceden ısıtılmış bir bölge içerisinde malzemenin pişme işlemi öncesinde yoğunluk kontrolü sağlanır. Şekil 3.20’de sürekli işleyen bir fırın görülmektedir. Sürekli fırınlarda parçalar, sinterleme bölgesine doğru kayış, itici veya montaj makaraları gibi bir konveyör sistemi ile hareket ettirilir. Seramik palet konveyörler 1250 °C , çelik örgülü palet konveyörler 1120 °C sıcaklıklarda kullanılabilir (6).



Şekil 3.20. Sürekli fırın (6)

Fırında birinci bölge yoğunlaştırma ısını başlatır, yağlayıcı ve bağlayıcılar gözeneklerden uzaklaştırılır. Daha sonraki bölge sinterleme işleminin gerçekleştiği yüksek ısıtma bölgesidir. En son bölge ise soğutma bölgesidir. Burada ihtiyaç duyulan karbon seviyesini yeniden depolamak mümkündür. Molibden, silikon karbid, grafit, molibden disilikat, tungsten ve demir veya nikel bazlı alaşımları içeren malzemeler yakıt elemanı olarak kullanılabilirler (6).

B) Şekillerine göre sinterleme fırınları

1. Yuvarlak tabanlı fırınlar
2. Köşeli tabanlı fırınlar
3. Yüzük (halka) tabanlı fırınlar (63).

Yuvarlak tabanlı fırınlar

Uniform bir ısı dağılımı sağlarlar. Ekonomik ısı sarfiyatlıdırlar ve az bir alanda büyük hacim sağlarlar (63).

Köşeli tabanlı fırınlar

Yerleştirmeye müsaittirler. Hacimleri az olmakla beraber bol malzeme sığdırabilirler. Doldurma ve boşaltmada kolay bir operasyon sağlarlar. Bu tip fırınlar büyük malzemelerin pişirilmesi için uygundur. Yapı bakımından basit konstrüksiyona sahiptirler (63).

Yüzük (halka) tabanlı fırınlar

Bu fırın bir halka etrafında birbirine açılacak şekilde inşa edilmiştir. Birinci fırında elde edilen gaz 2. ve 3. kamaralardan geçerek halkanın ortasında bulunan merkezi bir bacaya ulaşır. Bütün kamaraların baca irtibatı vardır. Ancak diğer bacalar kapatılarak operasyon sırasında lüzumlu baca açılır. Aynı zamanda halka etrafında ön ısıtma, sinterleme, soğutma, boşaltma ve doldurma işlemleri yapılarak bir devri

daim sağlanır. Bu fırınlar umumiyetle kömür tozu ile ısıtılır ve adi tuğla pişirilmesinde kullanılır. Yakıt tavandan açılan delikten şarj edilir (63).

C) Alev hareket yönüne göre sinterleme fırınları

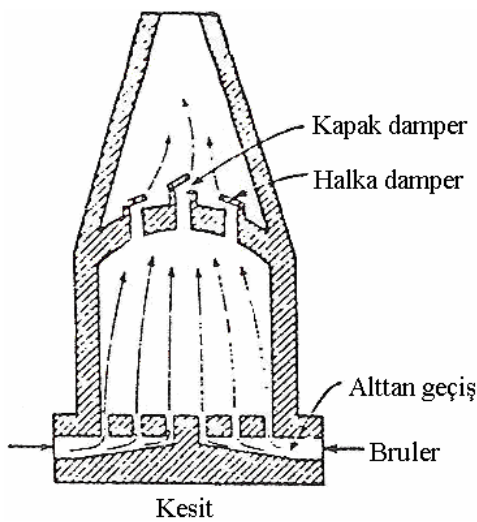
1. Üsten çekişli fırınlar
2. Alttan çekişli fırınlar
3. Yatay çekişli fırınlar

Üsten çekişli fırınlar

Alttan yakmalı ve tepeden bacalı basit ve ucuz bir fırın tipidir. Isı dağılımı iyi değildir. Büyük sıcaklık farkları gösterir (63).

Alttan çekişli fırınlar

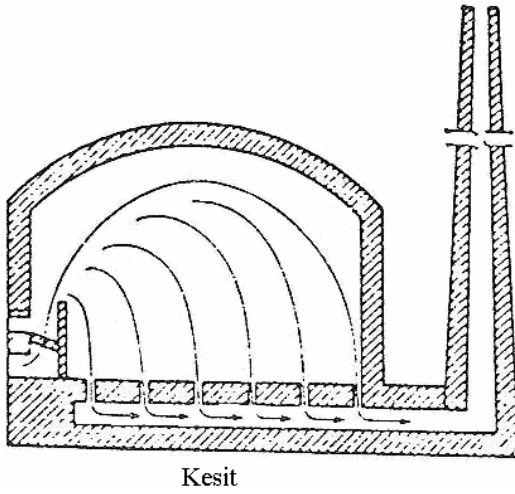
Bu fırınlar yuvarlak veya köşeli olabilirler. Gelişmiş bir fırın tipidir. Alev yanlardan girerek mania boyunca fırın tavanına yükselir. Isıtma odasındaki mamul arasından geçerek fırın tavanında bulunan baca kanalına ulaşır. Küçük imalathanelerde çok kullanılan bir tiptir (63). Böyle bir fırın Şekil 3.21’de gösterilmiştir (17).



Şekil 3.21. Alttan çekişli fırın (17)

Yatay çekişli fırın

Yanma odasında elde edilen alev ısıtma bölgesine girdikten sonra fırın tabanına paralel olarak bir yol takip eder ve bacaya ulaşır. Şekil 3.22’de yatay çekişli fırın görülmektedir (17).



Şekil 3.22. Yatay çekişli fırın (17)

D) Isı kaynağına göre sinterleme fırınları

1. Odun kullanılan fırınlar
2. Kömür kullanılan fırınlar
3. Gaz kullanılan fırınlar
4. Petrol kullanılan fırınlar
5. Elektrik kullanılan fırınlar (63)

E) Isıtma metoduna göre sinterleme fırınları

1. Direkt alevli fırınlar
2. Dolaylı alevli fırınlar (64)

Bu tür sınıflandırma, ateşin sinterlenecek malzemeye doğrudan doğruya veya dolaylı olarak temas etmesine bağlı olarak yapılır (64).

F) Malzemenin hareketine göre sinterleme fırınları

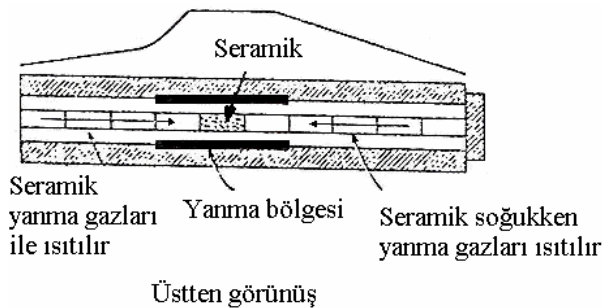
1. Tünel fırın
2. Sabit fırın (63)

Tünel fırın

Her türlü maksat için ve muhtelif yakıtlarla (gaz, fuel oil, elektrik) kullanılabilen kullanışlı ve gelişkin bir fırın tipidir. Diğer fırın tiplerine nazaran avantajlarını şöyle sıralayabiliriz:

1. Isı sarfıyatı bakımından en ekonomik tiptir.
2. Isı dağılımı, sıcaklık değişimleri pratik olarak ayarlanabilir. Uniform bir ısıtma ve yüksek randıman sağlar.
3. Sinterleme ve soğutma süreleri diğer fırınlara nazaran kısadır.
4. Fabrikalarda kapasitesine göre çok az yer kaplar (63).

Şekil 3.23'te tipik bir tünel fırın şekli görülmektedir.



Sinterleme işlemlerinin daha hızlı, daha etkili ve daha güvenilir bir şekilde yapılması için araştırmalar devam etmektedir. İlginç bir araştırma, kapalı devre geri besleme kontrollü sinterlemedir, ki bu durum için fırını ayarlamak için fırında bulunan çeşitli monitör değerleri kullanılır. Sinterlemenin daha hızlı yapılabilmesi için yoğun parçaların ısıtılmasının mikrodalga veya direkt ısıtma ile yapılabileceği görüşü düşünülmektedir. Hızlı sinterleme oranı sinterleme özelliklerini iyileştirecektir. Çeşitli tekniklerle yoğunluğun artırılması için enerjinin direkt olarak parçalara aktarılması ısı kaybını yok edecektir (6).

3.5. Sinterleme Problemleri

Teknolojide, sinterleme esnasında bazı problemlerle karşılaşılır. Bunlar, çökme, aşırı yanma, bağlayıcıların yanması, ayrışma reaksiyonları ve polimorfik dönüşümlerin yer almasıdır.

Sinterleme sırasında çökme, genellikle parçanın yetersiz desteklenmesinden kaynaklanır. Bu probleme çare olarak fırın içinde bir takım tedbirler alınabilir ve malzemenin sinterleme esnasında konumu değiştirilir. Çökmeye aynı zamanda yağ malzemenin yoğunluğunun yer yer değişik olması da neden olur. Bu durumda heterojenliğin daha önceki aşamalarda ortadan kalkması sağlanır.

Aşırı sinterleme, tane büyümesine, fırındaki konstrüksiyon veya diğer ürünlerle reaksiyona girmeye, şişme veya çökmeye neden olur. Aynı zamanda aşırı sinterleme, enerji sarfiyatına sebebiyet verir.

Ayrışma reaksiyonları, tuzların, nitratların ve hidratların kullanılması halinde meydana gelir. Karbonatların ayrışması, 1000 °C ve sülfatların ayrışması 1200 °C’de gerçekleştiğinden bu sıcaklıkların altındaki sinterlemelerde kullanılması sorun oluşturmaz.

Polimorfik dönüşümler, özellikle soğuma esnasında problem doğurur. Zirkonya bu konuda tipik bir örnektir. Zirkonyada bu problemi ortadan kaldıracı için MgO , CaO , Y_2O_3 gibi maddelerle yapının stabilize edilmesi gerekir.

Sinterleme sırasında meydana gelebilecek tane büyümesini önlemek için genellikle bazı katkı maddeleri çok az miktarda (daima %1'in altında) karışıma ilave edilir.

Oksitlerin sinterlemesinde yayınmayı kontrol eden bileşen, oksijen iyonunun difüzyonudur. Sinterleme sırasında yer alan farklı difüzyon hızları, stokiometrinin bozulmasına ve tane içerisinde boşluk oluşumuna sebebiyet verir. Oluşan bu boşlukları ortadan kaldırmak mümkün değildir.

Sinterleme sıcaklığının çok yüksek tutulması genellikle boşluk absorpsiyonuna yol açtığından, malzemede şişme meydana gelmektedir (17).

4. STEATİT TEKNOLOJİSİ

Steatit, elektroteknikte yalıtkan parçaların üretiminde kullanılan, klasik elektroporselene nazaran çok daha yüksek elektriksel ve mekaniksel dayanıma sahip bir malzeme olarak tanımlanabilir (1).

Steatit aynı zamanda talk ve sabun taşı olarak da bilinir (3, 65). Sabun taşı olarak adlandırılmasının nedeni dokunulduğunda sabun gibi hissedildiğindendir (2).

Elektrik enerjisi tüketiminin hızla artması, üretim, iletim ve kullanım safhalarında seramik izolasyon malzemelerine olan talebi de hızla arttırmıştır. Büyük boyutlara ulaşan ihtiyaçlara cevap verebilmek için kurulan hidroelektrik, termik, nükleer enerji v.b. gibi santrallerin dağıtım ve iletim ünitelerinde yüksek güçleri taşıyabilecek seramik izolatörlerin yanında, yüksek izolasyon fonksiyonlarına cevap verecek, seramik aksam ve parçaların özelliklerinin iyileştirilmesi ihtiyacı ön plana çıkmıştır. Elektroporselenin bu noktadan itibaren ihtiyaçlara cevap veremediği görülmüş ve 1930' lardan itibaren steatit kullanımı yaygınlaşmaya başlanmıştır. Ülkemizde bu teknoloji yaklaşık 1975-1980 yıllarında geliştirilmiştir ve geçen süre içerisinde uygulaması başarıyla geliştirilerek sürdürülmüştür (1). 2001 yılında 123,898 ton, 2002 yılında ise 270,480 ton steatit ihraç edilmiştir (66).

4.1. Kullanım Alanlarına Göre Steatitler

Steatit kullanım alanlarına göre 2 ana gruba ayrılabilir;

1. Yüksek mekanik mukavemete ihtiyaç duyulan ve dar ölçü toleranslarında çalışılması gereken yapısal amaca yönelik parçaların üretilmesinde kullanılan steatitler,
2. Çok iyi mekanik mukavemetin yanında düşük dielektrik kayıp faktörüne haiz, yüksek frekansa mukavim özel steatitler (27).

4.2. Sinterleştirmeyi Sağlayan Malzemelere Göre Steatitler

Steatit, sinterleştirmeyi sağlayan malzemelere göre de 2 gruba ayrılabilir,

1. Feldispat veya alkali oksitler ihtiva eden malzemelerle hazırlanmış reçetelere göre üretilen steatitler. Bunlar genelde yapısal amaçlı yüksek mekanik mukavemet isteyen parça üretimi için kullanılırlar.
2. Baryum karbonat, stronsium karbonat, magnezyum karbonat gibi alkalilerle hazırlanmış reçetelere göre üretilen steatitler. Genel olarak düşük elektriksel kayıplar ve yüksek frekansa mukavemet ihtiyacı olan elektro teknik ve elektronik alanda kullanılırlar (27).

4.3. Steatitin Kullanıldığı Yerler

1. Duvar fayanslarında, kuvarsın tamamında veya bazı yerlerinde, işleme dizaynlarında, heykel ve oymacılıkta (özellikle Kuzey Kanada, Alaska ve Sibiryada yaşayan insanlar tarafından) (2, 65),
2. Isıyı emmesi ve eşit miktarda dağıtabilmesinden dolayı ateş alanlarının çevrilmesinde (2),
3. Düşük malzeme fiyatı, ateşe dayanıklılık ve yüksek sıcaklıklarda bile yüksek elektriksel direnç gibi özelliklerinden dolayı ısıl dirençlerde ve elektriksel yalıtkanlarda çok sık,
4. Direnç formlarında, tutuşturucularda, kesicilerde, bobin formlarında, uzay araçlarında, bujilerde hassas toleranslarda kolayca (3),
5. Çok yüksek mekanik dayanım, iyi elektriksel özellikler, çok az kayıp faktöründen dolayı elektrik mühendisliğinde yaygın olarak (67),

6. Oldukça iyi işlenebilirliğe sahip olmalarından dolayı seramik işleme sanatlarında (68),

7. Elektroteknik sahada ev ve benzeri yerlerde kullanılan D-tipi sigortalar, sanayi tipi bıçaklı sigortalar, alçak ve orta gerilim kesicilerde izolasyon ve taşıyıcı malzemesi olarak kullanılırlar (1).

Resim 4.1’de steatitin bazı kullanım alanları görülmektedir (69).



Resim 4.1. Steatitin bazı kullanım alanları (69)

4.4. Steatitin Genel Formülü

Steatit ve talk kompozisyonları çeşitli limitler arasında değişen hidrate magnezyum silikatların farklı şekilleridir. Steatitin genel formülü $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 'dur. Ayrıca yapıda alümina, demir, alkali, kireç taşı ve su bulunur. Yapıdaki MgO ve SiO_2 'nin değişken oranlarda bulunması mümkündür. Örnek (1, 65, 70):

$3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
 %31,8 %63,5 %4,7

$4\text{MgO} \cdot 5\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
 %33,5 %62,7 %3,8

Steatit ve talkın istenilen sınır değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir (1).

Çizelge 4.1. Steatit ve talkın istenilen sınır değerleri (1)

Malzemeler	% Ağırlık Değerleri
SiO ₂	60
MgO	30
Al ₂ O ₃	2,5
CaO	1
Fe ₂ O ₃	1,5
Na ₂ O + K ₂ O	0,4
Kızdırma kaybı	6

Mineral katlı tabakalar halinde ve çok yumuşak ise talk olarak isimlendirilir. Bunun kirli çeşitleri sabun taşı olarak, daha temiz ve kütle halindeki çeşitleri ise, steatit olarak tanımlanır. Bu durum talk ve steatiti birbirinden ayıran en önemli özelliktir (1).

4.5. Talk ve Steatitin Dünya Üzerindeki Rezervleri

Avrupa'da: İngiltere, İskoçya, Fransa, Almanya, Avusturya, Romanya, İtalya, Norveç, Finlandiya, Çek Cumhuriyeti, Slovakya, Türkiye.

Asya'da: Çin, Mançurya, Vietnam, Hindistan, Rusya

Afrika'da: Mısır

Amerika'da: Kaliforniya Eyaleti

Avustralya'da: Orta ve Güney Avustralya'da bulunmaktadır.

Türkiye'deki steatite örnek olarak verilebilecek Sivas steatiti açık yeşil renkli ve talka göre daha sert ve gözeneksiz bir yapıya sahiptir. İndirgen atmosferli bir fırında 1350 °C'de sinterlendiği zaman gözenekli bir yapı oluşur. Bileşiminde ise % 5 H₂O, % 62 SiO₂, % 28 MgO, % 2,35 alümina, % 1 Fe₂O₃ ve % 1 civarında diğer bileşikler bulunur (27).

4.6. Steatitin Genel Özellikleri

Deneyde kullanılan C221 steatit tozunun fiziksel özellikleri Çizelge 4.2’de görülmektedir (71).

Çizelge 4.2. Steatit tozunun fiziksel özellikleri (71)

Özellikler	Değerler
Yoğunluk (g/cm^3)	2,9
Sertlik (Mohs)	7-8
Sıkıştırma Mukavemeti (N/mm^2)	861
Ortalama toz ebatı (μm)	8,15
Isı İletkenliği (W/mK)	1,91
Isıl Genleşme Katsayısı 20-800 °C ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	$7,7 \cdot 10^{-6}$
Üç nokta eğme mukavemeti (N/mm^2)	124
Çekme mukavemeti (N/mm^2)	51

Steatit malzemelerin özellikleri presleme ve sinterleme ile büyük ölçüde değişir. Kalıplanmış parça kaliteleri ise serbest basınç yüzeyi olup olmadığına göre değişir. Yapılan araştırmalarda normal bir yüzeyin basınç altındaki bir yüzeyden daha iyi sonuçlar verdiği bulunmuştur (65).

4.7. Steatitin Üretim Teknolojisi

Steatitin üretim teknolojisi 3 ana bölüme ayrılmaktadır (1);

1. Steatit karışım hazırlama
2. Steatit karışım şekillendirme
3. Sinterleme

4.7.1. Steatit karışım hazırlama

Bu bölümün safhaları;

1. Reçete tasarımı
2. Hammadde ön hazırlama ve zenginleştirme
3. Karışım hazırlamadır (1).

Reçete tasarımı

Steatit parçaların normlara uygun özellikleri ihtiva edebilmesi, ancak iyi bir reçete tasarımı ile mümkündür. Reçetelerde magnezyum silikat hammaddelerinin yanında kullanılan diğer hammaddeler şunlardır;

Kil; karışımında plastisiteyi sağlar ve sinterleme derecesini aşağı çeker, çok düşük alkalilerin yanında en düşük seviyelerde de Fe_2O_3 ve TiO_2 ihtiva eder.

Feldispat; sinterleme aralığını genişletir. Ancak bünyesindeki yüksek oranlı alkaliler dielektriksel kayıp faktörünü yükselttiği için genelde yapısal amaçlı reçetelerde kullanılır.

Baryum karbonat ($BaCO_3$); sinterleme derecesini düşürür. Yapının magnezyum metasilikat fazına geçişini kolaylaştırır. Dielektrik kayıp faktörünün düşük istendiği reçetelerde kullanılır.

Üretilmiş parçalardan istenen diğer elektriksel ve mekaniksel özelliklere göre reçetelere çinko oksit, dolomit, magnezyum karbonat, kaolin, zirkonyum silikat gibi malzemeler de ilave edilebilir (1).

Hammadde ön hazırlama ve zenginleştirme

Steatit karışım reçetesine göre kil ve feldispatların temizlik oranları elektriksel fonksiyonlara doğrudan tesir eden önemli faktörlerden biridir. Bu nedenle reçetelerde zenginleştirilmiş malzemelerden kullanılmalıdır.

Diğer taraftan killer grubu dışında en plastik malzeme olan talklar ve sabun taşları yassı kristal yapıları nedeniyle esnek ve kaygan görünüm arz ederler. Ancak bu durum karışımın bilhassa kuru pres teknolojisiyle şekillendirilmesinde sorunlar meydana getirmektedir (1).

Karışım hazırlama

Karışım iki metodla hazırlanır;

1. Spray-dryer metodu; bu metodun safhaları sırasıyla şöyledir:

Hammadde ön hazırlama, yaş öğütme, yoğunluk artırma, granül elde etme ve karışım depolamadır.

2. Filter pres ve ön presleme metodu; bu metodun safhaları sırasıyla şöyledir:

Hammadde ön hazırlama, yaş öğütme, çamur filitreleme, kek kurutma, kek öğütme, ön presleme, tablet öğütme, granül elde etme ve karışım depolamadır.

Türkiye’de steatit karışım üretiminde Çanakkale Seramik Spray-dryer metodunu kullanmaktadır (1).

4.7.2. Steatit karışım şekillendirme

Şekillendirme genel olarak üçe ayrılır (1);

1. Vakum pres şekillendirme
2. Yaş pres şekillendirme
3. Kuru pres şekillendirme

Ayrıca bu yöntemlere ilave olarak, günümüzde yaygın olarak kullanılan ve 2.8 numaralı bölümde anlatılan toz enjeksiyonla kalıplama yöntemini de şekillendirme yöntemi olarak sayabiliriz.

Vakum pres şekillendirme

Bu şekillendirme tekniği, boru, çubuk, profil parçalar ve vakum pres şekillendirmeden sonra talaş kaldırmak suretiyle formlandırılan çeşitli tip alçak ve orta gerilim izolatörlerin üretiminde kullanılır (1).

Yaş pres şekillendirme

Şekillendirme rutubeti %15-16 civarında olan karışımların dışkılı kalıp sistemleriyle şekillendirilmesi tekniğidir. Genellikle konstrüktif amaçlı parçaların üretilmesi için kullanılan bu teknik, kurutma ve çapak temizleme işlemlerinin oluşturduğu işçilik maliyetinin yüksekliği ve çok dar tolerans ölçülerindeki çalışma zorlukları nedeniyle yerini kuru pres tekniğine bırakmıştır (1).

Kuru pres şekillendirme

En yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Şekillendirme esnasında kullanılan karışım rutubeti çok düşüktür. Bu teknikte çift etkili presler ve dışkısız özel kalıplar kullanılır. Kuru karışım ile çalışıldığından kurutma işlemi, dışkısız özel kalıplar kullanıldığından çapak temizleme işlemi ortadan kaldırılmakta, dolayısıyla üretim işçilik maliyeti düşmektedir. Bu presleme tekniği ile her formda parça dar ölçü toleranslarında şekillendirilebilmektedir (1).

4.7.3. Sinterleme teknolojisi

Steatit seramik malzemelerin daha sonraki kullanımları için yüksek bir sıcaklıkta sinterlenmesi suretiyle önemli özelliklerine kavuşması gerekir. Böylece toz karışımı katı bir yapıya dönüşür (68).

Seramik malzemelerde olduđu gibi steatit de, yalnızca sınırlandırılmış bir sıcaklık bölgesinde istenen özelliklerine ulaşabilmektedir. Eğer çok düşük bir sıcaklıkta sinterleniyorsa yoğun bir yapıya ulaşma çabaları boşunadır. Eğer çok yüksek bir sıcaklık seçilmişse yapı yumuşamaya başlayacak ve kendi ağırlığının baskısı altında deforme olmaya başlayacaktır. Ayrıca sinterlemenin uzatılması tane büyümesine ve mekanik gücün zayıflamasına neden olmaktadır (65, 68).

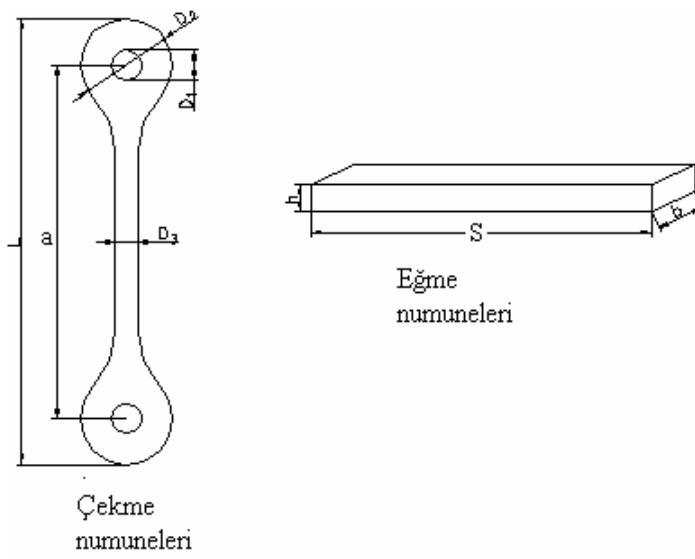
Steatit parçalar, sinterleme esnasında yapı içerisindeki direnç ve parçaların büyüklüklerinin bağımsız olmasından dolayı çekerler. Yaş preslenmiş parçaların %16-20'sinin ve kuru preslenmiş parçaların %6-10'unun çekmesi normaldir (65).

Sinterleme safhası steatitin ana özelliklerinin oluştuđu ve devamlı stabil şartlar gerektiren en önemli safhadır. Sinterlemede sıcaklık eğrisinin yapısı ve fırın atmosferi bilhassa elektriksel özelliklere direkt tesir etmektedir.

900 - 1300°C arasındaki reaksiyonlardan özellikle 1200°C civarındaki reaksiyonlar steatitin ana özelliklerini oluşturmaktadır. Buna göre fırın sinterleme eğrisinin uzunluğu ve formu, fırın atmosferinin hassas ayar ve takibi son derece önemlidir (1).

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneaylerde TEK ile üretilmiş çekme ve üç noktalı eğme numuneleri kullanılmıştır. Şekil 5.1’de çekme ve üç noktalı eğme numuneleri görölmektedir. Çekme numuneleri farklı boyutlara sahip iki gruptan oluşmaktadır. Ham numune boyutları Çizelge 5.1’de verilmiştir. Numuneler TEK işleminde çeşitli parametreler kullanılarak imal edilmiştir. Bu parametreler Çizelge 5.2’de verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 5.1. Çekme ve üç noktalı eğme numuneleri

Üretilen numunelerde ağırlıkça % 58 steatit tozu, % 42 bağlayıcı kullanılmıştır. Kullanılan steatit tozunun özellikleri Çizelge 4.2’de verilmiş idi. Kullanılan bağlayıcının ağırlıkça % 65’ini polietilen glikol (PEG), % 30’unu polipropilen, % 5’ini ise stearik asit oluşturmaktadır. Bağlayıcı olarak ağırlıkça % 65 (PEG), % 30 polipropilen, % 5 stearik asit kullanıldığı, ağırlıkça % 58 steatit tozu ve % 42 bağlayıcı kullanılan bu karışımın daha önce yapılan çalışmada (72) reolojik olarak en iyi sonuçları verdiği belirlenmiştir. PEG erime sıcaklığı 65 °C olup suda çözünabilmektedir. Bu özellik, sinterlemeden önce bağlayıcı giderme aşamasında büyük kolaylık sağlamaktadır. Polipropilen 150 °C’de, stearik asit ise 74 °C’de erimektedir.

Çizelge 5.1. Çekme ve eğme deneylerinde kullanılan ham numune boyutları

	Boyutlar	Ölçüler (mm)	
		Grup 1	Grup 2
Çekme	L	118	107,90
	a	93,60	85,30
	D ₁	7,88	5,85
	D ₂	24,5	22,75
	D ₃	5,85	3,82
Eğme	b	12,58	
	h	7,3	
	S	89,4	

Çizelge 5.2. TEK işleminde kullanılan parametreler

	Enjeksiyon basıncı (b)	Silindir Sıcaklığı(°C)	Debi (cm ³ /s)	Mal alma (cm ³)	Kalıp sıcaklığı(°C)
Eğme numuneleri	1400	200	20	12	20
Çekme numuneleri	1300	212	22	12,8	20

Yapılan deneysel çalışmaları şu şekilde sıralayabiliriz:

1. TEK ile üretilmiş parçalardan bağlayıcı giderme ve kurutma,
2. Farklı sıcaklıklarda sinterleme,
3. Sinterlenmiş parçaların yoğunluklarını ve % büzülme oranlarını ölçme,
4. Çekme deneyleri,
5. Üç noktalı eğme deneyleri,
6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)'de inceleme,
7. Sonuçların değerlendirilmesi.

5.1. TEK ile Üretilmiş Parçalardan Bağlayıcı Giderme ve Kurutma

TEK ile üretilen parçalardaki bağlayıcılar sinterlemeden önce suda çözündürme yöntemiyle giderilmiştir. Bu yöntemde sadece PEG ayrıştırılmıştır. Üç noktalı eğme numunelerinde % 70,7 ile % 45,2 arasında değişen oranlarda, çekme numunelerinde ise % 86,05 ile % 92,2 arasında değişen oranlarda PEG suda çözündürülerek ayrıştırılmıştır. PEG'in geriye kalan kısmı ile polipropilen ve stearik asit sinterleme sırasında bünyeden uzaklaştırılmıştır.

Bağlayıcı giderme işlemi, maksimum 250 °C sıcaklıkta kullanılabilen Memmert marka etüvde, malzemeleri 50 °C sıcaklıktaki suda 23 saat bekletmek suretiyle gerçekleştirilmiştir. Kurutma işlemi ise aynı etüv ortamında 50 °C sıcaklıkta 7 saat bekleterek gerçekleştirilmiştir. Bağlayıcı giderme ve kurutma işlemlerinde kullanılan etüv Resim 5.1'de verilmiştir.

5.2. Farklı Sıcaklıklarda Sinterleme

Sinterleme işlemi Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi İleri Malzeme ve Boya Araştırma Merkezinde (GİMBAM) bulunan, 1600 °C'de çalışabilen aralıklı işleyen bir fırın kullanılarak gerçekleştirilmiştir. (Resim 5.2)



Resim 5.1. Bağlayıcı giderme ve kurutma işlemlerinde kullanılan etüv



a) Fırının dıştan görünüşü



b) Fırının iç görünüşü



c) Numune yerleştirilen ateş tuğlası

Resim 5.2. Deneyde kullanılan sinterleme fırını

Numuneler, ateş tuğlası üzerine yerleştirilerek fırına konulmuştur. Numuneler ile ateş tuğlasının arasına birbirlerine yapışıp sinterleşmelerini önlemek için ince bir tabaka halinde alümina tozları serpilmiştir.

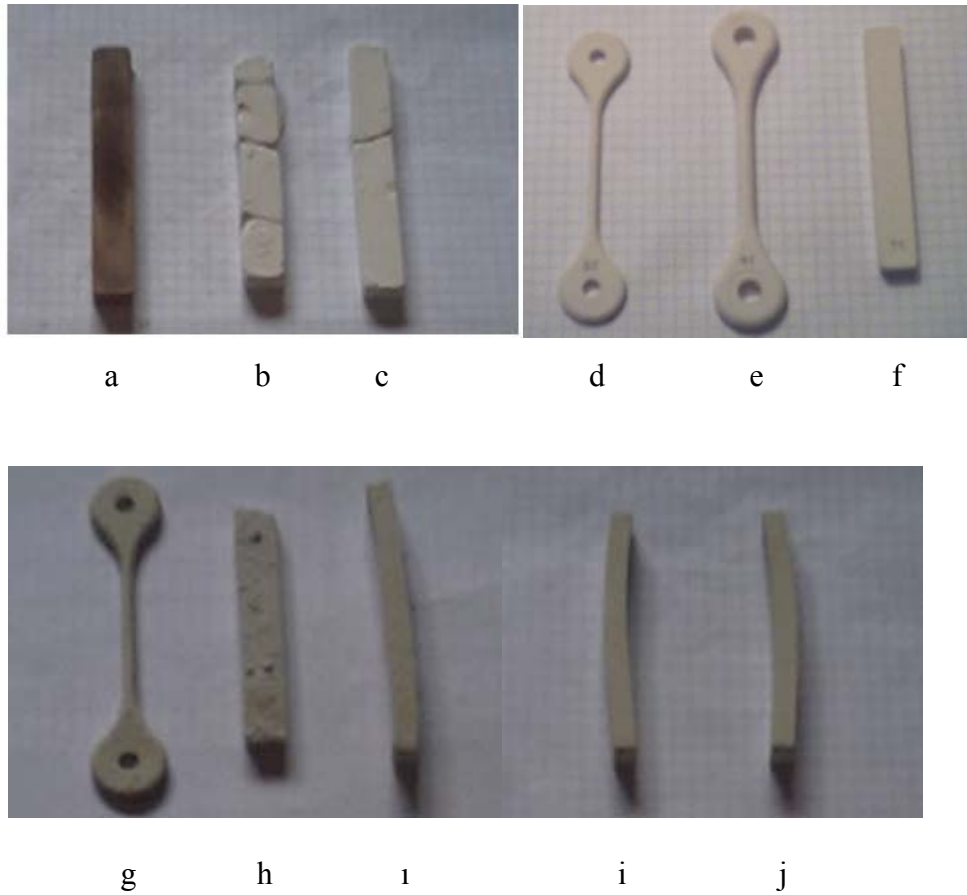
Sinterleme esnasında seçilen sıcaklıklar, sinterleme sıcaklığında beklemler ve sinterleme hızları Çizelge 5.3’de verilmiştir.

Çizelge 5.3. Sinterleme esnasında seçilen sıcaklıklar, sinterleme sıcaklığında beklemler ve sinterleme hızları

Sıcaklık (°C)	Hız (°C/dak.)	Bekleme (saat)
250	5	1
500	5	1
750	5	1
1000	5	1
1175	5 ve 10	1
1200	5	1
1225	5 ve 10	1
1275	5 ve 10	1, 2, 3 ve 4
1325	5	1
1350	5	1
1375	5	1
1450	5	1

Yukarıdaki sıcaklıklardan 250, 500, 750, 1000 ve 1200 °C ’de yapılan sinterlemeler yoğunlukları ve % büzülme oranlarını karşılaştırmak için kullanılmıştır. Dolayısıyla bu sıcaklıklarda çekme ve üç noktalı eğme deneyleri yapılmamıştır. 250 °C’de yapılan sinterlemede numune koyu kahverengi bir renk almış (Resim 5.3.a), bağlayıcının bir bölümü giderilmiş, dolayısıyla sinterleme gerçekleştirilememiştir. 500 °C’de (Resim 5.3.b) ve 750 °C’de (Resim 5.3. c) yapılan sinterlemelerde bağlayıcılar giderilmiş ancak numune ele alındığında ufalanacak halde olan bir kirece benzemiş, dolayısıyla bu sıcaklıklarda da sinterleme gerçekleştirilememiş, yoğunluk ve %

büzölme değerleri de hesaplanamamıştır. 1000 °C’de numunede büzölmeler meydana gelmeye başlamış, dolayısıyla sinterleme başlamıştır. Yoğunluk artışı ise 1200 °C’den itibaren gözlemlenmiştir (Resim 5.3. d, e ve f). 1325 °C’de yapılan sinterlemelerde numune yüzeylerinde pürüzlenmeler oluşmuş ve numuneler alümina tozları ile beraber sinterlenmiş (Resim 5.3. g, h ve ı), 1350°C’de numuneler alümina tozları ile beraber sinterlenmiş, ateş tuğlasına yapışmış ve buradan alınmaları esnasında kırılmışlardır. 1375°C’de numuneler yine ateş tuğlasına yapışmış ve tepsideen ancak çekiçle kırılarak alınmıştır. 1450 °C’de ise numuneler tamamen erimiş ve hacimsel olarak yapı kaybolmuştur. Ayrıca numunelerin ateş tuğlasına düzgün bir şekilde yerleştirilmemesi sonucunda geometrik şekil bozuklukları meydana geldiği durumlar da gözlemlenmiştir (Resim 5.3. i ve j).



Resim 5.3. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen malzemeler

a: 250 °C; b: 500 °C; c: 750 °C; d, e ve f: 1200 °C; g, h ve ı: 1325 °C ; i ve j: 1275 °C’de yapılan sinterleme

5.3. Sinterlenmiş Parçaların Yoğunluklarını ve % Büzülme Oranlarını Ölçme

Sinterlenmiş çekme numunelerinin yoğunluklarının hesaplanmasında Arşimet prensibi kullanılmıştır. İlk önce numunelerin kuru haldeki ağırlıkları Resim 5.4'teki terazi ile 0,01 gr. hassasiyetle ölçülmüştür. Numuneler iç yüzeylerine suyun girmemesi için TS 2305'de (73) belirtildiği gibi % 5 parafin mumu + % 95 xylene çözeltisi içerisinde batırılarak yüzeyleri ince bir film tabakası ile kaplanmıştır. Kaplamanın ardından havada kurutulup ağırlıkları yeniden ölçülmüştür. Daha sonra oda sıcaklığındaki saf suyun içerisinde batırılmış ve ağırlıkları ölçülmüştür. Bulunan değerler,

$$yoğunluk = \left(\frac{m_1}{m_2 - m_3} \right) * D_w \quad [5.1]$$

denkleminde yerine yazılarak yoğunluklar hesaplanmış ve Çizelge 5.4'de verilmiştir. Burada,

m_1 : Malzemenin kuru haldeki ağırlığı,

m_2 : Malzemenin çözelti içerisinde batırılıp kurutulduktan sonraki ağırlığı,

m_3 : Malzemenin sudaki ağırlığı,

D_w : 23 °C'deki saf suyun yoğunluğudur, 0,997 olarak alınmıştır.

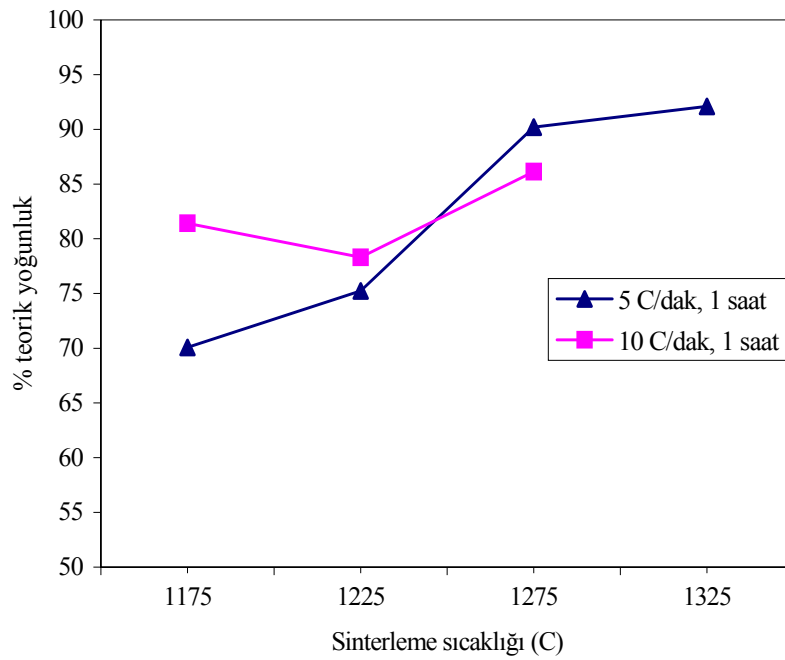
m_1 ve m_2 değerlerinin TS 2305'de önerildiği gibi birbirine çok yakın olmasına özen gösterilmiştir.



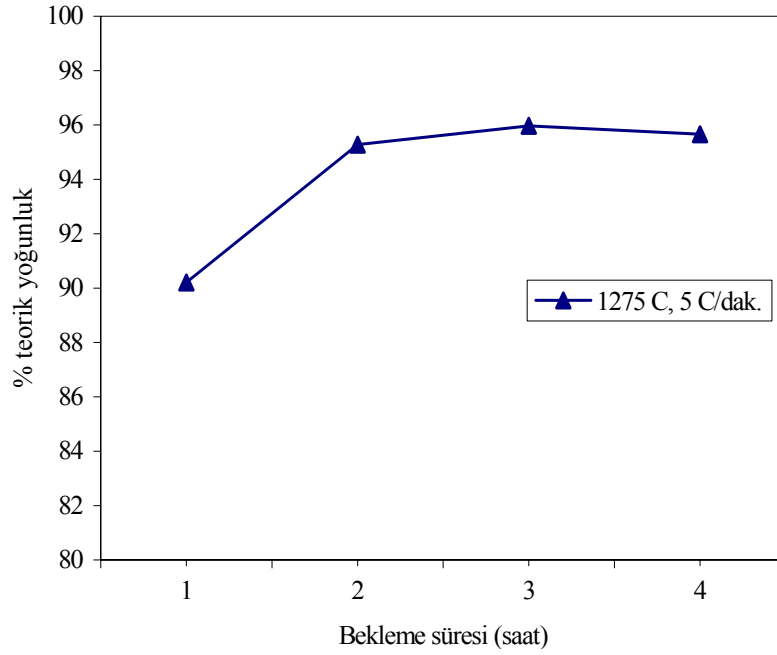
Resim 5.4. Ağırlık ölçümünde kullanılan terazi

Çizelge 5.4. Çekme numunelerinin yoğunluk değerleri

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Hız (°C/dak.)	Bekleme (saat)	Ort.yoğunluk (gr/cm ³)	% teorik yoğunluk	Numune sayısı
1175	5	1	2,032	70,069	4
1225	5	1	2,182	75,241	4
1275	5	1	2,616	90,207	4
1325	5	1	2,671	92,103	4
1175	10	1	2,361	81,414	4
1225	10	1	2,271	78,310	4
1275	10	1	2,498	86,138	4
1275	5	2	2,763	95,276	4
1275	5	3	2,783	95,966	4
1275	5	4	2,774	95,655	4



Şekil 5.2. Çekme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki



Şekil 5.3. Çekme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki

Sinterlenmiş eğme numunelerinin yoğunluklarının hesaplanmasında TS EN 623-2’deki yöntem kullanılmıştır (74). Burada parçanın boyutlarının düzgün olmasından yararlanılarak,

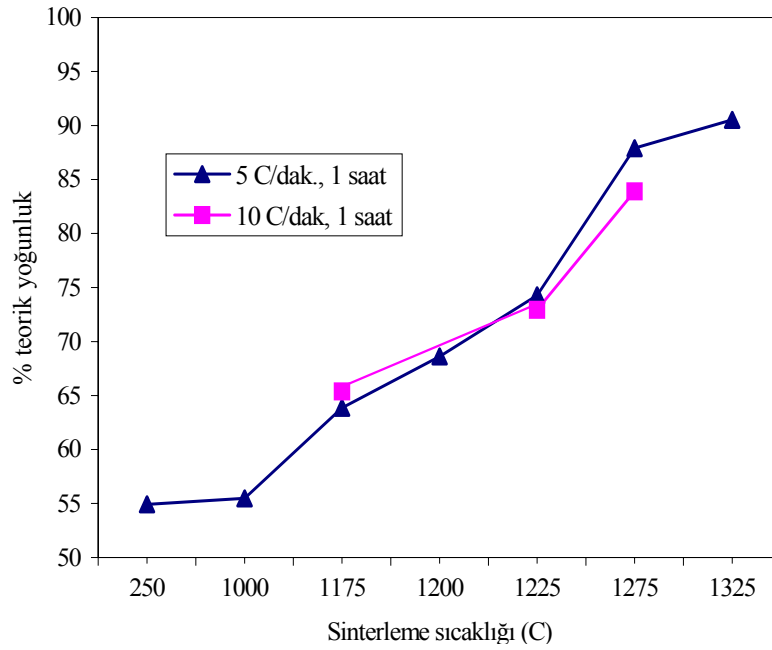
$$\text{yoğunluk} = \frac{\text{kütle}}{\text{hacim}} \quad [5.2]$$

formülü ile hesaplanmış ve Çizelge 5.5’de verilmiştir.

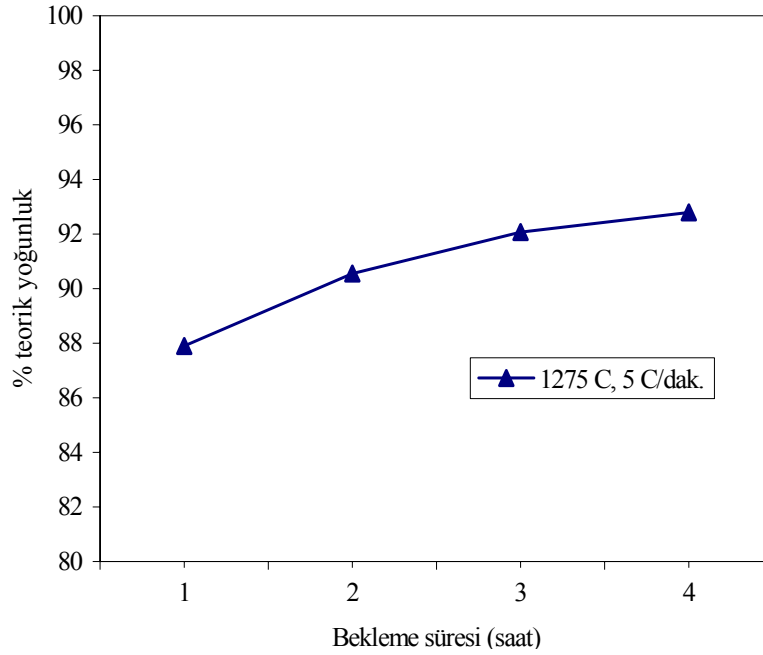
Burada kütle Resim 5.4’teki 0,01 hassasiyetli terazi ile, geometrik boyutlar ise 0,01 hassasiyetli dijital kumpas ile ölçülmüştür.

Çizelge 5.5. Eğme numunelerinin yoğunluk değerleri

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Hız (°C/dak.)	Bekleme (saat)	Ort.yoğunluk (gr/cm ³)	% teorik yoğunluk	Numune sayısı
250	5	1	1,593	54,931	1
1000	5	1	1,609	55,483	1
1175	5	1	1,852	63,862	5
1200	5	1	1,990	68,621	1
1225	5	1	2,154	74,276	5
1275	5	1	2,549	87,897	4
1325	5	1	2,625	90,517	2
1175	10	1	1,896	65,379	5
1225	10	1	2,115	72,931	5
1275	10	1	2,433	83,897	5
1275	5	2	2,626	90,552	4
1275	5	3	2,670	92,069	4
1275	5	4	2,691	92,793	4



Şekil 5.4. Eğme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki



Şekil 5.5. Eğme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % teorik yoğunluk arasındaki ilişki

Deneylerde, sinterleme sıcaklığı olarak 1175, 1225 ve 1275 °C değerleri esas alınmıştır. Sinterleme hızları 5 ve 10 °C/dak olarak belirlenmiştir. Bekleme süreleri bütün sıcaklıklarda 1 saat, bu sürede en iyi yoğunluğun elde edildiği 1275 °C sıcaklığında ayrıca 2, 3 ve 4 saat olarak gerçekleştirilmiştir.

Çekme numunelerinde (Bkz. Çizelge 5.4 ve Şekil 5.2) 1175 ve 1225 °C 'lerde 10 °C/dak hızı kullanmak 5 °C/dak'dan daha iyi yoğunluk değerleri elde etmemizi sağlamıştır. 1275 °C'de ise 5 °C/dak hızı kullanmak yoğunluk üzerinde 10 °C/dak hızdan daha iyi neticeler elde edilmesini sağlamıştır. 1175, 1225 ve 1275 °C'lerde 5 ve 10°C/dak hız kullanılarak yapılan deneylerde en iyi sonuç 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 1 saat beklemede bulunmuştur. Bu sonuçtan yola çıkılarak 1275 °C sıcaklıkta, 5 °C/dak hızda 2, 3 ve 4 saat beklemek suretiyle sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiş ve en iyi sonucun 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 3 saat beklemede olduğu bulunmuştur (Bkz. Çizelge 5.4 ve Şekil 5.3). 1325 °C , 5 °C/dak, 1 saatte yapılan sinterlemelerde malzemenin yüzeyinde pürüzlenmeler oluşmuş ve yoğunlukta düşme meydana gelmiştir. 1175 °C , 10 °C/dak, 1 saatte yapılan sinterleme sonucundaki yoğunluğun 1225 °C , 5 ve 10 °C/dak, 1 saatte yapılan

sinterlemelerden daha yüksek olduğu bulunmuştur. Her bir sinterleme işleminden sonra numunelerin % teorik yoğunlukları, steatit tozunun yoğunluğu $2,9 \text{ gr/cm}^3$ alınarak (Bkz. Çizelge 4.2) Eşitlik 5.3'e göre hesaplanmıştır. Buna göre en yüksek % teorik yoğunluk değerine $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 3 saat beklemede ulaşıldığı görülmüştür.

Eğme numunelerinde (Bkz. Çizelge 5.5 ve Şekil 5.4) 1175°C 'de 10°C/dak hızı kullanmak 5°C/dak 'dan daha iyi yoğunluk değerleri elde etmemizi sağlamıştır. 1225 ve $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ 'lerde ise 5°C/dak hızı kullanmak yoğunluk üzerinde 10°C/dak hızdan daha iyi neticeler elde edilmesini sağlamıştır. 1175 , 1225 ve $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ 'lerde 5 ve 10°C/dak hız kullanılarak yapılan deneylerde en iyi sonuç $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 1 saat beklemede bulunmuştur. Bu sonuçtan yola çıkılarak $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta, 5°C/dak hızda 2, 3 ve 4 saat beklemek suretiyle sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiş ve en iyi sonucun $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 4 saat beklemede olduğu bulunmuştur (Bkz. Çizelge 5.5 ve Şekil 5.5). $1325 \text{ }^\circ\text{C}$, 5°C/dak , 1 saatte yapılan sinterlemelerde malzemenin yüzeyinde pürüzlenmeler oluşmuş ve yoğunlukta düşme meydana gelmiştir. En yüksek % teorik yoğunluk değerine $1275 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 4 saat beklemede ulaşıldığı görülmüştür.

$$\% \text{ teorik yoğunluk} = (\text{Sinterlenmiş parça yoğunluğu} / 2,9) * 100 \quad [5.3]$$

Eğme ve çekme numunelerinin % büzülme oranlarının hesabında, numunelerin her birinin boyutları sinterlemeden önce ve sinterlemeden sonra dijital kumpas ile ölçülmüş,

$$\% \text{büzülme} = \left(\frac{b-a}{a} \right) * 100 \quad [5.4]$$

formülü ile % büzülme oranları hesaplanmıştır.

Burada,

a: Sinterleme öncesi ölçülen değer,

b: Sinterleme sonrası ölçülen değerdir.

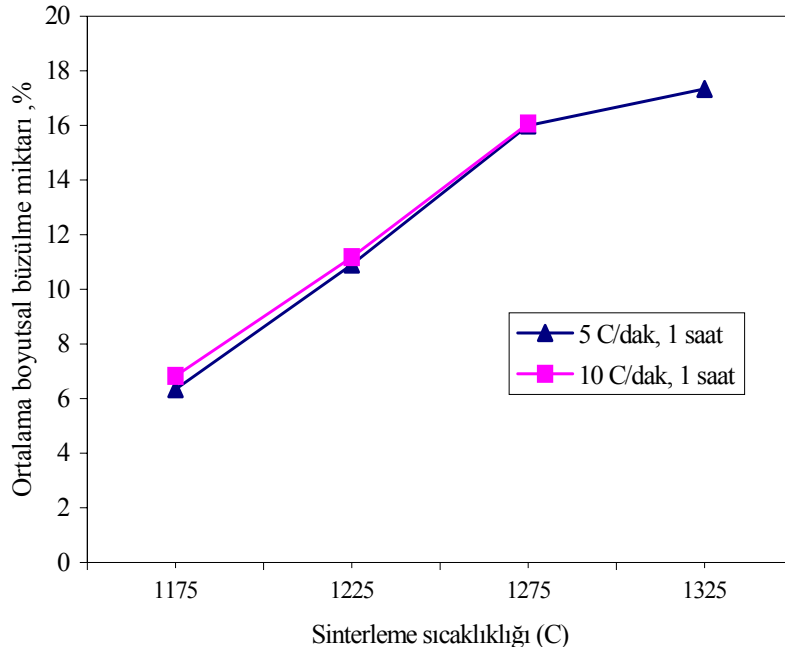
Ayrıca her bir sinterleme basamağındaki ortalama % büzülme miktarları boyutsal ve hacimsel olarak hesaplanmış ve çekme numuneleri için Çizelge 5.6'da, eğme numuneleri için ise Çizelge 5.7'de verilmiştir.

Ortalama boyutsal ve hacimsel büzülme değerleri göz önünde bulundurulduğunda, çekme numunelerinde (Bkz. Çizelge 5.6 ve Şekil 5.6) 1175, 1225 ve 1275 °C 'lerde 10 °C/dak hızı kullanmak 5 °C/dak'dan daha büyük % büzülme değerleri elde edilmesine neden olmuştur. 1175, 1225 ve 1275 °C'lerde 5 ve 10°C/dak hız kullanılarak yapılan deneylerde en büyük değer 1275 °C sıcaklıkta, 10°C/dak hızda, 1 saat bekleme için hesaplanmıştır. 1275°C sıcaklıkta, 5 °C/dak hızda 2, 3 ve 4 saat beklemek suretiyle sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiş ve en büyük değer 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 3 saat beklemede olduğu bulunmuştur (Bkz. Çizelge 5.6 ve Şekil 5.7) . 1325 °C, 5 °C /dak, 1 saatte yapılan sinterlemelerde malzemenin yüzeyinde pürüzlenmeler oluşmuş ve % büzülme miktarında düşme meydana gelmiştir.

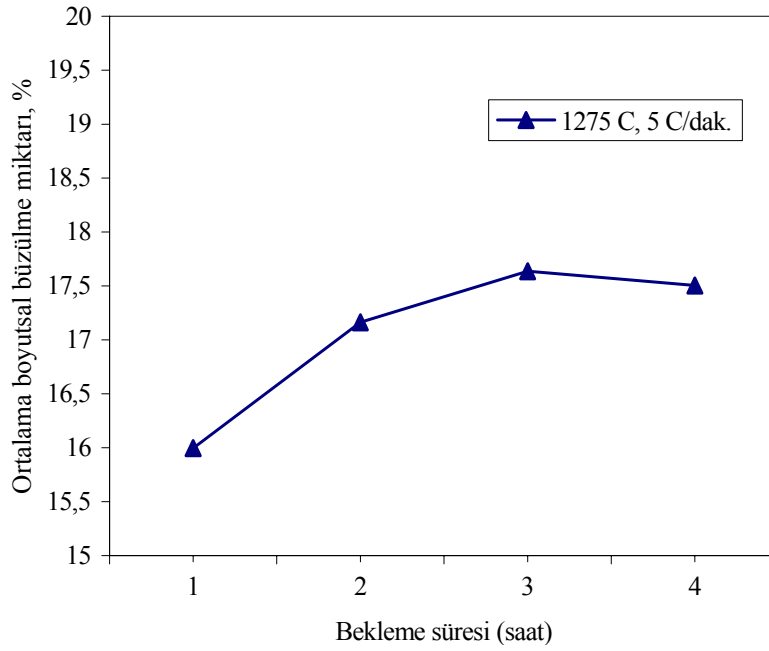
Ortalama boyutsal ve hacimsel büzülme değerleri göz önünde bulundurulduğunda, eğme numunelerinde (Bkz. Çizelge 5.7 ve Şekil 5.8) 1175'de 10 °C/dak hızı kullanmak 5 °C/dak'dan daha büyük % büzülme değerleri elde edilmesine neden olmuştur. 1225 ve 1275 °C'lerde ise 5 °C/dak hızı kullanmak % büzülme üzerinde 10 °C/dak hızdan daha büyük neticeler elde edilmesini sağlamıştır. 1175, 1225 ve 1275 °C'lerde 5 ve 10°C/dak hız kullanılarak yapılan deneylerde en büyük değer 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 1 saat beklemede bulunmuştur. 1275 °C sıcaklıkta, 5 °C/dak hızda 2, 3 ve 4 saat beklemek suretiyle sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiş ve büyük değer 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 4 saat beklemede olduğu bulunmuştur (Bkz. Çizelge 5.7 ve Şekil 5.9). 1325 °C, 5 °C /dak, 1 saatte yapılan sinterlemelerde malzemenin yüzeyinde pürüzlenmeler oluşmuş ve % büzülme miktarında düşme meydana gelmiştir.

Çizelge 5.6. Çekme numuneleri için % büzülme değerleri

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Hız (°C/dak.)	Bekleme (saat)	% teorik yoğunluk	Ölçülen boyutsal büzülme değerleri, %		Ortalama büzülme miktarı, %		Standart sapma
						Boyutsal	Hacimsel	
1175	5	1	70,069	6,089	5,822	6,341	17,842	0,336
				6,018	6,408			
				6,692	6,667			
				6,404	6,794			
				6,179				
1225	5	1	75,241	10,374	10,768	10,903	29,272	0,502
				10,409	10,282			
				11,400	11,264			
				11,223	11,503			
1275	5	1	90,207	15,290	15,124	15,996	40,721	0,688
				15,152	15,868			
				16,801	16,793			
				16,273	16,391			
				16,271	15,124			
1325	5	1	92,103	17,85	17,59	17,337	43,514	0,478
				16,77	17,14			
1175	10	1	81,414	6,361	6,857	6,828	19,117	0,551
				6,153	6,317			
				7,591	7,306			
				7,416	6,626			
1225	10	1	78,310	10,531	11,127	11,176	29,920	0,651
				10,672	10,270			
				11,436	12,366			
				10,746	11,115			
				11,778	11,716			
1275	10	1	86,138	14,745	14,805	16,072	40,881	0,931
				15,996	15,869			
				17,291	17,037			
				16,457	16,373			
1275	5	2	95,276	17,134	16,730	17,163	43,157	0,370
				16,510	17,342			
				17,338	17,664			
				17,305	17,277			
1275	5	3	95,966	17,458	17,782	17,636	44,125	0,248
				17,069	17,635			
				17,242	17,692			
				17,657	17,447			
				17,248	17,775			
1275	5	4	95,655	18,008	17,928	17,505	43,858	0,378
				17,709	17,771			
				17,780	17,418			
				16,809	17,671			



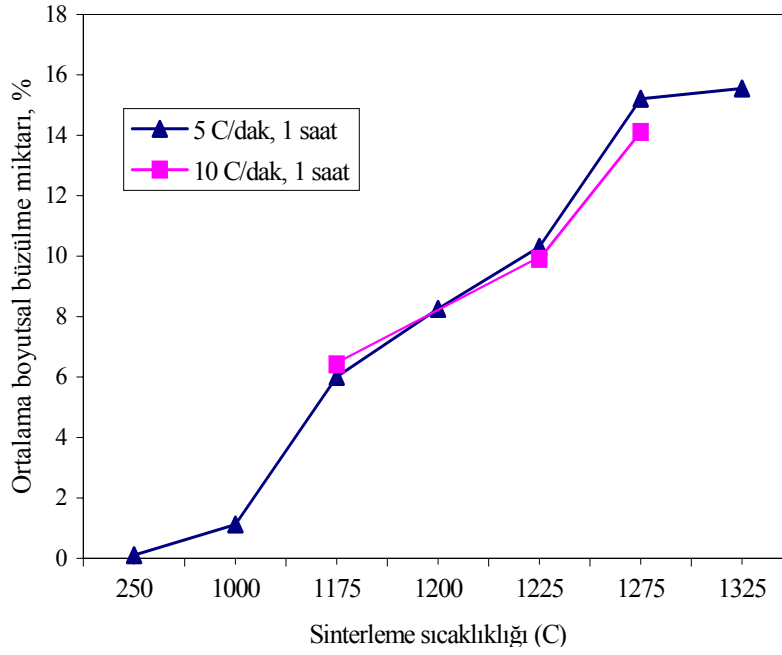
Şekil 5.6. Çekme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki



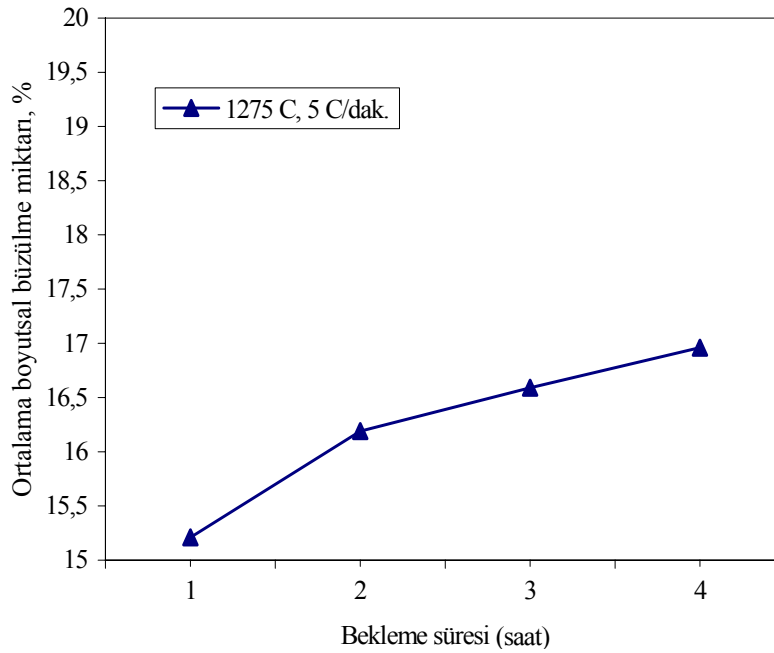
Şekil 5.7. Çekme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki

Çizelge 5.7. Eğme numuneleri için % büzülme değerleri

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Hız (°C/dak.)	Bekleme (saat)	% teorik yoğunluk	Ölçülen boyutsal büzülme değerleri,%		Ortalama büzülme miktarı,%		Standart sapma
						Boyutsal	Hacimsel	
250	5	1	54,931	0,103		0,103	0,308	-
1000	5	1	55,483	1,118		1,118	3,316	-
1175	5	1	63,862	6,167	6,123	6,004	16,952	0,299
				6,041	6,210			
				5,480				
1200	5	1	68,621	8,256		8,256	22,779	-
1225	5	1	74,276	9,834	11,172	10,31	27,850	0,562
				9,774	10,356			
				10,395				
1275	5	1	87,897	14,780	15,306	15,21	39,041	0,405
				15,026	15,724			
1325	5	1	90,517	14,899	16,202	15,55	39,771	0,921
1175	10	1	65,379	6,363	6,314	6,418	18,044	0,438
				6,046	7,172			
				6,198				
1225	10	1	72,931	9,343	10,178	9,906	26,871	0,563
				9,254	10,453			
				10,301				
1275	10	1	83,897	14,171	13,781	14,11	36,638	0,238
				14,088	14,044			
				14,442				
1275	5	2	90,552	16,123	16,291	16,19	41,130	0,230
				15,915	16,452			
1275	5	3	92,069	16,193	16,605	16,59	41,969	0,320
				16,596	16,977			
1275	5	4	92,793	16,772	17,059	16,96	42,738	0,239
				16,763	17,257			



Şekil 5.8. Eğme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki



Şekil 5.9. Eğme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile % ortalama boyutsal büzülme miktarı arasındaki ilişki

Yapılan çalışmalarda bulunan % büzülme değerleri, literatürde seramikler için verilen yaklaşık % 20 büzülme oranı ile uyum içerisindedir.

5.4. Çekme Deneyleri

Çekme deneyleri GİMBAM’da bulunan Schimadzu marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Resim 5.5’te cihazın resmi görülmektedir. Cihazda alt ve üst tarafı makineye bağlanıp-sökülebilen 2’şer adet oynar çene mevcuttur. Çenelerin arasına malzemenin deney esnasında kaymasını ve kırılmasını önlemek için bir tarafı “cırtlı” yapışkan bantlar konulmuştur. Cihaz bilgisayar kontrollü olup 5 kN kapasitesindedir.

Deney, kafa hızı sabit olarak 0,5 mm/dakika seçilip yükü artırmak suretiyle TS ISO 15490 numaralı standart esas alınarak yapılmıştır (75). Çekme deneyi sonucunda elde edilen mukavemet değerleri Çizelge 5.8’de görülmektedir.



Resim 5.5. Çekme deney cihazı

Çekme mukavemetinin hesaplanmasında,

$$\sigma_{\epsilon} = \frac{F_{\epsilon}}{A} \quad [5.5]$$

formülü kullanılmıştır. Burada,

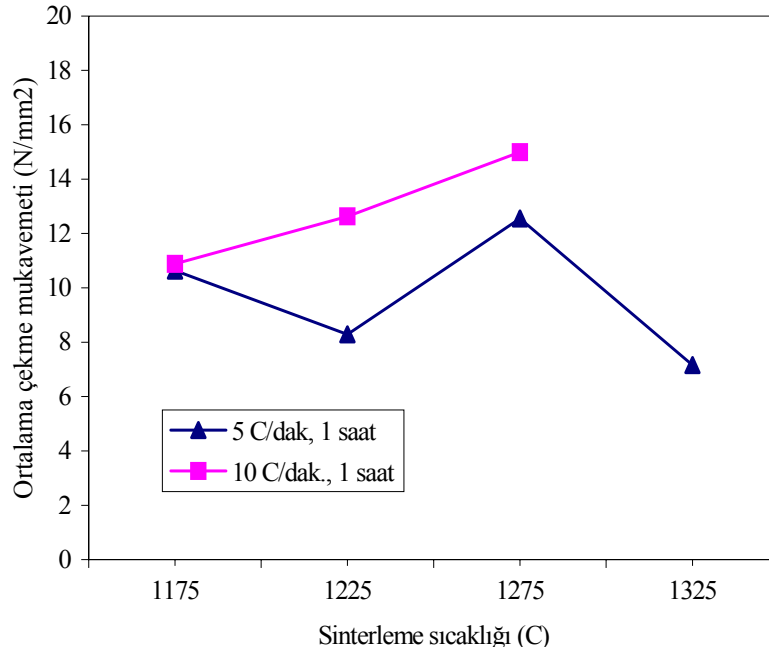
σ_c : Çekme mukavemeti,

F_c : En büyük çekme yükü,

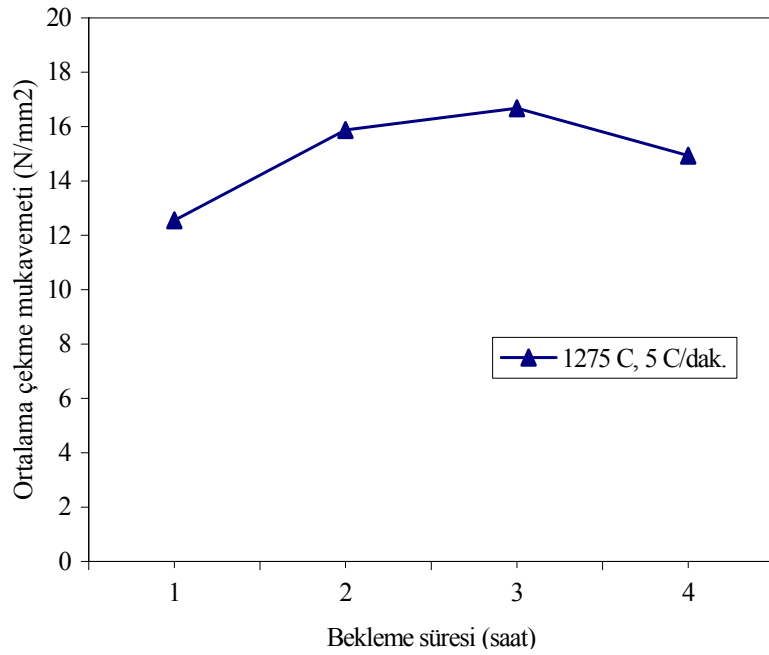
A : En kesit alanını temsil etmektedir.

Çizelge 5.8. Çekme mukavemet değerleri

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Hız (°C/dak.)	Bekleme (saat)	% teorik yoğunluk	Ölçülen çekme mukavemeti değerleri (N/mm ²)		Ortalama çekme mukavemeti (N/mm ²)	Standart sapma
1175	5	1	70,069	18,91	8,56	10,636	5,971
				17,46	7,52		
				6,02	5,35		
1225	5	1	75,241	10,93	5,60	8,288	2,085
				9,71	7,94		
				7,26	10,246		
1275	5	1	90,207	10,29	12,02	12,551	2,335
				12,19	12,39		
				14,02	15,55		
				15,20	8,75		
1325	5	1	92,103	6,42	7,43	7,156	0,645
				7,62			
1175	10	1	81,414	9,52	6,74	10,883	5,894
				5,77	8,11		
				6,44	14,34		
				23,33	12,82		
1225	10	1	78,310	16,67	10,25	12,627	5,556
				10,23	7,64		
				23,91	12,40		
				6,65	13,27		
1275	10	1	86,138	9,45	9,76	14,922	6,039
				20,23	12,74		
				22,43			
1275	5	2	95,276	12,63	21,32	15,875	5,502
				10,67	15,02		
				20,35	13,18		
				9,35	24,48		
1275	5	3	95,966	19,73	10,54	16,675	8,607
				23,51	12,07		
				31,77	9,98		
				9,13			
1275	5	4	95,655	20,59	9,49	14,934	6,335
				26,08	15,60		
				11,62	12,26		
				8,90			



Şekil 5.10. Çekme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile ortalama çekme mukavemeti arasındaki ilişki



Şekil 5.11. Çekme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile ortalama çekme mukavemeti arasındaki ilişki

Ortalama çekme mukavemet değerleri göz önünde bulundurulduğunda, çekme numunelerinde (Bkz. Çizelge 5.8 ve Şekil 5.10) 1175, 1225 ve 1275 °C’lerde 10 °C/dak hızı kullanmak 5 °C/dak’dan daha iyi çekme mukavemeti elde etmemizi sağlamıştır. 1175, 1225 ve 1275 °C’lerde 5 ve 10°C/dak hız kullanılarak yapılan deneylerde en iyi sonuç 1275 °C sıcaklıkta, 10°C/dak hızda, 1 saat beklemede bulunmuştur. 1275°C sıcaklıkta, 5 °C /dak hızda 2, 3 ve 4 saat beklemek suretiyle sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiş ve en iyi sonucun 1275 °C sıcaklıkta , 5°C/dak hızda, 3 saat beklemede olduğu bulunmuştur (Bkz. Çizelge 5.8 ve Şekil 5.11). Çekme mukavemetinin maksimum olduğu değerde yoğunluk ve % büzülme en yüksektir (Bkz. Çizelge 5.4 ve 5.6). 1275 °C sıcaklıkta , 5°C/dak hızda, 4 saat beklemek suretiyle yapılan sinterlemede elde edilen mukavemet değeri 1275 °C sıcaklıkta , 5°C/dak hızda, 3 saat beklemek suretiyle elde edilen mukavemet değerinden daha düşük çıkmıştır. Nitekim bu basamakta yoğunluk da daha düşüktür (Bkz. Çizelge 5.4). 1325 °C , 5 °C/dak, 1 saatte yapılan sinterlemelerde malzemenin yüzeyinde pürüzlenmeler oluşmuş ve çekme mukavemeti diğer basamaklardan en düşük olarak bulunmuştur.

Bu sonuçlardan yoğunluğun ve % büzülme miktarının maksimum olduğu durumda (1275 °C sıcaklık, 5°C/dak hız, 3 saat bekleme) çekme mukavemetinin de maksimum olduğu sonucu çıkarılmıştır. Yapılan deneylerde maksimum çekme mukavemeti 31,77 N/mm² olarak elde edilmiştir.

5.5. Üç Noktalı Eğme Deneyleri

Eğme deneyleri, çekme deneylerinin yapıldığı cihazda yapılmıştır. Alt ve üst çeneler sökülüp yerlerine destek silindirleri bağlanmıştır. Destek silindirleri üstte 4 mm çapında 30,5 mm boyunda 1 adet, altta 5 mm çapında ve 30,5 mm boyunda 2 adet olmak üzere toplam 3 adettir. Resim 5.6’da üç noktalı eğme deney cihazı görülmektedir.

Deney, kafa hızı sabit olarak 0,5 mm/dakika seçilip yükü artırmak suretiyle TS ENV 12789 nolu standart esas alınarak yapılmıştır (76). Alt destek silindirlerinin

arasındaki mesafe 40 mm olarak sabitlenmiştir. Eğme deneyi sonucunda elde edilen maksimum eğme mukavemet değerleri Çizelge 5.9’de görülmektedir.



Resim 5.6. Üç noktalı eğme deney cihazı

Eğme mukavemetinin hesaplanmasında,

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2}$$

[5.6]

formülü kullanılmıştır.

Burada,

σ_f : Üç noktalı eğme mukavemeti,

F : En büyük eğme yükü,

L : Dış açıklık (40 mm),

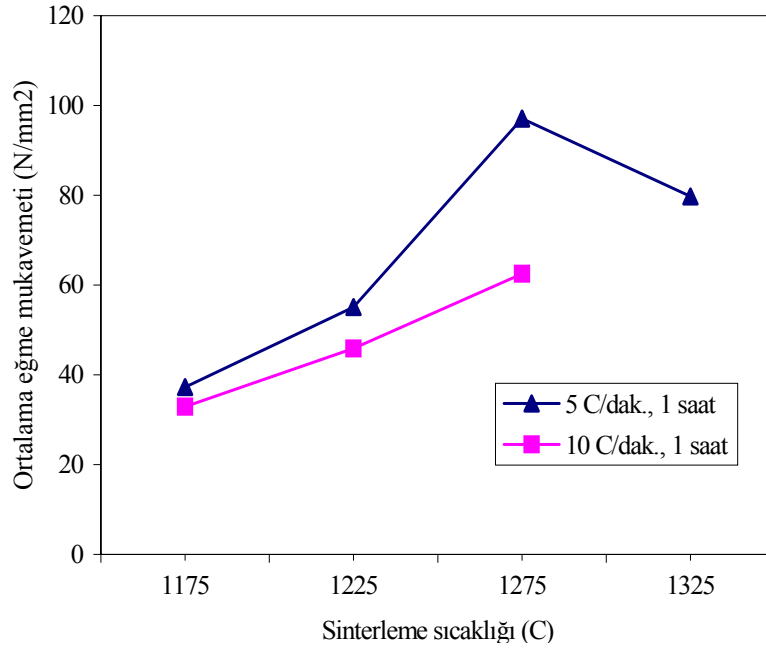
b : Numune genişliği,

h : Numune kalınlığıdır.

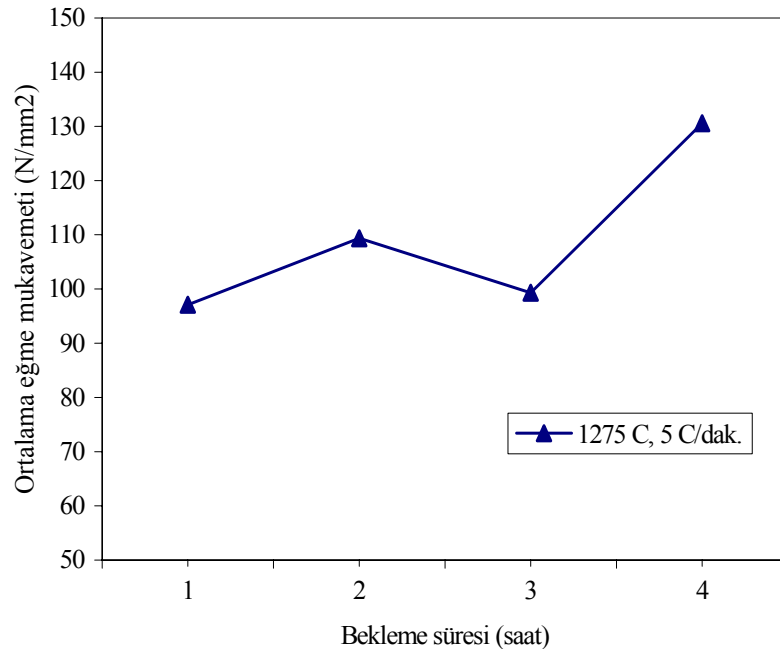
Çizelge 5.9. Üç noktalı eğme mukavemet değerleri

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Hız (°C /dak.)	Bekleme (saat)	% teorik yoğunluk	Ölçülen eğme mukavemeti değerleri (N/mm ²)		Ortalama eğme mukavemeti (N/mm ²)	Standart sapma
1175	5	1	63,862	48,78	39,72	37,26	8,871
				28,09	41,21		
				28,52			
1225	5	1	74,276	66,46	74,08	55,09	19,259
				48,95	30,90		
1275	5	1	87,897	91,42	114,36	97,09	11,526
				91,97	90,61		
1325	5	1	90,517	81,34	78,15	79,74	2,255
1175	10	1	65,379	8,29	30,90	32,92	18,454
				51,53	40,96		
1225	10	1	72,391	52,23	51,50	45,87	7,339
				48,57	34,77		
				42,29			
1275	10	1	83,897	41,68	41,47	62,52	24,220
				81,94	85		
1275	5	2	90,552	107,56	115,05	109,36	10,076
				95,99	118,86		
1275	5	3	92,069	95,74	99,95	99,3	15,174
				119,11	82,41		
1275	5	4	92,793	132,11	136,63	130,58	4,776
				126,14	127,45		

Ortalama eğme mukavemet değerleri göz önünde bulundurulduğunda, eğme numunelerinde (Bkz. Çizelge 5.9 ve Şekil 5.12) 1175, 1225 ve 1275 °C’lerde 5 °C/dak hızı kullanmak eğme mukavemeti üzerinde 10 °C/dak hızdan daha iyi neticeler elde edilmesini sağlamıştır. 1175, 1225 ve 1275 °C’lerde 5 ve 10°C/dak hız kullanılarak yapılan deneylerde en iyi sonuç 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 1 saat beklemede bulunmuştur. 1275 °C sıcaklıkta, 5 °C/dak hızda 2, 3 ve 4 saat beklemek suretiyle sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiş ve en iyi sonucun 1275 °C sıcaklıkta, 5°C/dak hızda, 4 saat beklemede olduğu bulunmuştur (Bkz. Çizelge 5.9 ve Şekil 5.13). Eğme mukavemetinin maksimum olduğu değerde yoğunluk ve % büzülme en yüksektir (Bkz. Çizelge 5.5 ve 5.7). 1325 °C, 5 °C/dak, 1 saatte yapılan sinterlemelerde malzemenin yüzeyinde pürüzlenmeler oluşmuş ve eğme mukavemetinde düşme meydana gelmiştir.



Şekil 5.12. Eğme numuneleri için, sinterleme hızına bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ile ortalama eğme mukavemeti arasındaki ilişki



Şekil 5.13. Eğme numuneleri için, aynı sinterleme sıcaklığında, bekleme süresi ile ortalama eğme mukavemeti arasındaki ilişki

Bu sonuçlardan yoğunluğun ve % bzlme miktarının maksimum olduėu durumda (1275 °C sıcaklık , 5°C /dak hız, 4 saat bekleme) eėme mukavemetinin de maksimum olduėu grlmřtr. Bu durumda elde edilen 136,63 N/mm² maksimum eėme mukavemet deėeri ile literatrde C221 steatit tozu iin verilen 124 N/mm² deėerine ulařılmıřtır.

5.6. Kırık Yzey İncelemesi

GİMBAM’da bulunan JEOL JSM-6360 LV markalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak malzemelerin grntleri alınmıřtır. Resim 5.7’de SEM’in resmi grlmektedir. Numunelerin incelenecek yzeyleri, mikroskopta grntleri alınmadan nce altın ile kaplanmıřtır. Kaplama cihazı Resim 5.8’de grlmektedir.



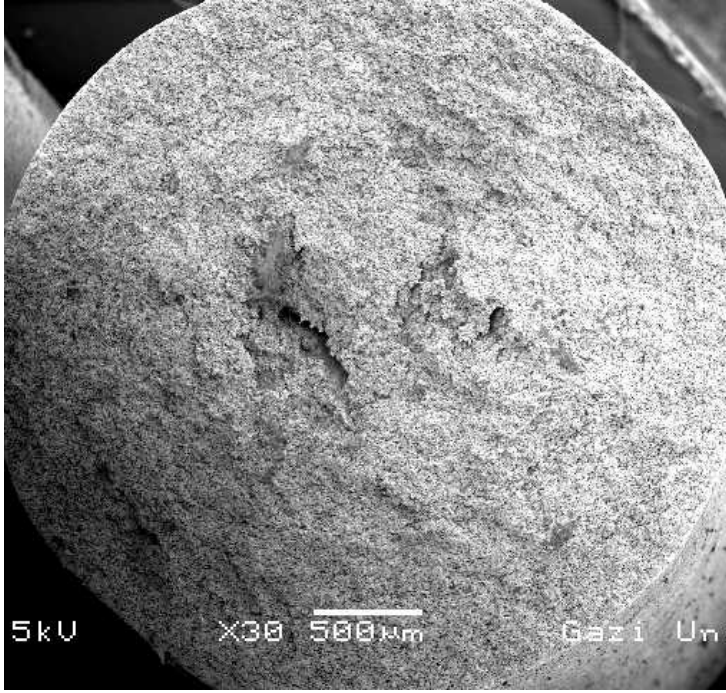
Resim 5.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)



Resim 5.8. Altın kaplama cihazı

Mikroskopik incelemelerde, küçük ebatlardaki çekme numunelerinden her bir sıcaklık için maksimum ve minimum çekme mukavemet değerlerine sahip olanlar ele alınmıştır. Malzemelerin çekme deneyi sırasında kırılan yüzeylerinin görüntüleri alınmıştır.

Herbir sinterleme işleminden sonra elde edilen görüntüler aynı sayfada verilmek suretiyle maksimum ve minimum mukavemete sahip numunelerin iç yapıları hakkında karşılaştırma yapılabilmesi amaçlanmıştır.



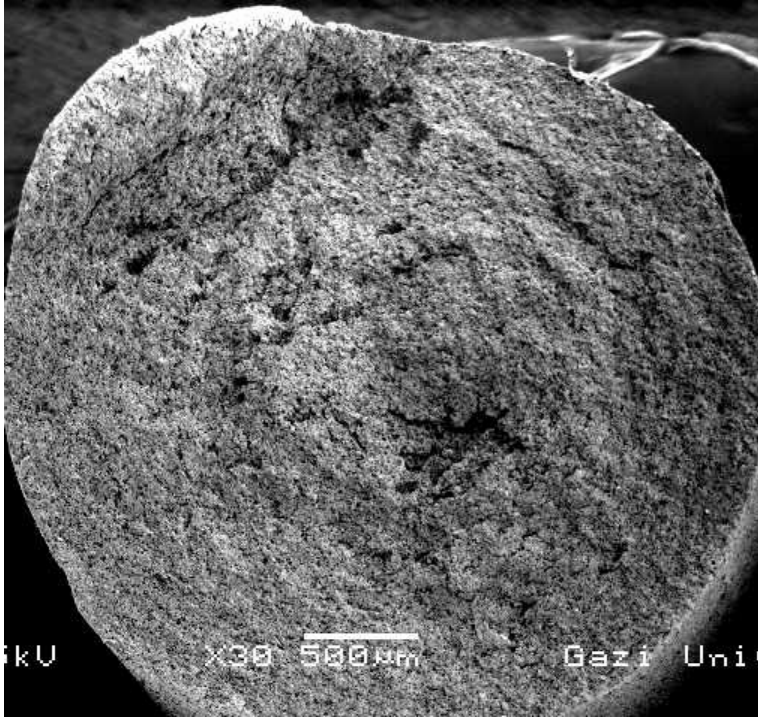
σ_c : 6,02 N/mm²



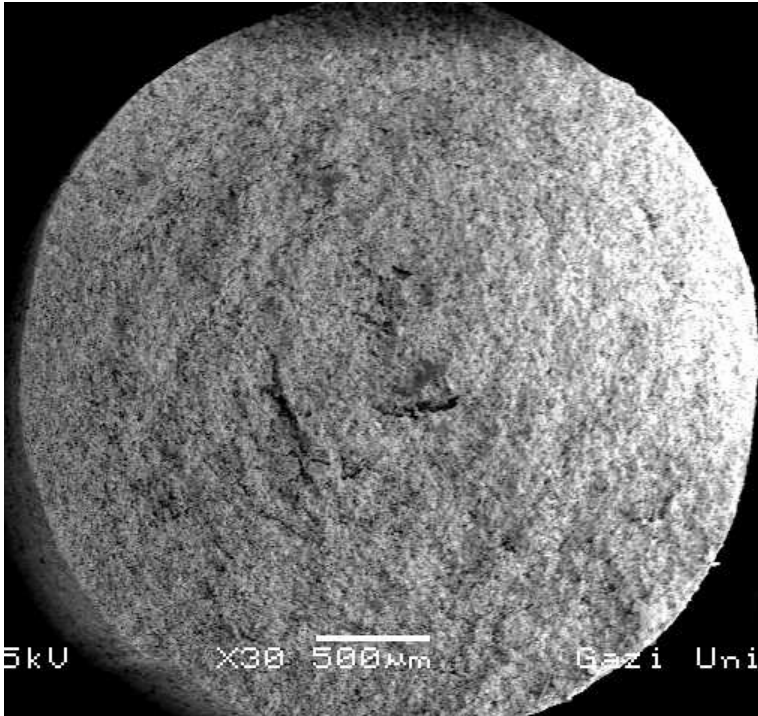
σ_c : 18,91 N/mm²

a) Sıcaklık : 1175 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 1 saat

Resim 5.9. Herbir sinterleme durumu için maksimum ve minimum çekme mukavemetine sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri



σ_c : 5,77 N/mm²



σ_c : 23,33 N/mm²

b) Sıcaklık : 1175 °C - Hız : 10 °C/dak. - Bekleme: 1 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



$\sigma_c: 10,246 \text{ N/mm}^2$



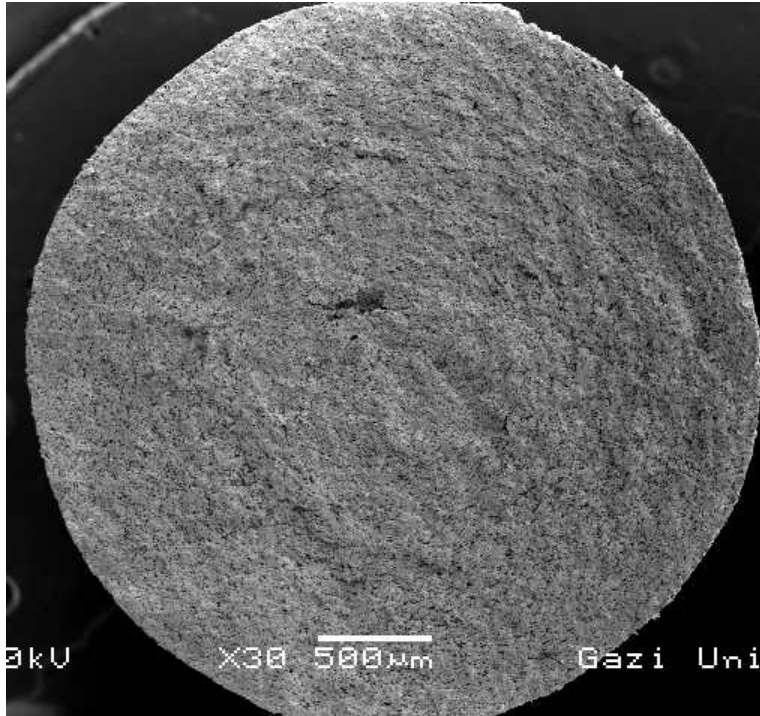
$\sigma_c: 10,93 \text{ N/mm}^2$

c) Sıcaklık : 1225°C - Hız : 5°C/dak. - Bekleme: 1 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



$$\sigma_c: 6,65 \text{ N/mm}^2$$



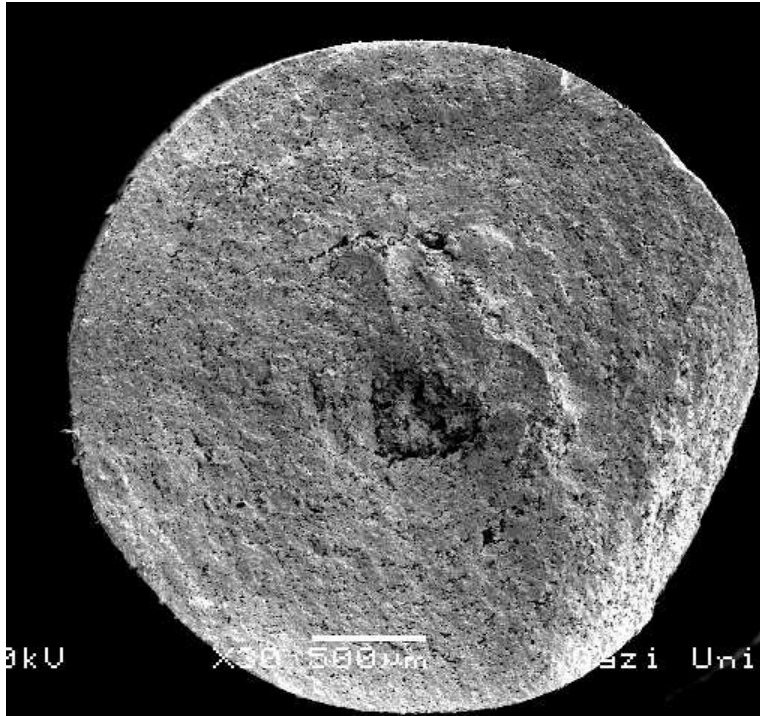
$$\sigma_c: 23,91 \text{ N/mm}^2$$

d) Sıcaklık : 1225 °C - Hız : 10 °C/dak. - Bekleme: 1 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



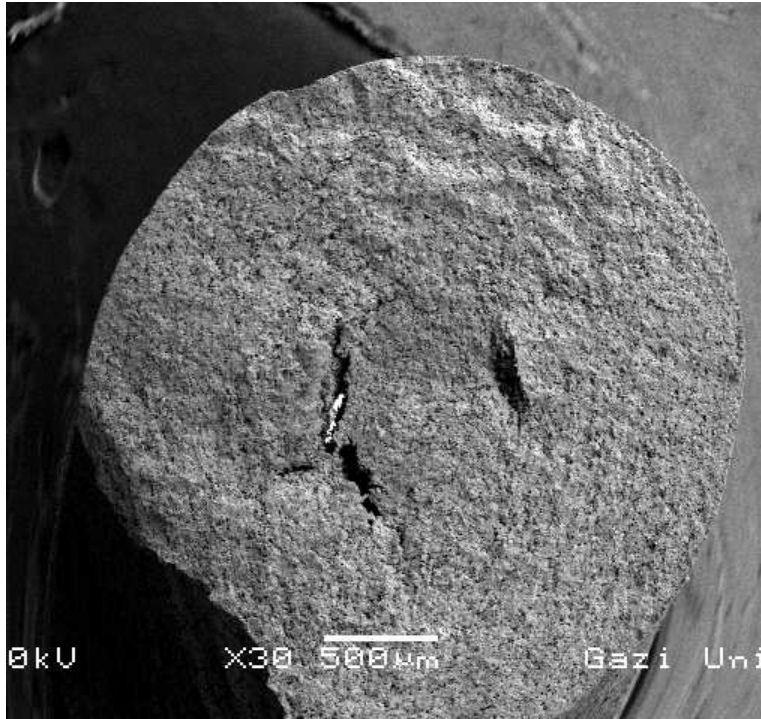
σ_c : 10,29 N/mm²



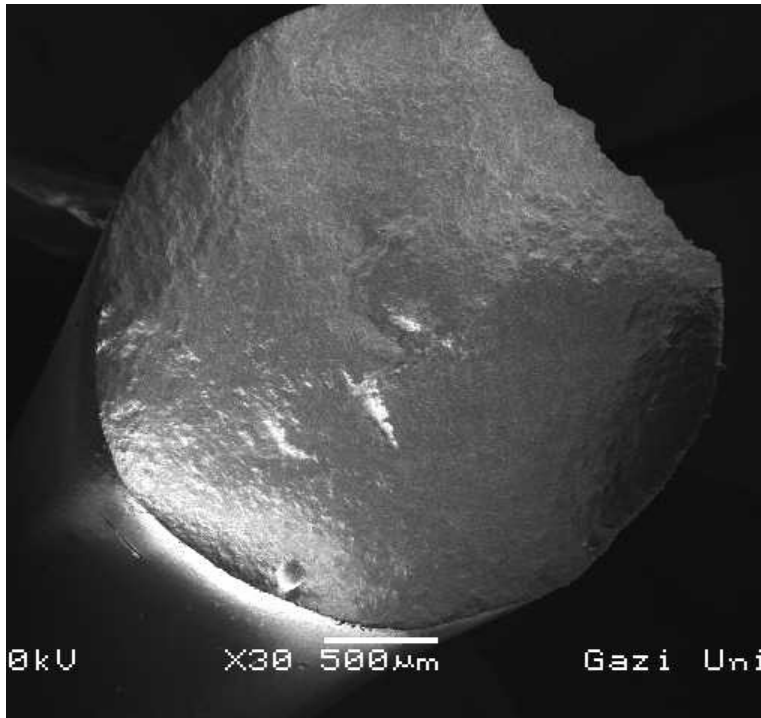
σ_c : 15,20 N/mm²

e) Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 1 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



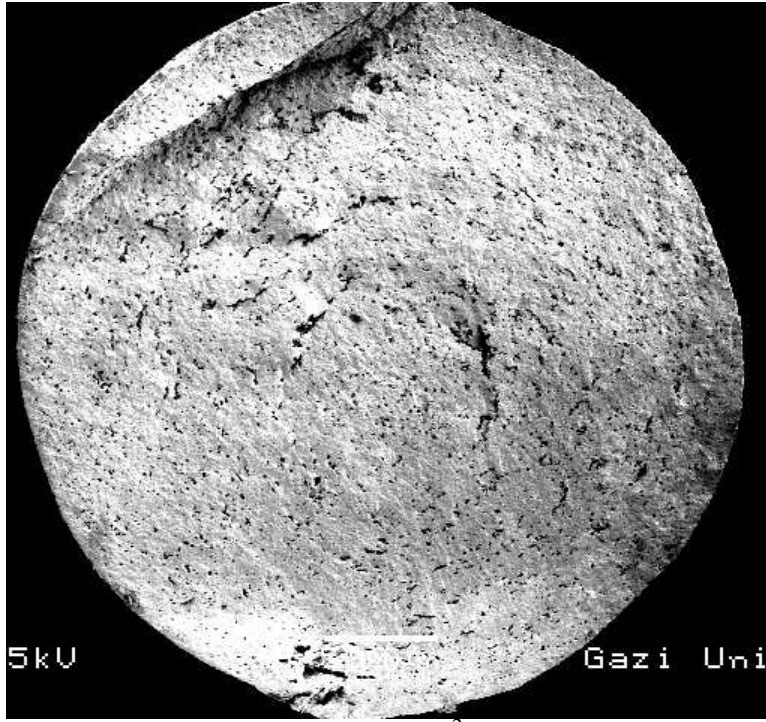
σ_c : 9,45 N/mm²



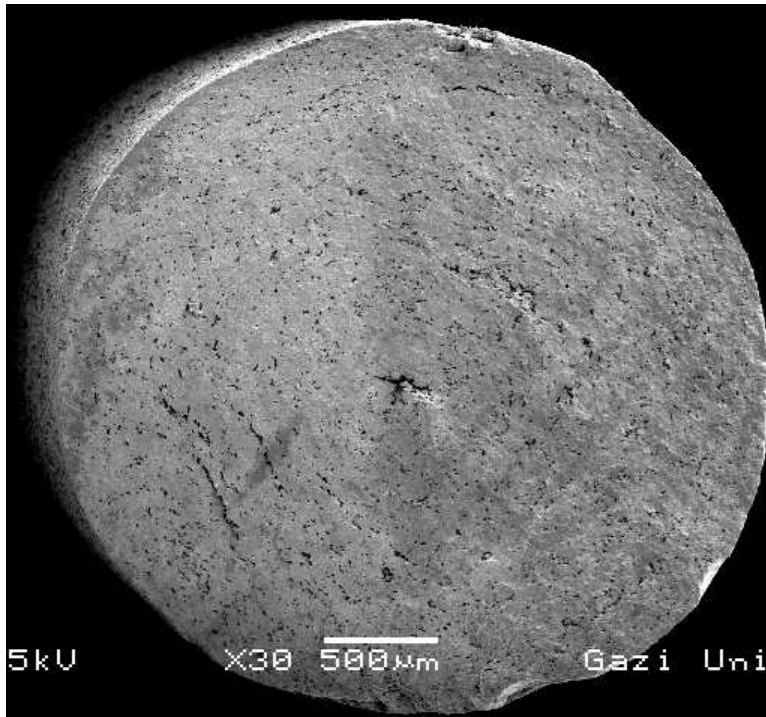
σ_c : 20,23 N/mm²

Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 10 °C/dak. - Bekleme: 1 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



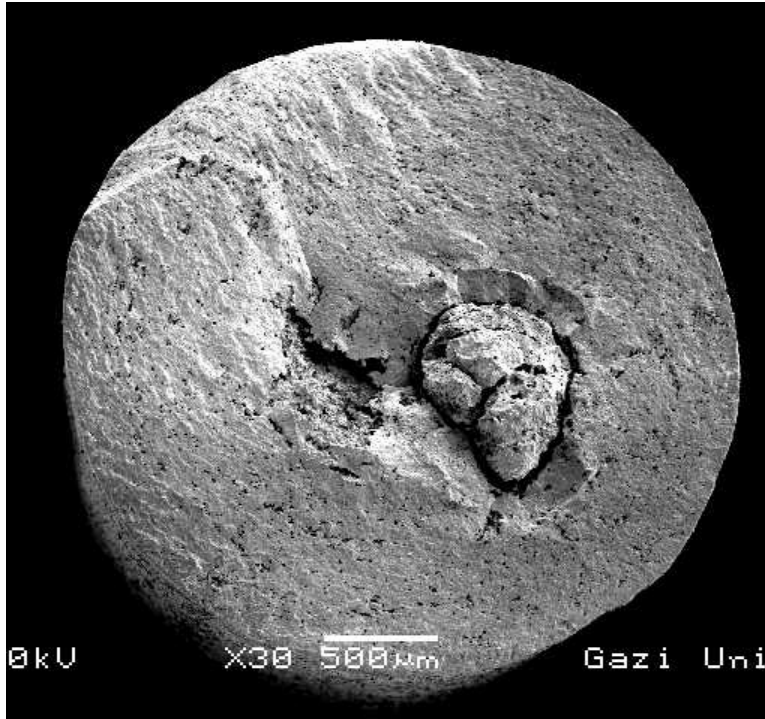
$\sigma_c: 9,35 \text{ N/mm}^2$



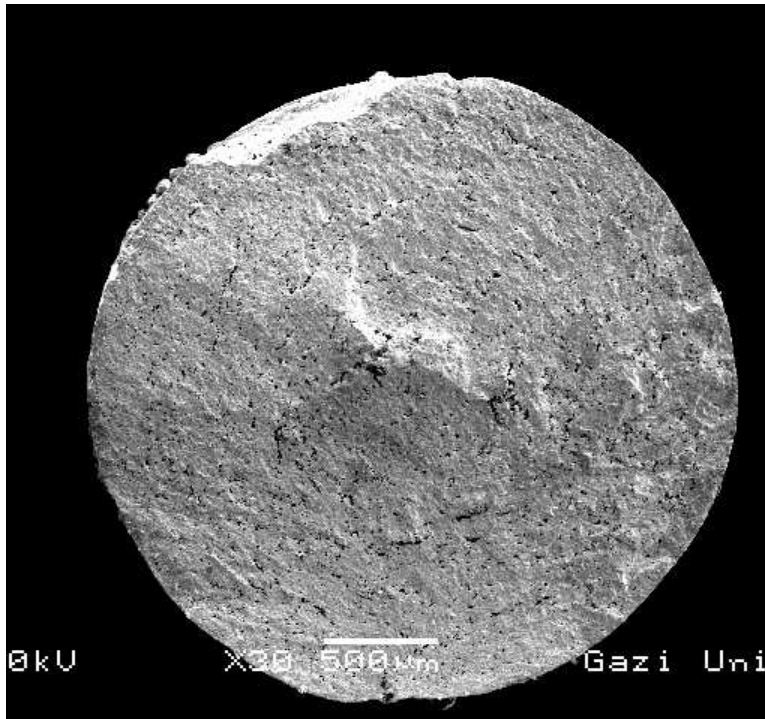
$\sigma_c: 20,35 \text{ N/mm}^2$

Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 2 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



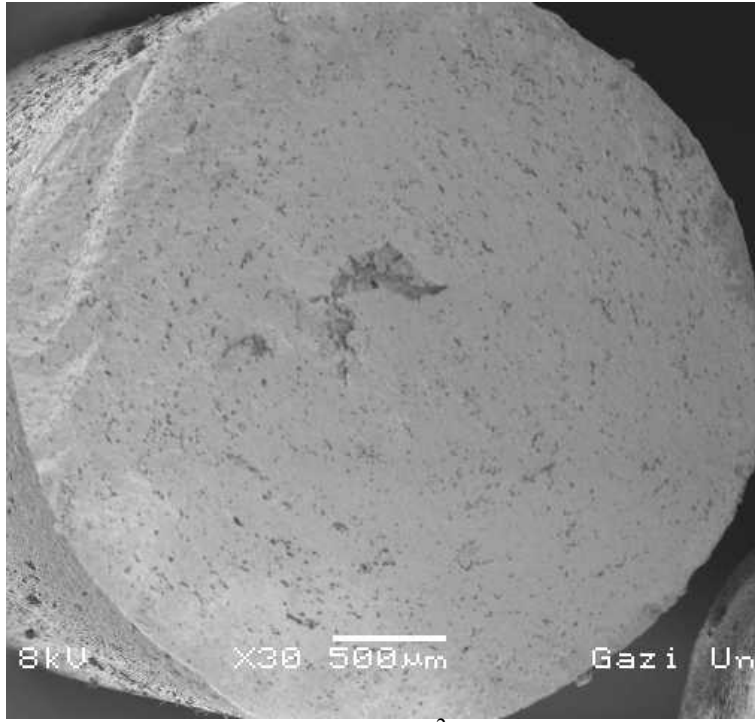
σ_c : 19,73 N/mm²



σ_c : 31,77 N/mm²

h) Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 3 saat

Resim 5.9. Devam ediyor



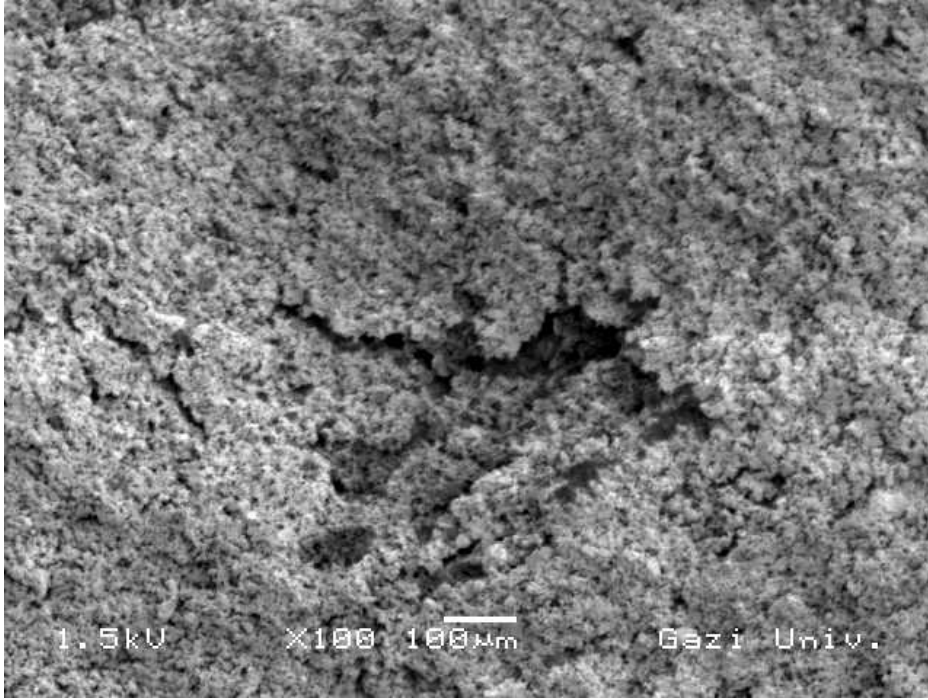
σ_c : 8,90 N/mm²



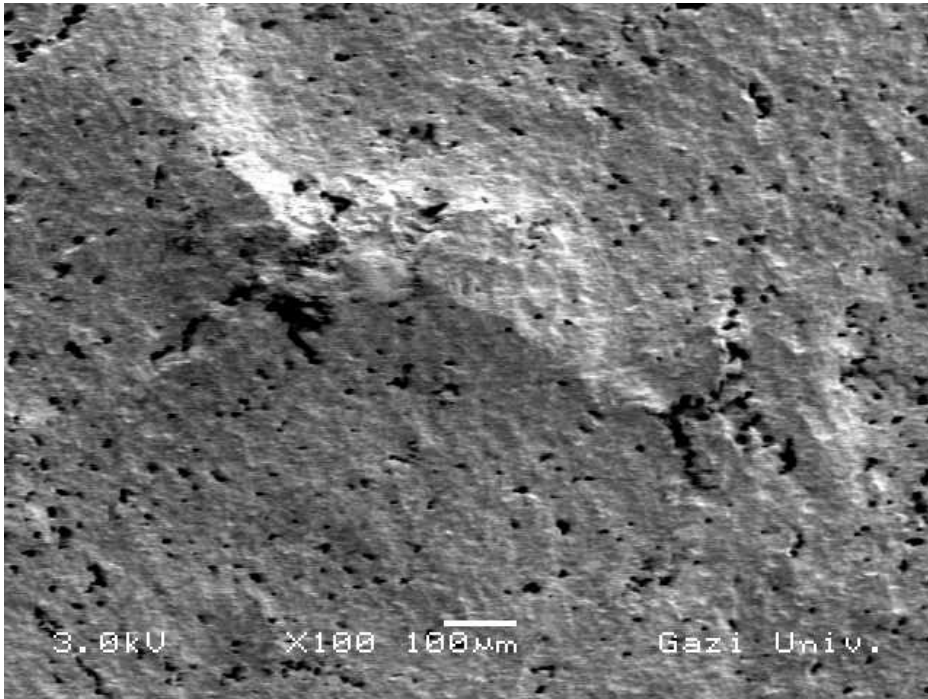
σ_c : 26,08 N/mm²

1) Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 4 saat

Resim 5.9. Devam ediyor

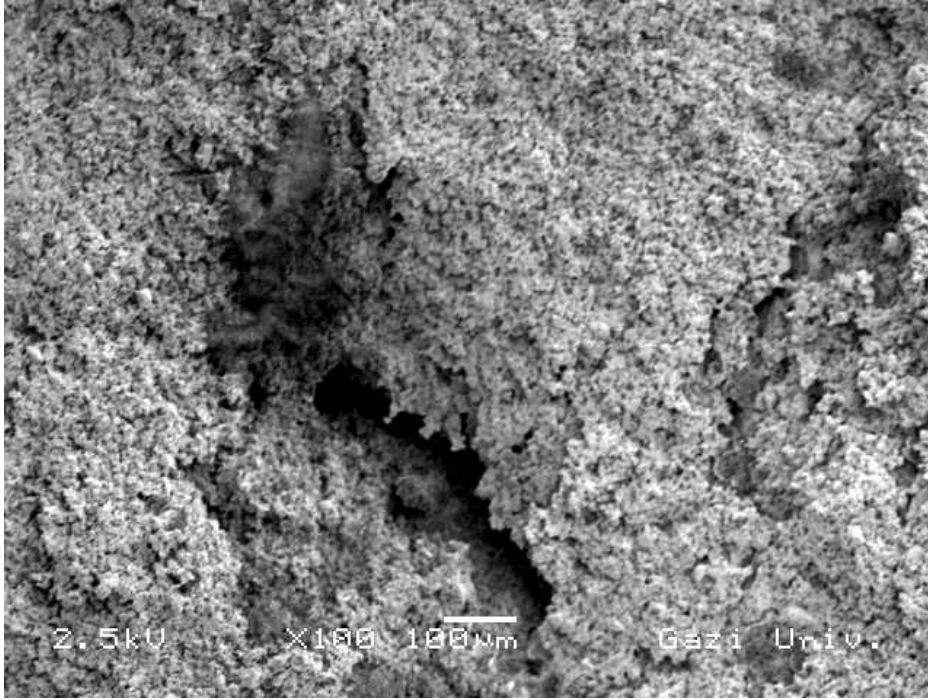


a) Sıcaklık : 1175 °C - Hız : 10 °C/dak. - Bekleme: 1 saat – σ_c : 5,77 N/mm²



b) Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 3 saat – σ_c : 31,77 N/mm²

Resim 5.10. İncelenen bütün sinterleme şartlarından maksimum ve minimum çekme mukavemetine sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri

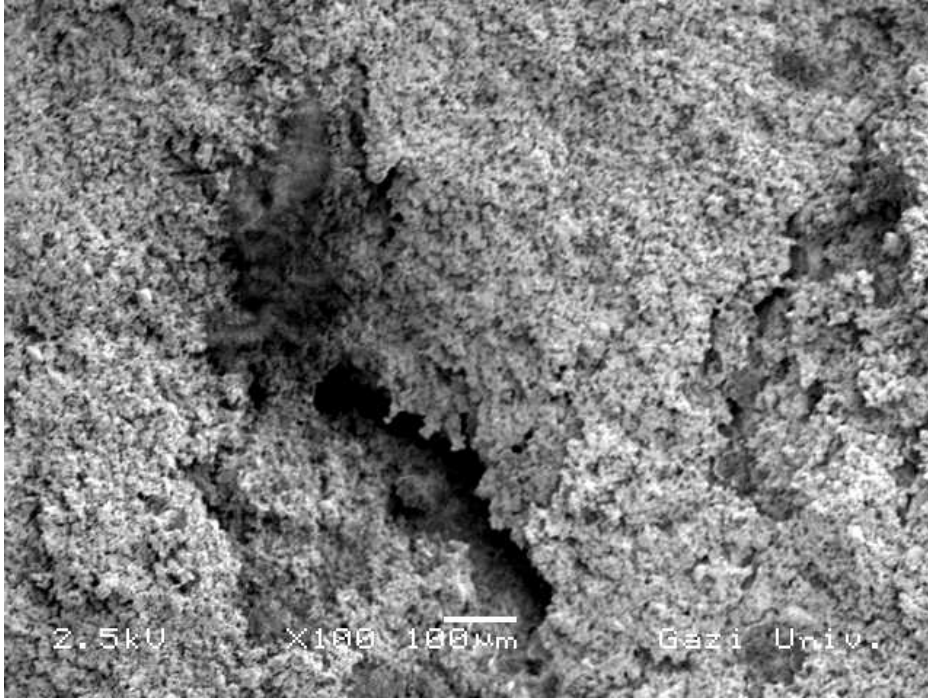


Sıcaklık : 1175 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 1 saat – yoğunluk: 1,88 g/cm³

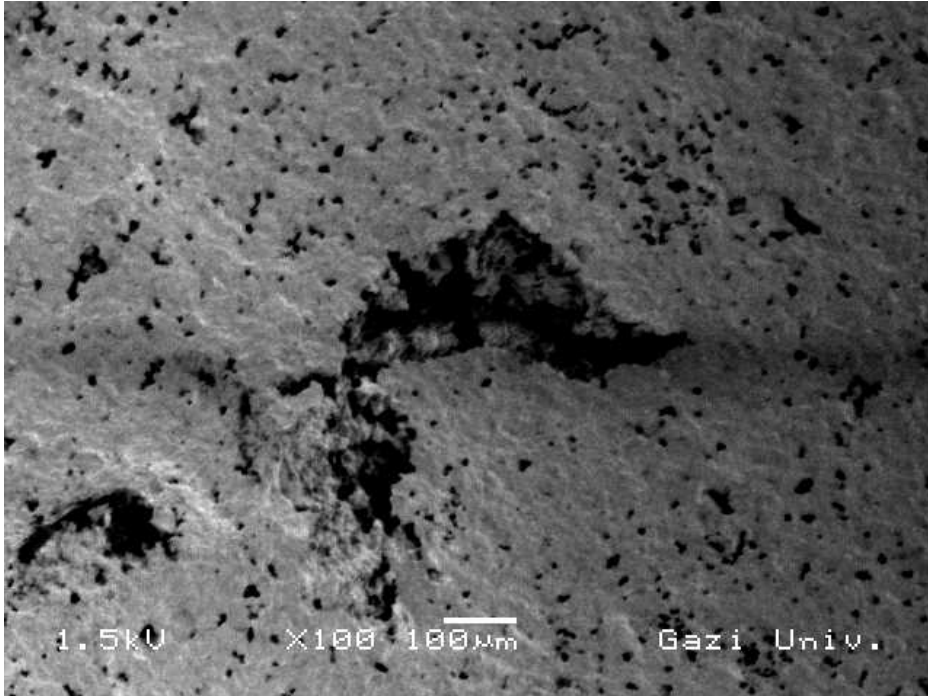


Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 3 saat – yoğunluk: 2,80 g/cm³

Resim 5.11. İncelenen bütün sinterleme şartlarından maksimum ve minimum yoğunluğa sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri



Sıcaklık : 1175 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 1 saat – % büzülme: 5,822



Sıcaklık : 1275 °C - Hız : 5 °C/dak. - Bekleme: 4 saat – % büzülme: 17,928

Resim 5.12. İncelenen bütün sinterleme şartlarından maksimum ve minimum büzülme oranına sahip numunelerin SEM'deki görüntüleri

Resim 5.9, 5.10, 5.11 ve 5.12’de görüldüğü gibi sinterleme basamaklarında maksimum çekme mukavemetine, maksimum yoğunluğa ve maksimum % büzülme oranına sahip numunelerin kırılan yüzeyleri minimum değere sahip olanlardan daha iyi homojen gözenek dağılımına sahiptirler. Buradan, yapı içerisinde homojen gözenek dağılımına sahip olan numunelerin yoğunluklarının daha fazla ve bunun sonucu olarak da mukavemetlerinin daha fazla olduğu sonucuna varılabilir.

5.7. Sonuç ve Öneriler

Farklı sinterleme sıcaklığı, ısıtma hızı ve bekleme değerleri kullanılarak yoğunluk, % büzülme oranı, çekme mukavemeti ve eğme mukavemet değerleri belirlenmiştir. Ele alınan sıcaklık değerlerinde kullanılan gerek ateş tuğlasının gerekse numunelerin göstermiş olduğu olumsuz davranışlar göz önünde bulundurularak incelemeler özellikle kritik değerler olan 1175, 1225 ve 1275 °C sıcaklık ile 5 ve 10 °C/dakika hızda yoğunlaştırılmıştır.

En yüksek yoğunluğun elde edildiği sinterleme basamaklarında en yüksek çekme ve eğme mukavemet değerleri ile en yüksek % büzülme oranları elde edilmiştir. Bu basamak değerleri çekme numuneleri için 1275 °C sıcaklık, 5 °C/dakika hız, 3 saat bekleme ve eğme numuneleri için 1275 °C sıcaklık, 5 °C/dakika hız, 4 saat bekleme şeklinde bulunmuştur.

Çekme numunelerinde 1275 °C sıcaklık, 5 °C/dakika hız, 3 saat bekleme neticesinde ortalama 2,783 gr/cm³ yoğunluğa, % 95,966 teorik yoğunluğa (Çizelge 4.2’de verilen steatit tozunun yoğunluğu (2,9 gr/cm³) esas alınarak hesaplanmıştır) ulaşılmıştır. Bu şartlarda ortalama % büzülme oranı boyutsal olarak 17,636, hacimsel olarak % 44,125 hesaplanmıştır. Çekme mukavemet değeri de maksimum 31,77 N/mm² bulunmuştur.

Eğme numunelerinde 1275 °C sıcaklık, 5 °C/dakika hız, 4 saat bekleme neticesinde ortalama 2,691 gr/cm³ yoğunluğa, % 92,793 teorik yoğunluğa (Çizelge 4.2’de verilen steatit tozunun yoğunluğu (2,9 gr/cm³) esas alınarak hesaplanmıştır) ulaşılmıştır. Bu

şartlarda ortalama % büzülme oranı boyutsal olarak 16,96, hacimsel olarak % 42,738 hesaplanmıştır. Eğme mukavemet değeri de maksimum 136,63 N/mm² bulunmuştur.

Böylelikle literatürde belirtilen 124 N/mm² eğme mukavemet değerine, 44 N/mm² çekme mukavemet değerine ve % 20 büzülme miktarına, %95,966 teorik yoğunluğa ulaşmış parçalar elde ederek oldukça yaklaşılmış, ideal sinterleme şartlarında ince numunelerin kalın numunelerden aynı sıcaklıklarda daha kısa sürede en yüksek mukavemete ulaştığı belirlenmiştir.

Yoğunlukları ve mukavemetleri daha fazla olan numunelerin SEM görüntülerinden yapılarındaki gözeneklerin daha homojen olduğu tespit edilmiştir.

Numunelerin aynı parametreler kullanılarak TEK’de üretilmesi, aynı şartlarda bağlayıcı giderme ve sinterleme işlemlerinin gerçekleştirilmesine rağmen aynı sinterleme durumlarında farklı çekme ve eğme mukavemet değerlerine sahip olmaları, enjeksiyonda kullanılan kalıp tasarımı ve bundan kaynaklanan malzeme akışı ile ilgili sorunların olabileceğini düşündürmektedir.

Bundan sonra, aynı kalıplar kullanılarak yapılacak farklı seramiklerin TEK ve sinterleme çalışmaları, sorunun nereden kaynaklandığı hakkında daha net sonuçlara ulaşılmasına katkı sağlayabilecektir.

KAYNAKLAR

1. Birbilen, M., Özyurt, H., “Türkiye’deki steatit teknolojisi”, Seramik Teknik Kongre Sergi, *T.M.M.O.B. Kimya Mühendisleri Odası*, İstanbul, 243-253 (1987).
2. Pilsek, J., W., “About soapstone”, *XSA.Pty.Ltd.*, U.S.A., 1-3 (2005).
3. Gaither, H., “ Technical ceramics- steatite”, *CMP Technology&Learning Group*, Germany, 1 (2005).
4. Karataş, Ç., “Toz enjeksiyonla kalıplamada karışımın reolojisi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 20-35 (1997).
5. Karataş, Ç., “Talaşsız üretimde yeni bir teknoloji: Toz enjeksiyonla kalıplama”, *Türk Toz Metalurjisi Derneği Haber Bülteni*, 7: 4 (1998).
6. German, R., M., “Powder injection molding”, *Metal Powder Industries Federation*, Princeton, New Jersey, 349-420 (1990).
7. Cerchez, L., Ciupeiu, A., “Preparation and sintering of Ba₂Ti₉O₂₀-based ceramics and their properties for dielectric resonators”, *Ceramics International*, 26: 99-103 (2000).
8. Kara, F., Little, J., A., “Sintering behaviour of precursor mullite powders and resultant microstructures”, *Journal of the European Ceramic Society*, 16: 627-635 (1996).
9. Yorulmaz, S., Erkmen, Z., E., Kara, F., “Seramik sanayii hızlı pişirim fırınlarında kullanılan rulo malzemesi mullitin üretimi ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi”, *Tr. J. of Engineering and Environmental Science*, 23: 273-285 (1999).
10. Rohan, P., Neufuss, K., Matejicek, J., Dubsky, J., Prchlik, L., Holzgartner, C., “Thermal and mechanical properties of cordierite, mullite and steatite produced by plasma spraying”, *Ceramics International*, 30: 597-603 (2004).
11. Li, R., Tang, Q., Yin, S., Yemane, H., Sato, T., “Sintering and characterization of Ca_{0.9}Sr_{0.1}TiO₃ ceramics with sintering additive”, *Materials Science and Engineering A*, 373: 175-179 (2004).
12. Mielcarek, W., Wozny, D., N., Prociow, K., “Correlation between MgSiO₃ phases and mechanical durability of steatite ceramics”, *Journal of the European Ceramic Society*, 24: 3817-3821 (2004).

13. Kara, F., Şener, O., "Improvement of sintering and microstructural homogeneity of a diphasic mullite" *Journal of the European Ceramic Society*, 21: 901-905 (2001).
14. Maca, K., Trunec, M., Cihlar, J. "Injection moulding and sintering of ceria ceramics" *Ceramics International*, 28: 337-344 (2002).
15. Karataş, Ç., Koçer, A., Ünal, H., İ., Sarıtaş, S., "Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder and polyethylene-based thermoplastic binders", *Journal of Materials Processing Technology*, 152: 77-83 (2004).
16. Liu, D., M., Tseng, W., J., "Influence of debinding rate, solid loading and binder formulation on the green microstructure and sintering behaviour of ceramic injection mouldings" *Ceramics International*, 24: 471-481 (1998).
17. Geçkinli, A., E., "İleri teknoloji malzemeleri", *İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümü*, İstanbul, 60-91 (1991).
18. Mutsuddy, B., C., Ford, R., G., "Ceramic injection molding", *CHAPMAN&HALL*, U.S.A., 291-351 (1995).
19. Karataş, Ç., "Tozların sıkıştırma (biçimlendirme) metotları ve toz metalurjisi uygulamaları", *Makina Tasarım Teorisi ve Modern İmalat Yöntemleri Konferansı*, Ankara, 397 (1997).
20. Schwartzwalder, K., "Injection molding of ceramic materials", *Ceramic Bulletin*, 28: 459-461 (1996).
21. Merchar, J., R., "Overview of metal injection molding", *Metal Powder Report*, 345-354 (1990).
22. Karataş, Ç., Sarıtaş, S., "Toz enjeksiyonla kalıplama: Bir ileri teknoloji imalat metodu", *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 13 (2): 193-228 (1998).
23. Petzold, F., "Advances in metal injection molding technology", *1. Ulusal Toz Metalurji Konferansı*, Ankara, 51-56 (1996).
24. Verdusco, B., "Starting and managing a profitable metal injection molding company", *Metal Powder Report*, 15: 344-345 (1990).
25. Gökten, M., "Steatit ve 316 L paslanmaz çelik tozları ile PEG ağırlıklı reçinelerden meydana gelen besleme stoklarının reolojik özelliklerinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 54-60 (2003).

26. Liu, Z., Y., Loh, N., H., Tor, S., B., Khor, K., A., "Characterization of powder injection molding feedstock", *Materials Characterization*, 49: 313-320 (2003).
27. Koçer, A., "Seramik endüstrisinde kullanılan çeşitli polimerik bağlayıcı besleme stoklarının hazırlanması ve reolojik özelliklerinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 1-14 (2001).
28. Lagocca, R., G., "A critical assesment of characterization tests needed to support PIM compenent fabrication", *Reviews in particulate materials*, 2: 269-314 (1994).
29. German, R., M., Hens, K. F., "Key issues in powder injection molding", *Ceramic Bulletin*, 70 (8): 1294-1302 (1991).
30. Wei, T., S., German, R., M., Int, J., "Powder injection molding", *Powder Injection Molding Symposium*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 1 (1988).
31. Robert, W., Messler, J., R., "An industrially sponsered research programe in PIM", *Metal Powder Report*, 45: 363 (1990).
32. German, R., M., "Optimization of the powder binder mixture for powder injection molding", *Advances in Powder Metallurgy*, 3: 51-66 (1989).
33. Chung, C., I., Rhee, B., O., Cao, M., Y., Liu, C., X., "Requirements of binder for PIM", *Advances in Powder Metallurgy*, 3: 67-68 (1989).
34. Monte, S., J., Sugerman, G., "Processing of composites with titanete coupling apents- a review", *Polymer Engineering and Science*, 24: 1369-1382 (1984).
35. Raman, R., German, R., M., "Experimental evaluation of the mixing process for the preparation of feedstock for powder injection molding", *Ceramic Eng. Sci. Proc.*, 14 (11-12): 166-186 (1993).
36. Guha, S., Withers, J., C., Loutfy, R., D., Dowding, R., S., "Intermetallic powders for injection molding", *Novel Powder Processing Advances in Powder Injection Molding & Particulate Materials*, 7 (1992).
37. German, R., M., "The elimination of critical tecnological barriers in powder injection molding processing", *Proceeding of Powder Metallurgy Word Congress*, Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 207-212 (1993).
38. Kwon, T., H., Ahn, S., Y., "Slip characterization of powder / binder mixtures and its significance in the filling process analysis of powder injection molding", *Powder Tecnology*, 85: 45-55 (1995).

39. Yiğit, İ., “Toz enjeksiyon kalıplama makinalarında enjeksiyon hızı ve kalıp içi basıncı kontrolünün teorik ve deneysel olarak incelenmesi”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 20 (2000).
40. Karataş, Ç., “Alümina, demir ve kurşunun toz enjeksiyon kalıplama ile basılabilirliğinin araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 36-45 (1992).
41. Somiya, S., “Advanced technical ceramics”, **Academic Press Japan, Inc.**, Tokyo, 158-165 (1989).
42. Karataş, Ç., Özbilen, S., Sarıtaş, S., “ Toz enjeksiyon kalıplamada bağlayıcının giderilmesi”, **1. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı**, Ankara, 567-579 (1996).
43. Kruger, D., Bloemacher, M., “Rapid catalytic debinding of MIM feedstock”, **Advances in Powder Injection Molding & Particulate Materials**, 5: 165-179 (1993).
44. Ter Maat, J., H., Ebenhöhl, J., “Feedstock for ceramics injection molding using the catalytic debinding process”, **Proceedings of the third congress of the European Ceramic Society**, Madrid, 123-126 (1993).
45. Ebanhöch, J., Truben, P., Weinand, D., “Process parameters for a fast catalytic debinding system”, **Powder Injection Molding Symposium**, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 256-264 (1992).
46. German, R., M., “Debinding and sintering”, **International Molding Symposium**, Pennstate University, Pennsylvania, A. B. D., 245-253 (1995).
47. Sarıtaş, S., “Toz metalurjisi üretim yöntemleri ders notları”, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği A.B.D.**, Ankara (2003).
48. German, R., M., “Liquid phase sintering”, **Plenum Press**, 185 (1985).
49. Kurt, A., O., “ Toz üretim yöntemleri ve sinterleme ders notları”, **Sakarya Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü**, Sakarya (2005).
50. Ersümer, A., “Toz metalurjisi sert metal sinterleme”, **İstanbul Teknik Üniversitesi Makine Fakültesi**, İstanbul, 30-40 (1993).
51. Tekeli, S., “Alüminanın düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi”, **Uluslar Arası Katılımlı 2. Toz Metalurjisi Konferansı**, Ankara, 489 (1999).
52. Er, A., Kaftanoğlu, B., “Sinterleme”, **TURK CAD/CAM*net, yeni ürün tasarım, geliştirme, CAD/ CAM/ CAE ve imalat teknolojileri dergisi**, İstanbul, 1 (2005).

53. Eren, D., “Toz üretim yöntemleri ve sinterleme ders notları”, *İnönü Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Maden Mühendisliği Bölümü*, Malatya (2005).
54. Arslan, F., “Sıvı fazlı sinterleme”, *1.Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, Ankara, 551-558 (1996).
55. German, R., M., “Phase diagrams in liquid phase sintering treatments”, *Journal of Metals*, 38: 26-29 (1986).
56. Li, C., J., German, R., M., “Enhanced sintering of tungsten phase equilibria effects on properties”, *International Journal of Metal Powder Technics*, 20: 149-162 (1984).
57. Savitskii, A., P., Martsunova, L., S., “Effect of solid-state solubility on the volume change experienced by aluminium during liquid phase sintering”, *Soviet Powder Metallurgy-Metal Ceram*, 16: 333-337 (1997).
58. German, R., M., Dangelo, K., A., “Enhanced sintering treatments for ferrous powders”, *International Metals Review*, 29: 249-272 (1984).
59. Huppmann, W., J., “The elementary mechanisms of liquid phase sintering” *2. solution – reprecipitation*, *Z. Metallkde*, 70: 792- 797
60. Baek, W., H., German, R., M., “Transient liquid phase sintering of iron-titanium”, *International Powder Metallurgy*, 17: 273-279 (1985).
61. Yangyun, S., Brook, R., J., “Preparation of zirconia-toughened ceramics by reaction sintering”, *Science Sintering*, 17: 35-47 (1985).
62. Miyamotu, Y., Koizumi, M., Yamada, O., “High Pressure self combustion sintering for ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, 67: 224-225 (1984).
63. Sümer, G., “Seramik sanayii el kitabı”, *T.C. Anadolu Üniversitesi*, Eskişehir, 91-94 (1998).
64. Sözüdoğru, T., “Uygulamalı seramik teknolojisi”, *Gazi Üniversitesi Mesleki Eğitim Fakültesi-Uygulamalı Sanatlar Eğitimi Bölümü*, Ankara, 20-50 (1993).
65. Green, A., T., Stewart, G., “Ceramics a symposium”, *The British Ceramic Society*, 256-281 (1953).
66. Yıldız, N., “Madencilliğimize bakış”, *İstanbul Maden ve Metal İhracatçı Birlikleri*, İstanbul (2002).

67. Martin, H., “Materials, think ceramics, steatite”, *Technical Ceramics Information Center*, Germany, 1 (2005).
68. Sembach, O., “Materials, steatite/stealen”, *Sembach GmbH&CoKG*, Germany, 1-5 (2005).
69. Kaleporselen Elektroteknik Sanayii A.Ş. “Teknik seramikler 9” *Cem Ofset*, İstanbul, 243-253 (1997).
70. Bilici, Y., “*Seramik hammaddeleri ve teknolojik özellikleri*”, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyon, 85-86 (2002).
71. Stanton, B., “Materials, steatite”, *Azom.com Pty.Ltd.*, Australia, 1 (2005).
72. Ergüney, S., M., “Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan besleme stoklarının kalıplanabilirliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 62-69 (2005).
73. TS 2305, “Sinterlenmiş geçirgen metal malzeme-yoğunluk ve açık gözeneklilik tayini”, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, (1976).
74. TS EN 623-2, “İleri teknoloji seramikleri-monolitik seramikler-genel ve dokusal özellikler-bölüm 2: yoğunluk ve gözeneklilik tayini”, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, (1999).
75. TS ISO 15490, “İleri teknoloji seramikleri-monolitik seramikler-oda sıcaklığında çekme mukavemetinin tayini için deney metodu”, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, (2003).
76. TS ENV 12789 “İleri teknoloji seramikleri-seramik kompozitler-yüksek sıcaklıkta atmosfer basıncındaki havada mekanik özellikler-eğilme mukavemetinin tayini”, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, (2002).

ÖZGEÇMİŞ

1980 Ankara doğumlu olan Mahmut Berber, ilk, orta ve lise tahsilini Ankara’da tamamlamıştır. 1998’de girdiği Balıkesir Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Makine Mühendisliği bölümünden 2002 yılında mezun olmuştur. Eylül 2003’den beri Özçelikler Hidrolik Silindir San.Tic.Ltd.Şti.’nde makine mühendisi olarak görev yapmaktadır.