



**YENİ TASARIM TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA  
YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN BİYO-UYUMLU  
ALAŞIMLARIN ÜRETİLEBİLİRLİĞİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

**Bünyamin ÇİÇEK**

**2021  
DOKTORA TEZİ  
METALÜRJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Tez Danışmanı  
Prof. Dr. Yavuz SUN**

**YENİ TASARIM TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN  
BİYO-UYUMLU ALAŞIMLARIN ÜRETİLEBİLİRLİĞİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

**Bünyamin ÇİÇEK**

**T.C.  
Karabük Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında  
Doktora Tezi  
Olarak Hazırlanmıştır**

**Tez Danışmanı  
Prof. Dr. Yavuz SUN**

**KARABÜK  
Ağustos 2021**

Bünyamin ÇİÇEK tarafından hazırlanan “YENİ TASARIM TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN BİYO-UYUMLU ALAŞIMLARIN ÜRETİLEBİLİRLİĞİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı bu tezin Doktora Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Yavuz SUN .....  
Tez Danışmanı, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir. 31/8/2021

<u>Unvanı, Adı SOYADI (Kurumu)</u>	<u>İmzası</u>
Başkan : Prof. Dr. Mustafa ACARER (SÜ)	.....
Üye : Prof. Dr. Yavuz SUN (KBÜ)	.....
Üye : Doç. Dr. Yunus TÜREN (KBÜ)	.....
Üye : Doç. Dr. Okan ÜNAL (KBÜ)	.....
Üye : Doç. Dr. Aytekin UZUNOĞLU (NEÜ)	.....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile Doktora derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Hasan SOLMAZ .....  
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

*“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”*

Bünyamin ÇİÇEK

## **ÖZET**

**Doktora Tezi**

### **YENİ TASARIM TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN BİYO-UYUMLU ALAŞIMLARIN ÜRETİLEBİLİRLİĞİ VE KARAKTERİZASYONU**

**Bünyamin ÇİÇEK**

**Karabük Üniversitesi**

**Lisansüstü Eğitim Enstitüsü**

**Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Eğitimi Anabilim Dalı**

**Tez Danışmanı:**

**Prof. Dr. Yavuz SUN**

**Ağustos 2021, 97 sayfa**

Bu çalışmada, toz enjeksiyon kalıplama (TEK) mantığı üzerinden yola çıkılarak yeni bir TEK makinesi tasarlanmış ve imal edilmiştir. Bu makinenin üretim yeterliliği, farklı toz tipleri ve kalıplama parametreleri uygulanarak belirlenmiştir. Sonrasında Magnezyum (Mg) ve 316L paslanmaz çelik tozları kullanılmış ve kalıplama süreçleri analiz edilmiştir. Mg elementi Ca ile alaşımlandırılmış ve sinter süreci sonrasında değerlendirilmiştir. 316L tozları kalıplama sonrasında farklı sinter sıcaklıklarında sinterlenmiş ve elde edilen numunelere biyo-uyumluluk deneyleri yapılmıştır.

Tasarlanan makine tamamen bu tez kapsamında imal edilmiştir. Tüm aşamaları tam otomatik ve programlanabilir mantık kontrolü (PLC) ile oluşturulmuştur. Yeni sistemin temel mantığında; daha önceden elde edilen polimer/toz karışımı hammaddeler bir hazne içerisinde, jel sıcaklığında, yüksek Ar gazı basıncı ile uygun kalıba aktarılmaktadır. Tüm aşamalar özel kodlanan bir program ile çalışmaktadır.

Makinede solenoid valfler, basınç ölçerler, kalıp, hidrolik sistem ve sıcaklık üniteleri bulunmaktadır. Sonuç olarak, tez kapsamında yeni bir toz enjeksiyon kalıplama sistemi tasarlanmıştır.

Bu çalışmada, ilk olarak yeni tasarlanan cihazın yeterliliği ve kalıplama özelliğini belirlemek için Mg, SiO<sub>2</sub>, SiC ve 316L tozları kullanılarak ön deneyler yapılmıştır. Bu tozlar Polietilen Glikol (PEG), Polipropilen (PP), Parafin Wax (PW), Etilen Vinilasetat (EVA), Poli Metil Meta Akriyat (PMMA) ve Stearik Asit (SA) kullanılarak hammadde haline getirilmiştir. Bu hammaddeler en optimum kalıplama özellikleri ile kalıplanmıştır. Kalıplanan malzemelere Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) incelemesi, basma deneyi, viskozite ve polimer bağ tork ölçümü deneyleri uygulanmıştır. Böylece sistemin çalışabilirliği ve kalıplama özelliği belirlenmiştir. Bu ilk deney setinde PEG+PMMA+SA karışımında polimer bağlayıcı reçetesi kurutulma sonrası formunu korumuştur. Küresel tozlar ile oluşturulan ürünlerin basma deneyinde 3500 N seviyesinde basma kuvveti elde edilmiştir.

Tasarım ve imalatı yapılan cihazın yeterliliği belirlendikten sonra biyo uyumlu alaşım üretiminin ilk aşamasında Mg-Ca tozları homojen şekilde karıştırılmıştır. Kalıplama parametrelerinin araştırıldığı bir önceki aşamada elde edilen verilerde en iyi sonucu veren PEG+PMMA+SA polimer karışımı ile Mg-Ca tozları yeni TEK sisteminde kalıplanmıştır. Üretilen numuneler yine bu çalışma sırasında tasarlanan ve imal edilen basit vakum sinter fırınında farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelere SEM ve sertlik (Vickers) incelemeleri yapılmış ve sinter süreci mikroyapı fotoğrafları ile kayıt altına alınmıştır. Mikroyapı düzeni en başarılı olarak 600°C ve 5 saat sinter süresinde oluşmuştur. Sertlik sonucu ise aynı numunede 50 HV değerlerinde ölçülmüştür.

Biyo uyumlu alaşım üretiminin ikinci aşamasında, 316L tozları farklı toz/polimer oranlarında yine PEG+PMMA+SA polimer yapısı ile yeni TEK sisteminde kalıplanmış ve sinterlenmiştir. Farklı sıcaklıklarda uygulanan sinter ısı işlemi sonrasında metalik formlar elde edilmiştir. Bu metalik malzemelere SEM incelemeleri ve sertlik deneyleri yapılmıştır. Bunların yanı sıra yeni tasarlanan toz enjeksiyon kalıplama ünitesinde üretilen malzemelerin biyo-uyumluluğu araştırılmıştır. Biyo-

uyumluluk deneyleri için yapay vücut solüsyonlarında potansiyodinamik korozyon ve daldırma korozyon deneyleri yapılmıştır. Son olarak numunelere özütleme yöntemi ile sitotoksisite testi uygulanmış ve % canlılık durumları incelenmiştir. Bu deney setinde en uygun ve oksit barındırmayan mikroyapı 1300°C/2 saat şartlarında elde edilmiştir. Sertlik deneyi sonucunda ise 280 HV seviyeleri ölçülmüştür. Sitotoksisite deneyi sonucunda ise çözelti ortamındaki bakteri hücresi sayısı 100 birimden 205 birime ulaşmıştır ve akredite laboratuvar tarafından ürünler biyo-uyumlu olarak rapor edilmiştir.

**Anahtar Sözcükler :** Toz enjeksiyon kalıplama, tasarım, polimer, Magnezyum, paslanmaz çelik, biyo-uyumluluk.

**Bilim Kodu** : 91501

## **ABSTRACT**

**Ph. D. Thesis**

### **MANUFACTURABILITY AND CHARACTERIZATION OF BIO-COMPATIBLE ALLOYS PRODUCED WITH NEW DESIGN POWDER INJECTION MOLDING METHOD**

**Bünyamin ÇİÇEK**

**Karabük University**

**Institute of Graduate Programs**

**Department of Metallurgy and Material Engineering**

**Thesis Advisor:**

**Prof. Dr. Yavuz SUN**

**August 2021, 97 pages**

In this study, a new machine was designed and manufactured based on the logic of powder injection molding (PIM). The production capability of this machine was determined by applying different powder types and molding parameters. Afterwards, Magnesium (Mg) and 316L stainless steel powders were used and molding processes were analyzed. Mg element was alloyed with Ca and evaluated after sintering process. 316L powders were sintered at different sinter temperatures after molding and biocompatibility tests were carried out on the samples obtained.

The designed machine was completely manufactured within the scope of this thesis. All stages are created with fully automatic and programmable logic control (PLC). In the basic logic of the new system; the previously obtained polymer/powder mixture raw materials were transferred to the appropriate mold in a chamber, at the gel structure temperature, with high Ar gas pressure. All stages work with a specially coded



program. There are solenoid valves, pressure gauges, mold, hydraulic system, and temperature units in the machine. As a result, a new powder injection molding system was designed within the scope of the thesis.

In this study, firstly, preliminary experiments were carried out using Mg, SiO<sub>2</sub>, SiC, and stainless steel (316L) powders to determine the proficiency and molding properties of the newly designed device. These powders were turned into raw materials using Polyethylene Glycol (PEG), Polypropylene (PP), Paraffin Wax (PW), Ethylene Vinyl acetate (EVA), Poly Methyl Methacrylate (PMMA) and Stearic Acid (SA). These raw materials are molded with the most optimum molding properties. Scanning Electron Microscopy (SEM), compression test, viscosity and polymer bond torque measurement tests were applied to the molded materials. Thus, the operability and molding feature of the system were determined. In this first set of experiments, the polymer binder recipe in the mixture of PEG+PMMA+SA preserved its form after drying. In the compression test of the products formed with spherical powders, a compression force of 3500 N was obtained.

After determining the adequacy of the designed and manufactured device, Mg-Ca powders were mixed homogeneously in the first stage of biocompatible alloy production. Mg-Ca powders were molded in the new PIM system with the PEG+PMMA+SA polymer mixture, which gave the best results in the data obtained in the previous stage where the molding parameters were investigated. The produced samples were sintered at different temperatures in the simple vacuum sinter furnace designed and manufactured during this study. SEM and hardness (Vickers) examinations were performed on the sintered samples and the sintering process was recorded with microstructure photographs. The microstructure was formed most successfully at 600°C and 5 hours of sintering time. The hardness result was measured at 50 HV values in the same sample.

In the second stage of biocompatible alloy production, 316L powders were molded and sintered in the new PIM system with PEG+PMMA+SA polymer structure in different powder/polymer ratios. Metallic forms were obtained after sinter heat treatment applied at different temperatures. SEM examinations and hardness tests were

carried out on these metallic materials. In addition, the biocompatibility of the materials produced in the newly designed PIM unit was investigated. For biocompatibility experiments, potentiodynamic corrosion and immersion corrosion tests were carried out in artificial body solutions. Finally, cytotoxicity test was applied to the samples by extraction method and bacterial life processes were examined. In this experiment set, the most suitable and oxide-free microstructure was obtained at 1300°C/2 hours. As a result of the hardness test, 280 HV levels were measured. As a result of the cytotoxicity test, the number of bacterial cells in the solution medium increased from 100 units to 205 units, and the products were reported as biocompatible by the accredited laboratory.

**Key Word** : Powder injection molding, design, polymer, Magnesium, stainless steel, biocompatibility.

**Science Code** : 91501

## TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, araştırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren Sayın danışman hocam Prof. Dr. Yavuz SUN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tezin ilk gününden son gününe kadar tecrübelerini üzerimizden eksik etmeyen Doç. Dr. Yunus TÜREN ve Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI hocalarıma çok teşekkür ederim. Ayrıca tüm deneylerin yapılması sırasında emek veren ve tecrübelerini aktaran Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü laboratuvar sorumlularına ve akademisyenlerine minnetlerimi sunarım. Deneylerin yapılması sırasında özel ilgi gösteren Ece Seramik firması Ar-Ge yöneticisi Dr. Eray CAŞIN'e ve Hitit Üniversitesi Öğretim Üyesi Dr. Tuna AYDOĞMUŞ'a ayrıca saygılarımı sunarım.

Bu tez çalışması Karabük Üniversitesi Bilimsel Araştırma Koordinatörlüğü tarafından KBUBAP-FDK-2019-2106 proje numarası ile desteklendiğinden KBÜ-BAP birimine teşekkür ederim.

Doktora çalışmam sırasında her türlü desteğini bir an bile eksik etmeyen başta eşim Döndü SÖZEN ÇİÇEK'e ve sevgili aileme manevi hiçbir yardımı esirgmeden yanımda oldukları için tüm kalbimle teşekkür ederim.

Doktora eğitimim sırasında dünyaya gözlerini açan kızım Duru ve oğlum Ömer'e bir gün bu tezi okuduklarında yüzlerini gülümsetmek adına sevgilerimi gönderiyorum.

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vii
TEŞEKKÜR.....	x
İÇİNDEKİLER .....	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xiv
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	xvii
BÖLÜM 1 .....	1
GİRİŞ .....	1
BÖLÜM 2 .....	5
TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA .....	5
2.1. TOZ ENJEKSİYON BAĞLAYICI POLİMERLERİ .....	6
2.1.1. Tutucu Bağlayıcı Görevindeki Polimerler.....	8
2.1.2. Dolgu Bağlayıcı Görevindeki Polimerler .....	8
2.1.3. Yağlayıcı Katkılar.....	9
2.2. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA TOZLARI .....	9
2.3. BESLEME HAMMADDESİ HAZIRLAMA .....	10
2.4. KALIPLAMA .....	12
2.5. SOLÜSYON ÇÖZÜNDÜRME .....	13
2.6. TERMAL ÇÖZÜNDÜRME VE SİNERLEME .....	15
BÖLÜM 3 .....	17
BİYO-MALZEMELER VE BİYO-UYUMLULUK .....	17
3.1. BİYO-MALZEMELER.....	17
3.2. BİYO-UYUMLULUK .....	19
3.2.1. Yapay Ortam Deneyleri.....	20

	<u>Sayfa</u>
3.2.2. Canlı Ortam Deneyleri.....	21
BÖLÜM 4 .....	23
LİTERATÜR ÇALIŞMASI .....	23
BÖLÜM 5 .....	31
MAKİNE TASARIMI VE DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	31
5.1. MAKİNE TASARIMI VE İMALATI .....	31
5.1.1. Hazne .....	32
5.1.2. Kalıp .....	33
5.1.3. Hidrolik Ünitesi .....	34
5.1.4. PLC Kontrol Ünitesi .....	34
5.2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	35
5.2.1. TEK Ünitesinin Kalıplama Kabiliyeti Üzerine Deneysel Çalışmalar ....	35
5.2.2. Mg-Ca Alaşımının Kalıplanması ve Sinterlenmesi .....	37
5.2.3. 316L Alaşımının Kalıplama, Sinter ve Biyo İncelemeleri .....	42
BÖLÜM 6 .....	46
SONUÇLAR VE TARTIŞMA .....	46
6.1. KALIPLAMA KABİLİYETİ DENEYLERİNİN SONUÇLARI .....	46
6.2. Mg-Ca ALAŞIMI ÜZERİNE SONUÇLAR .....	55
6.3. 316L ALAŞIMI VE BİYO-UYGUNLUK SONUÇLARI.....	64
6.3.1. 316L Alaşımının TEK Sistemi ile Üretilmesi Üzerine Sonuçlar .....	64
6.3.2. Biyo-Uygunluk Üzerine Deney Sonuçları.....	73
6.3.2.1. Ağırlık Kaybına Bağlı Daldırma Korozyon Sonuçları .....	73
6.3.2.2. Potansiyodinamik Korozyon Sonuçları .....	76
6.3.2.3. Sitotoksiste Biyo-Uyumluluk Sonuçları .....	77
BÖLÜM 7 .....	81
GENEL SONUÇLAR .....	81
KAYNAKLAR .....	83

	<b><u>Sayfa</u></b>
EK AÇIKLAMALAR A.....	94
ÖZGEÇMİŞ .....	97

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<b><u>Sayfa</u></b>
Şekil 2.1. Temel TEK süreci .....	6
Şekil 2.2. Polimer zincir örneği .....	6
Şekil 2.3. Bağlayıcı polimer gösterimi .....	7
Şekil 2.4. Temel bir TGA grafiği .....	11
Şekil 2.5. TEK üretim yöntemleri .....	13
Şekil 2.6. İlk çözündürme süreci (a) ve elde edilen yapılar (b,c).....	15
Şekil 2.7. Temel bir TÇ ve sinter ısı rejimi.....	16
Şekil 3.1. Bazı BM ürünleri ve alaşım çeşitleri.....	18
Şekil 5.1. Tasarlanan TEK sisteminin çalışma mantığı, gerçek resmi ve çizimi ....	32
Şekil 5.2. TEK sisteminde nozul ve hazne tasarımı .....	33
Şekil 5.3. Karıştırma süreci. ....	38
Şekil 5.4. Termal çözündürme ve sinter ısı işlemi uygulama diyagramı. ....	40
Şekil 5.5. Termal çözündürme ve sinter ısı işlemi deney seti.....	41
Şekil 5.6. Sinter Aparatı. ....	41
Şekil 5.7. Karıştırma Süreci .....	43
Şekil 5.8. Sinter uygulama ısı rejimi.....	43
Şekil 6.1. XRD analizleri. ....	47
Şekil 6.2. SEM görüntüleri.....	48
Şekil 6.3. FS yapılarının tipleri. ....	49
Şekil 6.4. Basma deneyi sonucunda resimleri ve basma kuvveti diyagramı.....	50
Şekil 6.5. FS yapıları için TGA analizleri.....	51

## **Sayfa**

Şekil 6.6. FS numuneleri için viskozite ölçümü.....	52
Şekil 6.7. Kalıplanan numunelere ait makro görüntüler. ....	53
Şekil 6.8. Yüzey SEM görüntüleri. ....	54
Şekil 6.9. Mg ve Ca tozlarına ait XRD grafikleri ve SEM fotoğrafları. ....	55
Şekil 6.10. FS yapısı TGA analizi. ....	56
Şekil 6.11. Kalıplanmış ürün yüzeyinden ve ilk çözündürme sonrasında elde edilen yüzeySEL SEM görüntüleri. ....	57
Şekil 6.12. Sinter sıcaklık farkına göre numunelere ait SEM görüntüleri. ....	59
Şekil 6.13. Metalik Mg-Ca alaşımı SEM ve EDX incelemesi. ....	60
Şekil 6.14. (a) Toz tane ölçümü, (b) Mikroyapı tane ölçümü ve (c) Örnek çizim. ...	62
Şekil 6.15. Sertlik iz görüntüleri ve sertlik değerleri, (a) X0-600 ve (b) X0-600+...	63
Şekil 6.16. 316L paslanmaz çelik tozunun (a) SEM görüntüsü ve (b) XRD analizi.	65
Şekil 6.17. FS yapısı TGA Grafiği. ....	66
Şekil 6.18. Kalıplama sonrası (a) yüzey ve (b) kırık yüzey SEM görüntüleri. ....	67
Şekil 6.19. Sinter sonrası SEM görüntüleri ve elementel analiz detayları (a) 1100°C, (b) 1200°C ve (c) 1300°C. ....	69
Şekil 6.20. Sinterleme sonrası yüzey (a) ve kırık yüzey (b) görüntüleri.....	70
Şekil 6.21. Arşimet prensibine göre yoğunluk ölçüm sonuçları. ....	71
Şekil 6.22. 316L numuneler için sertlik sonuçları. ....	72
Şekil 6.23. Daldırma biyo-korozyon ağırlık kaybı sonuçları. ....	73
Şekil 6.24. Daldırma biyo-korozyon sonrası elde edilen yüzey görüntüleri. ....	75
Şekil 6.25. 316L numuneleri tafel eğrileri. ....	76
Şekil 6.26. % Canlılık oranları. ....	78
Şekil 6.27. Hücre koloni görüntüleri. ....	79



## ÇİZELGELER DİZİNİ

	<b><u>Sayfa</u></b>
Çizelge 2.1. TEK sistemlerinde kullanılan bazı tutucu polimerler.....	8
Çizelge 2.2. TEK sistemlerinde kullanılan bazı dolgu polimerler.....	9
Çizelge 5.1. Deney seti ürün reçeteleri.....	35
Çizelge 5.2. Ürün özellikleri.....	36
Çizelge 6.1. Yoğunluk ölçümünün karşılaştırılması.....	53
Çizelge 6.2. Korozyon sonrası cihaz değerleri.....	77

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### SİMGELER

MPa	: Megapaskal
s	: saat
N	: Newton
gr	: gram
°C	: Santigrat derece
°K	: Kelvin derece
L	: litre
cm	: santimetre
mm	: milimetre
nm	: nanometre
µm	: mikrometre

### KISALTMALAR

TEK	: Toz Enjeksiyon Kalıplama
TÇ	: Termal Çözündürme
TB	: Tutucu Bağlayıcı
DB	: Dolgu Bağlayıcı
PMMA	: Polimetilmetaakrilat
PP	: Polipropilen
PE	: Polietilen
EVA	: Etilenvinilasetat
PS	: Polistiren
ABS	: Akrilonitrilbütadienstiren
PEG	: Polietilenglikol
PW	: Parafinwax
CW	: Carnaubawax

PEW : Polietilenwax  
BeeW : Bal mumu  
SA : Stearik asit  
FS : İlk hammadde (Feed stock)  
TGA : Termo gravimetrik analiz (Ağırlık kaybına bağlı kuru madde ölçümü)  
PLC : Programlanabilir Mantık Kontrol Aygıtı  
SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu  
EDX : Enerji Dağıtıcı X-ışını Analizi  
BM : Biyo Malzeme

## BÖLÜM 1

### GİRİŞ

TEK süreci temel imalat yöntemleri içindeki yerini korumaktadır. Bu yöntemde diğer imalat yöntemleri ile üretilmesi zor ve zaman alıcı geometrik şekilli parçalar üretilebilmektedir. Adet sayısı fazla ve mikron seviyesinde hassasiyet gerektiren parçalar bu yöntemle ve alt bileşenleri ile kolayca üretilmektedir. Yöntemin temelinde bir polimer yapının içerisine eklenen metal tozlarının polimer yapının en fazla 250°C sıcaklıktaki jel haliyle kalıplanması vardır. Ancak bu polimer yapının bileşenleri ile metal tozunun boyutu, hacim oranı, geometrik şekli ve yoğunluğu önem arz etmektedir. Bu şartlar sağlandığında TEK yöntemi beklenen sonucu vermektedir. Uygun ölçülerdeki kalıplama sonrasında üretilen ilk parçalar solüsyon içerisinde çözündürme, termal çözündürme (TÇ) ve sinter ısı işlemi aşamalarından geçerek son ürün halini alırlar. Bu üretim basamaklarında sıcaklık, süre, hacim, yoğunluk ve soğuma gibi değişkenler önem taşımaktadır. Yöntem kısaca özetlenecek olursa; polimer yapısına eklenen uygun parametrelerdeki metal tozları plastik yapının akıcılık sıcaklığında kalıba aktarılır ve soğutarak katılaştırılır. Sonrasında suda ve/veya diğer çözeltilerde çözünebilecek polimerlerin bazıları çözündürülür ve yapıdan uzaklaştırılır. Son olarak ise her bileşim için özel olarak planlanan ısı işlem grafiği içerisinde belirli sıcaklıkta önce TÇ ve sonrasında sinter süreci gerçekleştirilir. Böylece TEK ürünü bir parça üretilmiş olur [1-7].

TEK yöntemi kendisine özel tasarlanan makinelerde ve kalıplarda uygulanabilmektedir. Ancak bu donanımların avantajları yanında dezavantajları mevcuttur. Ürünün kalıplanması sırasında ortaya çıkabilecek heterojen dağılım son ürün kalitesini etkilemektedir. Polimer yapının sinterleme sırasında yapıda bıraktığı istenmeyen atık formlar yine son ürün kalitesini düşürmektedir. Örneğin; sinter sıcaklığı polimer yapının yanma ve yapıdan uzaklaşma sıcaklığına yakın elementler bu yöntem ile son ürün halini alamazlar. Uygulanan TÇ sıcaklığı genelde 350-400°C seviyesinde iken Zn, Pb, Sn ve Bi gibi erime sıcaklığı bu seviyenin altında kalan

elementler bu yöntemde kullanılmazlar. TEK yönteminde ancak ergime noktası polimerler için TÇ sıcaklığından fazla olan Mg, Al, Fe ve bunlar gibi elementler ve alaşımları kullanılmaktadır. TEK yönteminde kullanılan kalıplar ise uygun geometrik tasarımlarda üretilmiş ve genelde yüzey pürüzlülüğü düşük olarak işlenmiş kalıp çeliklerinden imal edilmektedirler [4, 5, 7-10].

TEK makineleri kendi içerisinde birkaç alt özellikte farklılık göstermektedirler. Basma tipi ve basma kuvveti en belirgin değişkenlerdir. Hacimsel olarak %100 dolu ürünlerde vidalı basma tipleri kullanılırken, içi boş ve ince cidarlı tüp tipi son ürünlerde ise gaz ve/veya piston yardımcı sistemler kullanılmaktadır. Ancak bu yöntem farklılıklarında temel hammaddelerin homojen dağılımları üzerine bazı hatalar oluşmaktadır. Ayrıca bu TEK sistemlerinin kurulum maliyetleri ve uygulanabilirlikleri her zaman bu konunun temel soruları içerisinde olmuştur. Bu yüzden yeni sistemler geliştirmek, tasarlamak ve uygulanabilirliklerini ortaya çıkarmak bu sektör için temel bir çalışmadır [5, 7, 10, 11].

TEK sistemlerinde adet sayısı fazla ve geometrik şekilleri çok değişken olan küçük parçalar basitçe üretilebilmektedir. Bir kere hazırlanan kalıp maliyeti ile yüzbinlerce ürün hazırlanmaktadır. Bu sektör bilinen en iyi sonuçla birçok sektörün yanı sıra biyo malzeme konusuna da hizmet etmektedir. Çünkü adet sayısı fazla ve karmaşık şekilli küçük ürünler bu yöntemle sağlıklı şekilde elde edilmektedirler. Ek olarak sinter sonrasında metal yoğunluğu genelde yaklaşık %90-95 seviyesinde oluşmaktadır. Geriye kalan %5-10 oranındaki porozite ve/veya boşluk doku yapısının bu malzemelere bağlanmasını arttırmaktadır. Böylelikle bu son ürünlerin biyo alanda kullanımı artmaktadır. Bunun yanında laboratuvar ve ameliyat ekipmanları da bu yöntemle üretilebilmektedir. Genelde bu yöntemle implant malzeme grubunda üretim yapılırken Mg alaşımları, paslanmaz çelik türleri ve Co bazlı bileşikler kullanılmaktadır [7, 12-14].

Bu çalışmanın amacında TEK yönteminde ilk kalıplama aşamasında ortaya çıkan heterojen polimer/toz yapısını gidermek üzere bir makine tasarımı vardır. Bu makine tasarımının temel uygulanabilirlik aşamaları bu çalışmada tamamlanmış ve tasarlanan yeni toz enjeksiyon sisteminin kalıplama yeteneği irdelenmiştir. Kalıplama

parametreleri, metal ve seramik tozlarının farklı geometrik şekilleri ile farklı tane büyüklükleri üzerine yapılan çalışmalarla belirlenmiştir. Aynı zamanda farklı polimer bileşenleri de değişken havuzuna eklenerek yeni tasarlanan makinenin üretim kabiliyeti ortaya çıkarılmaya çalışılmıştır. Ek olarak bu çalışmada kullanılan polimer yapıların etkisi altındaki sinter özelliklerini tayin edebilmek adına Mg ve paslanmaz çelik alaşımları kalıplanmış ve sinterlenmiştir. Mg yaklaşık 600°C gibi düşük sıcaklıkta sinterlenirken, 316L paslanmaz çeliği 1300°C sıcaklıkta ancak metalik yapıya ulaşmaktadır. Böylece polimer yapının düşük ve yüksek sıcaklıklardaki etkisi tartışılmıştır. Son olarak yeni tip bir makinede üretilen TEK ürününün bu sektörün en çok kullanıldığı biyo alanındaki uyumluluk sınırlarını inceleyebilmek adına, üretilen 316L alaşımına biyo-korozyon ve biyo-uyumluluk deneyleri yapılmıştır. Sonuç olarak tez kapsamında tamamen özgün olarak tasarlanan bir TEK sisteminde üretilen ürünlerin ilk ürün ve son ürün kalite seviyeleri geniş bir açıda incelenmiştir.

Hazırlanan bu çalışmada literatür taraması geniş bir yer tutarken, deneysel çalışmalarda detaylı şekilde anlatılmıştır. Bu bölümler kendi içerisinde bazı alt başlıkları barındırmaktadır. Tez metninin temel sınırları “Giriş” bölümünde çizilmiştir.

Deneysel çalışmalar öncesinde ise “Toz Enjeksiyon Kalıplama” başlığı altında bu yöntem anlatılmış ve son ürün aşamasına kadar geçen kalıplama, çözündürme ve sinterleme basamakları literatür ışığında detaylandırılmıştır. TEK sisteminde temel ham madde olan polimerler yine bu başlık altında irdelenmiştir. Bu sistemlerde kullanılan metalik tozların özellikleri de bu bölümde listelenmiştir.

Bir sonraki bölümde bu çalışmada son ürün numunelerine uygulanan deneylere ithafen “Biyo-malzemeler ve Biyo-uyumluluk” başlığı altında üretim şartları açıklanmıştır. Bu bölümde implant malzemelerin birçok detayı anlatılmış ve temel uyumluluk deneylerinin detayları verilmiştir.

Literatürde yer alan ve benzer anahtar kelimelere sahip çalışmalar “Literatür Araştırması” başlığı altında liste şeklinde verilmiş ve açıklanmıştır.

“Deneysel Çalışmalar” başlığı içerisinde ise yeni tasarım toz enjeksiyon kalıplama makinesi tüm detayları ile açıklanmış ve tasarım çizimleri verilmiştir. Bu makinenin kalıplama yeteneği üzerine yapılan çalışmalar ve üretilen Mg ve 316L alaşımlarının üretim şartları çok yönlü şekilde anlatılmıştır. Alaşımlar için uygulanan sinter ısı işleme rejimleri ve deneysel yöntemler yine bu başlık altında verilmiştir. Tüm deneyler ve uygulama süreçleri çizim, şekil, resim ve grafiklerle desteklenmiştir.

Deneysel çalışmaların sonuçlarının açıklandığı “Sonuçlar ve Tartışma” bölümünde, deneysel çalışmalar sonucu elde edilen bulgular, bu çalışmanın amacına uygun bir biçimde yorumlanarak sonuçlandırılmıştır.

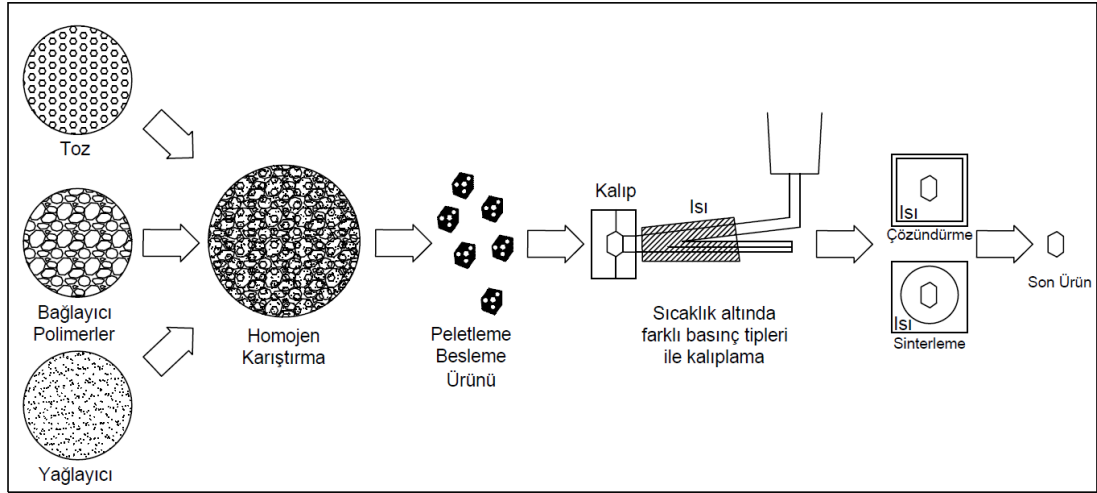
Son olarak “Genel Sonuçlar” başlığı altında tüm sürecin sonuçları özetlenmiştir. Tezin arka kısmında ise deneyler sonucunda elde edilen ve tez içerisinde kullanılmayan bazı SEM resimlerine yer verilmiştir. Böylece tüm veriler tez kapsamında sunulmuştur.

## BÖLÜM 2

### TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA

Üretim yöntemleri; talaşlı imalat, döküm, enjeksiyon, ekstrüzyon, toz metalürjisi, katmanlı imalat vb. birçok başlık altında sıralanabilir. Her üretim yöntemi kendi özellikleri ve kapsamı çerçevesinde farklı parametrelerde ürünler üretmek için kullanılmaktadır [15-19]. Bu üretim yöntemlerinden enjeksiyon ve toz metalürjisi alanlarının birleştirilmesi TEK yöntemini oluşturmaktadır. TEK sistemlerinde toz olarak metal kullanıldığında “metal enjeksiyon kalıplama” (MEK) olarak adlandırılır. Avantajlı olarak TEK yöntemi kolay şekillendirilebilirlik açısından yüksek verimli bir yöntemdir [3, 5]. Bu yöntemde polimer hammaddelerin düşük sıcaklıktaki akışkan halinden yararlanır. Aynı zamanda polimerlerin yapışkan (adhesif) özelliği de tozların bir arada tutulması aşamasında temel unsurdur [1-3]. Polimerler ile toz ham maddeler belirli karıştırma yöntemleri ile karıştırılarak besleme ham maddesi (Feed stock) (FS) elde edilir [20]. Polimer içerisine farklı oranlarda eklenen farklı geometrilere sahip metal ve/veya seramik tozları beraber kalıplanır [15, 21]. Kalıplama işlemi polimer reçetesinin uygun sıcaklığında vida, pres, gaz vb. basınçlandırıcı sistemlerle yapılmaktadır [3, 15, 21]. Kalıplanan malzemeler bazı polimerlerin yapıdan uzaklaştırılması adına özel solüsyonlar içerisinde ve düşük sıcaklıklarda bekletilir [22]. Sonrasında ürün kurutulur ve TÇ aşamasıyla beraber sinterleme yapılır. Sinter sürecinde ilk olarak tüm polimerlerin yapıdan uzaklaştırılması için önceden belirlenen sıcaklıkta bir süre bekleyerek polimer yapının tamamen uzaklaşması sağlanır. Sonrasında içerisindeki metal ve/veya seramik hammaddenin sinterleme sıcaklığında belirli sürelerde sinterlenir. Sonuç olarak toz ve polimer hammaddenin kalıplanması aşamasından son ürüne bir süreç tamamlanmış olur [15, 23, 24]. Şekil 2.1’de TEK yöntemi süreci temel olarak verilmiştir.



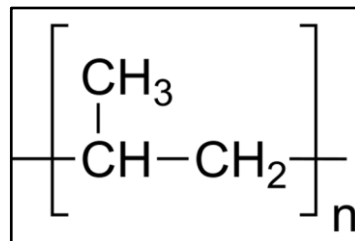


Şekil 2.1. Temel TEK süreci.

TEK yöntemi dünya üretim sektöründe birçok aşamada kullanılırken bu pazarın yaklaşık %16 kadarını medikal ve biyomalzeme alanı almaktadır. Diğer yüzdesel olarak yüksek orana sahip alanlar ise uzay, otomotiv, elektronik ve savunma sanayisi üretimleridir. Biyomalzeme alanında genelde Ti, paslanmaz çelik, Co ve Mg alaşımları kullanılmaktadır [25-30].

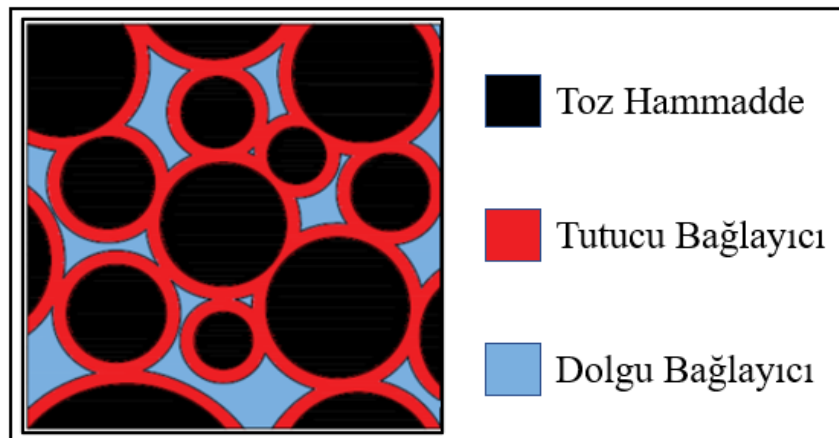
## 2.1. TOZ ENJEKSİYON BAĞLAYICI POLİMERLERİ

Polimerler; mer olarak adlandırılan tekil zincirlerin birbirlerine paylaşımli kovalent bazlı bağlanmasıyla oluşurlar. Polimerler merlerden oluşan amorf yapılardır. Genelde temel bileşen C elementi olup H ve O ikincil zincirleri oluşturmaktadır. Bunların yanı sıra diğer elementlerin de yapıya eklenmesi ile farklı özelliklere sahip polimer yapıları elde edilmektedir. Şekil 2.2’de basit bir polimerin (polipropilen) zincir bağ yapısı görülmektedir [5, 8, 11, 31].



Şekil 2.2. Polimer zincir örneği [31].

Polimerler, piyasada çok sıklıkla kullanılan ürünler olsa da uzmanlık gerektiren türleri daha kısıtlı ve özel alanlarda kullanılmaktadır [31]. TEK sistemlerinde ise polimer kimyasından uzak sadece temel özellikler baz alınarak polimerler değerlendirilir [3]. TEK sistemleri için polimer bağlayıcı yapısının fiziksel özellikleri bilinmelidir [2]. Akıcılık (viskozite), yapışkanlık oranı, zincir çözünme sıcaklığı, ıslatabilirlik ve katı durumdaki rijitlik oranı gibi değişkenler önemli parametrelerdir [5, 15]. Bu yüzden TEK sistemlerinde iki farklı polimer türünden faydalanılır. Bunlardan ilki toz malzemeleri katı durumda rijit şekilde tutan yapışkan yapılardır. Bu bağlayıcı tipi bir örümcek ağı şeklinde tüm yapıya dağılır ve iskelet görevi görmektedir. Bu polimer bağlayıcılar “*tutucu bağlayıcı*” (TB) olarak adlandırılırlar. TB yapıları toz hammaddeleri, kalıplanan şekilde bir arada tutmak için yapıda bulunmaktadır. TB yapıları ve tozlar haricinde kalan hacimsel boşlukları doldurmak için ise düşük kuvvetli zincir bağına sahip ve düşük sıcaklıklarda eriyen “*dolgu bağlayıcı*” (DB) görevinde bulunan ikincil polimerler kullanılır. DB yapıları genelde -wax- olarak adlandırılan dolgu görevi gören yapılardır. Hacimsel boşlukları yüksek akıcılık oranı sebebiyle tamamen doldururlar. Son olarak TEK sistemlerinde tüm polimer reçetesini akıcı ve plastikleştirici yapıya getirmek için yağlayıcı polimerler kullanılmaktadır. Bu şekilde genelde “*tutucu, dolgu ve yağlayıcı*” olarak 3 bileşenden oluşan polimer reçetesi ile bağlayıcı formülü oluşmaktadır [5, 10, 11, 32-34]. Şekil 2.3'te bağlayıcı tipleri gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Bağlayıcı polimer gösterimi.

### 2.1.1. Tutucu Bağlayıcı Görevindeki Polimerler

TB yapıları TEK sistemlerinde vazgeçilmez unsurlardır. Genelde çok yapışkan (adhesif) özellikte olan bu yapılar, 0,9-2,5 gr/cm<sup>3</sup> arasında yoğunluğa sahip, akıcılığı nispeten düşük yapılardır. Bu aşamada *Viskozite*; polimerlerin ısı karşısındaki kazandıkları akıcılık miktarı olarak tanımlanabilir ve molekül ağırlığına bağlıdır. Dolayısıyla moleküller arası kuvvetin değerine göre polimerler aynı sıcaklıkta farklı akıcılık oranı göstermektedirler. Böylelikle molekül ağırlığı fazla olan polimerler akıcılığı azaltırken molekül ağırlığı düşük olan polimerler akıcılığı hızlandırır. Bu oran TEK sistemlerinde çoğunlukla takip edilir ve rapor edilen bir parametredir. Erime sonucunda akıcılık kazanma sıcaklıkları ise 150°C-300°C aralığındadır [5, 11, 31, 35]. TEK sistemlerinde genelde kullanılan bazı TB polimerlerin temel fiziksel özellikleri Çizelge 2.1’de verilmiştir [5, 11, 31, 35].

Çizelge 2.1. TEK sistemlerinde kullanılan bazı tutucu polimerler.

Bağlayıcı	Kısa adı	Yoğunluğu gr/cm <sup>3</sup>	Erime Sıcaklığı °C
Polipropilen	PP	0,94	160
Polietilen	PE	0,97	150
Etilenvinilasetat	EVA	1,19	185
Polimetilmetaakrilat	PMMA	1,18	160
Polistiren	PS	1,03	210
Akrilonitrilbütadienstiren	ABS	1,04	245

### 2.1.2. Dolgu Bağlayıcı Görevindeki Polimerler

DB yapıları düşük kuvvetli zincir bağına sahip ve genelde wax olarak bilinen polimer türleridir. Doğal olarak bulunabilen türlerinin yanında endüstriyel olarak üretilen birçok DB yapısı mevcuttur. DB polimerleri TEK yapısında dolgu görevi görürler ve yapışkanlık özellikleri TB polimerlerine göre çok düşüktür. Ancak mer zincirleri zayıf bağlı olduğu için 60°C-90°C sıcaklık aralığında çok akıcı forma geçerler. TEK ürünlerinde kullanım sebebi; ön çözündürme (solüsyon) aşamasında yapıdan basitçe uzaklaştırılarak ürün içerisinde mikro gözenek ve kanallar oluşmasını sağlamaktadır. Böylece sinter aşamasında TB polimerlerin yapıdan ayrılmasını kolaylaştırırlar.

Yoğunlukları 0,9-1,2 gr/cm<sup>3</sup> aralığında ve genelde erime sıcaklıkları 100 °C altındadır [5, 8, 31, 36-38]. Çizelge 2.2’de TEK sistemlerinde genelde kullanılan bazı DB polimerleri listelenmiştir.

Çizelge 2.2. TEK sistemlerinde kullanılan bazı dolgu polimerler.

Bağlayıcı	Kısa adı	Yoğunluğu gr/cm <sup>3</sup>	Erime Sıcaklığı °C
Polietilenglikol	PEG	1,2	85
Parafinwax	PW	0,95	60
Carnaubawax	CW	0,97	55
Polietilenwax	PEW	1,1	90
Bal mumu	BeeW	0,96	55

### 2.1.3. Yağlayıcı Katkılar

TEK sistemlerinde kullanılan bağlayıcı polimerler genelde granül tipinde üretilirler. Erime anında bu yapılar bir yağlayıcı katkıya ihtiyaç duyarlar. Bu yağlayıcılar hem akıcılığı arttırırken hem de zincirler arası bağ kuvvetini arttırırlar. Farklı zincir yapısına sahip polimerlerin birbiri arasındaki sürtünme direncini düşürürler. Böylelikle daha akıcı ve rijit bir enjeksiyon rejimi vermeye yardımcı olurlar. Yapıda genelde hacimce en fazla %5 oranında bulunurlar. En çok kullanılan örnekleri stearik asit (SA), waxE ve waxOP olarak adlandırılan uzun zincirli yapılardır [5, 8, 31, 36, 37, 39].

## 2.2. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA TOZLARI

TEK sistemlerinde kullanılan toz hammaddeler genelde metal olarak kullanılırken bazı aşamalarda seramik şeklinde de kullanılmaktadır. Toz tanelerinin geometrik şekli ve büyüklüğü çok önemli değişkenlerdir. Toz metalürjisi genel kurallarında ise en fazla 50 µm toz büyüklüğünde ve küresel formdaki partiküllerin kullanılması esastır. Böylelikle beklenen yüksek yüzey alanına ulaşılmış olacaktır. Nano boylardaki tozlar ise yüksek oksitlenebilirlik dezavantajı sebebiyle tercih edilmemektedir. Alaşım oluşturmak adına farklı elementlerin tozları karışıma eklendiğinde ise tane çapları arasındaki fark en fazla %15-20 oranla sınırlı kalmalıdır. D<sub>90</sub> tane büyüklüğü genelde

50 µm olan partiküller bu süreçte en iyi sonucu vermektedir. Element bazlı tozların yanı sıra alaşım bazlı partiküllerde TEK sistemlerinde kullanılmaktadır [2-4, 15, 40].

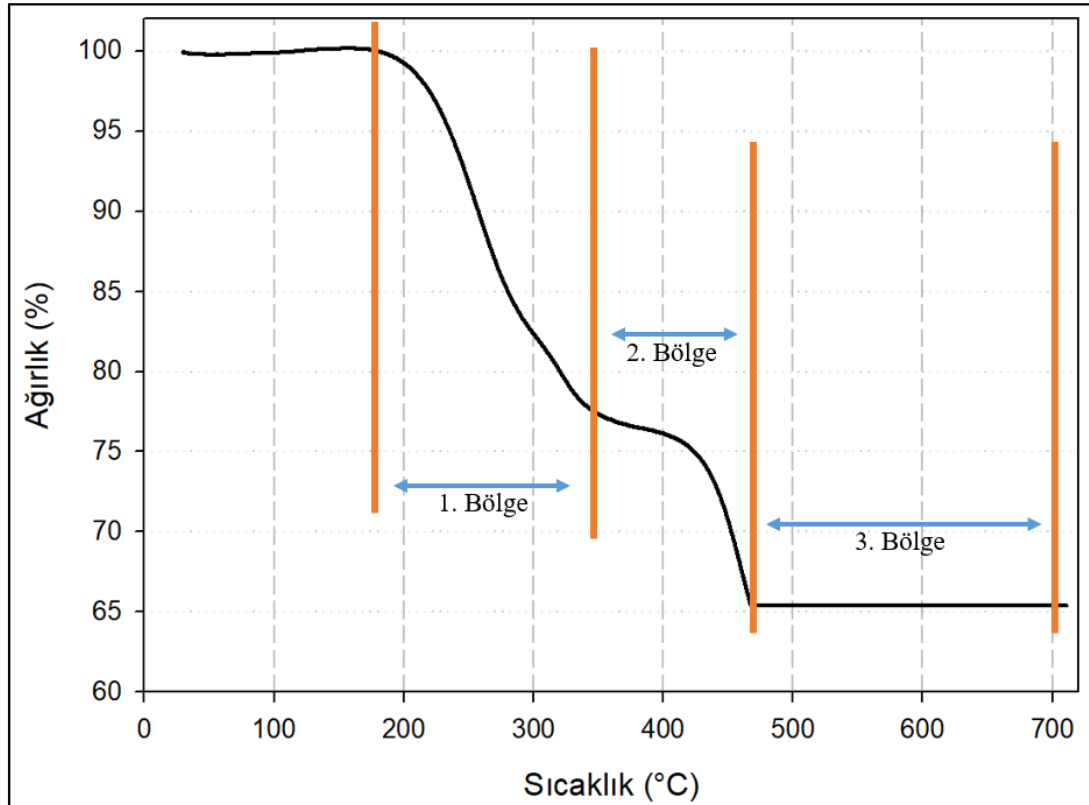
Besleyici ürün hazırlanması aşamasında polimer bağlayıcı yapı içerisinde toz tane büyüklüğü ve geometrik formu çok önemlidir. Çünkü bu değişkenler FS yapısının akıcılık oranını direk etkilemektedir. Bu süreçte viskozite ve reoloji ölçümleri alınarak akıcılık hesaplamaları yapılmalıdır. TEK sistemlerinde en çok kullanılan metal hammaddeler sektöre göre değişiklik göstermektedir. Uzay alanında düşük yoğunluklu alaşımlar kullanılırken biyo alanında korozif direnci yüksek alaşımlar tercih edilmektedir [3, 8, 10, 11, 15, 20, 41].

### **2.3. BESLEME HAMMADDESİ HAZIRLAMA**

TEK sistemlerinde en önemli parametreler FS yapısında tayin edilmektedir. FS yapısının akıcılık oranı, bağlayıcı/toz oranı, geometrik tipi, basma dayanımı, homojen karışımı, katılma hızı vb. özellikleri bilinmelidir. FS yapısındaki TB ve DB bileşenlerinin oranı bağlayıcının viskozite değerini vermektedir. Bu oran yağlayıcı katkılarla atırılabilir. Ancak TEK mantığında bulunan ve bağlayıcıya eklenen toz partiküller bu akıcılık oranını çok fazla düşürmektedir. FS yapısı içindeki toz oranı arttıkça bağıl viskozite yükselmektedir. Bu yüksek viskozite ise enjeksiyon aşamasında çok fazla hatanın ortaya çıkmasına sebep olmaktadır [5, 8, 9, 15, 31].

FS yapısındaki bağlayıcı/toz oranı, akıcılığı etkilerken bu oran polimer yapının ıslatabilme oranına göre de değişiklik gösterebilmektedir. TEK sistemlerinde bu oran genelde hacimce %60-70 toz ve %30-40 bağlayıcı olarak uygulanmaktadır. Ancak bu oran kalıplama anındaki basınç türüne göre değişiklik göstermektedir. Bunun yanı sıra FS yapısı içerisinde bulunan TB, DB ve yağlayıcı katkı yapıları da kendi içerisinde farklı oranlarda karışıma eklenmektedir. DB yapısı her zaman ana bileşen olurken TB yapısı da tüm tozları ıslatabilecek oranda olmalıdır. Böylelikle tüm tozları bir arada tutan yapışkan TB yapısı ürünü rijit tutarken DB yapısı da kalan hacimsel boşlukları doldurabilecektir. Yağlayıcı katkı ise toz formunda çok düşük oranlarda yapıya ilave edilmektedir [7, 10, 11, 42].

FS yapısının sıcaklık karşısındaki tepkisi de hem kalıplama hem de çözüldürme ve sinterleme aşamalarında önemlidir. Bunun için FS yapısındaki bağlayıcıların hangi sıcaklıkta beklenen akıcılıkta olduğu ve hangi sıcaklıkta yapıdan tamamen uzaklaştığı bilinmelidir. Akıcılık tayini için viskozite ve reoloji ölçümleri yapılarak bu değerler en uygun orana getirilebilir. Yapıdan tamamen uzaklaşması ise “*Thermo gravimetric analyse*” (TGA) olarak bilinen sıcaklık karşısındaki ağırlık kaybı deneyi ile belirlenmektedir. TGA eğrisi sıcaklık arttıkça oluşan ağırlık kaybı değişkenine göre çizilir ve ağırlık sabitlenene kadar devam eder. FS yapısının TGA grafiği TÇ sıcaklığını vermektedir [24, 32, 33, 39, 43]. Şekil 2.4’te temel bir TGA grafiği gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Temel bir TGA grafiği.

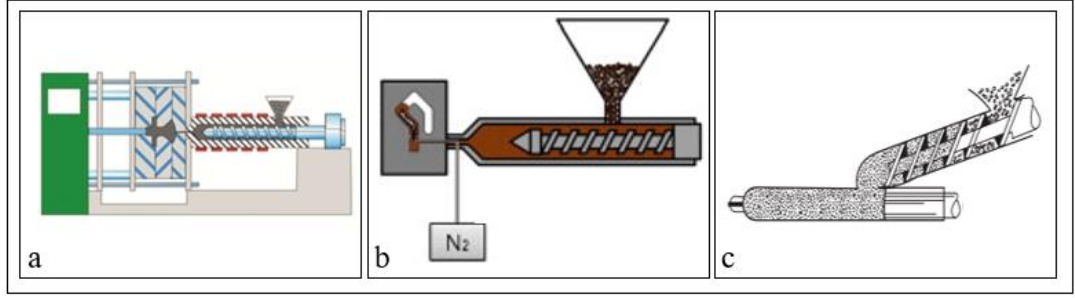
TGA grafiğinde 1. Bölge bağlayıcıların akıcı hale geldiği ve kalıplama anındaki akıcılık sıcaklığının başlangıcını vermektedir. 2. Bölge TB polimerinin yapıdan uzaklaşma sıcaklığını göstermektedir. 3. Bölgede ise DB ve TB yapıları tamamen

yapıdan uzaklaşmış ve kuru madde kalmıştır [32, 33]. Örnek olarak verilen bu grafiğe göre (Şekil 2.4) kalıplama sıcaklığı 200°C, TÇ sıcaklığı ise 375°C olarak belirlenebilir.

Son olarak FS yapısının hazırlanmasındaki süreç karıştırma durumudur. Karıştırma yeterli miktarda yapılmadığında her noktada bağlayıcı ve toz yapıları homojen oranda olmayacaktır. Karıştırma genelde polimerlerin erime sıcaklığına yakın bir sıcaklıkta ve jel kıvamında gerçekleştirilir. Karıştırma sonucunda oluşan FS yapısının akışkan forma geçiş sürecindeki tork (akışkanlık değerine gösterilen zorluk) değeri ölçülerek kalıplama basıncı belirlenmektedir. Bu tork değeri reolojik olarak ölçülebilir ve N.m cinsinden bir değer olarak belirlenir. Tork çok düşük olduğunda FS yapısı yeteri kadar homojen olsa bile yapı kalıplama anında homojenliğini kaybedecektir. Tork çok yüksek ise kalıplama kuvveti artacak ve homojenliğin yanı sıra son ürünün geometrik formu etkilenecektir. FS yapısının reolojik olarak yüksek tork değeri kalıp içindeki dolum sürecini etkileyecek ve dolum hataları ortaya çıkacaktır. Sonuç olarak bir TEK sistemindeki son ürünün kabul edilebilir olması FS yapısının tüm özelliklerine bağlıdır [24, 33, 44, 45].

#### **2.4. KALIPLAMA**

TEK sistemlerinde kalıplama kendi içinde çok değişken bir süreci barındırmaktadır. Kalıplama yöntemi son ürüne göre değişiklik gösterirken genelde yüksek basınç ile yapılmaktadır. Kalıplama akıcılık oranının uygun olduğu bir sıcaklıkta ve enjeksiyon makinelerinde uygulanmaktadır. Bu kalıplama enjeksiyon makineleri vida, pres ve gaz kuvvetleri ile basınç oluşturabilmektedir. Endüstride genelde vida tipi kalıplama üniteleri kullanılırken daha özel durumlarda gaz ve özel pres kuvvetleri kullanılmaktadır. Çünkü vida tipi cihazlarda ortaya çıkan hatalar hassas üretimlerde diğer yöntemlerin geliştirilmesinin önünü açmıştır. Vida tipi uygulamalarda bağlayıcı/toz homojenliği kısmen kaybolurken uygulanabilirlik açısından en başarılı yöntemdir. İçi boş malzemelerin üretiminde ise bir gaz basıncından ve üfleme sisteminden yararlanılmaktadır. Son olarak hassas ürünlerde ise gaz basınçlı pistonların kullanımı son yıllarda artmıştır. Genelde kullanılan her üç üretim yöntemi Şekil 2.5'te gösterilmiştir [13, 36, 46, 47].



Şekil 2.5. TEK üretim yöntemleri [7, 11].

Bahsi geçen tüm kalıplama sistemleri pnömatik ve hidrolik ünitelerin ürettiği kuvvetlerle hareket ettirilmektedir. Tekrarlayan kuvvetlerin süre, sıcaklık, basınç miktarı vb. parametreleri kontrol edilerek seri üretim süreci geliştirilmiştir. Bu aşamalarda kontrol ünitelerinden PLC ve elektronik valf gibi ekipmanlardan yardım alınmaktadır. Böylece tamamen bir program akışına bağlı tam otomatik sistemler kullanılmaktadır [11, 24].

Kalıplama sürecindeki bir diğer ana başlık ise kalıp tasarımı ve kalıp yüzey kalitesinden oluşmaktadır. Kalıp tasarımı enjeksiyon ürünün katılma sıcaklığı ve süresi dikkate alınarak hesaplanmaktadır. Bu hesap içerisinde kalıp malzemesinin ısı iletim katsayısı, birim zamandaki ürün alma miktarı, kalıp iç boşluk hacmi gibi parametreler önem arz etmektedir. Temel bir plastik enjeksiyon kalıbı; sabitleme pimi, eksen alma pimleri, ürün itme pimi, rezistans, termokupl ve boşluk maçası gibi ekipmanları barındırmaktadır. Tasarımın yanı sıra plastik hammaddenin dolacağı kalıp yüzeyi de önemli bir etkidir. Ürüne temas edecek kalıp iç yüzeyleri özel kumlama ve yüzey parlatma işlemleri ile mümkün olan en düşük yüzey pürüzlülük seviyesine getirilmelidir. Bu pürüzlülük seviyesi ürünün kalitesini ve üretim sonrası kalıptan ayrılma kolaylığını etkilemektedir. Son olarak kalıp malzemeleri genelde aşınma oranı düşük ve yüksek alaşımli çeliklerden imal edilmektedir. Böylece tekrarlı yük ve çalışma sırasında ilk toleranslarını korumaktadırlar [24, 33, 48].

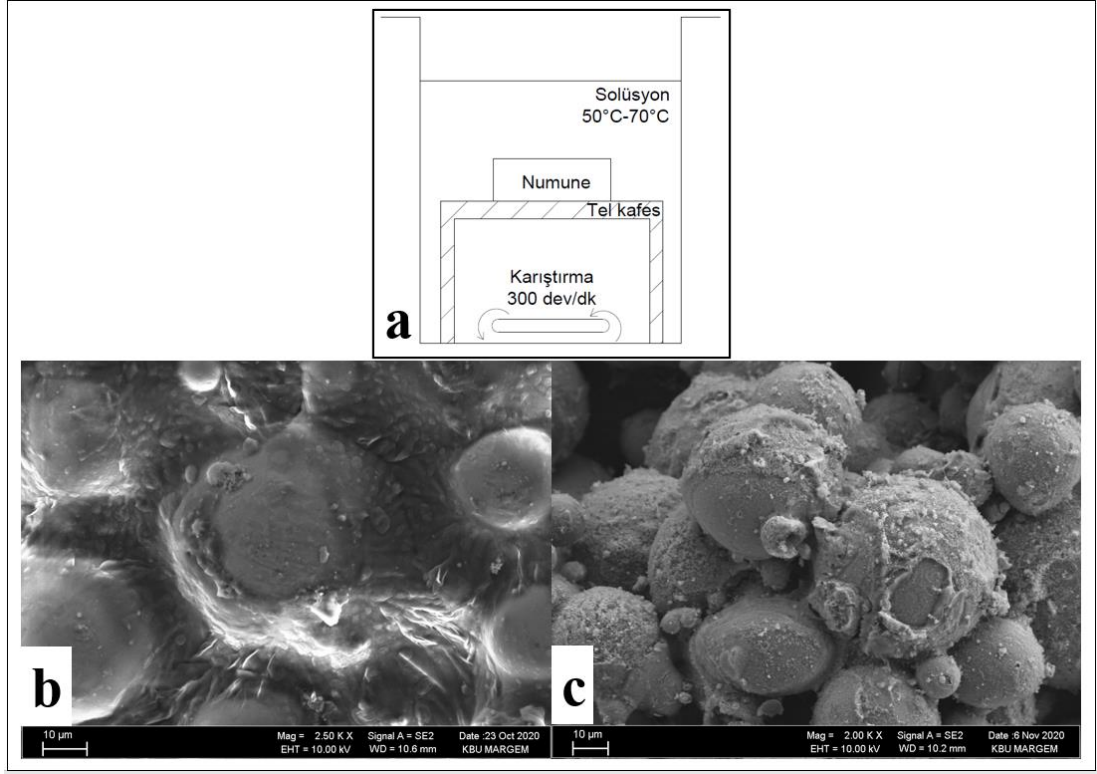
## 2.5. SOLÜSYON ÇÖZÜNDÜRME

TEK ürünlerinin kalıplama sonrası üretilen haline uygulanan temel süreçlerden bir tanesi de solüsyon içerisinde ve belirli sıcaklıktaki ilk çözündürme sürecidir. Bu işlem



genelde 50°C-70°C aralığında ve hareketli bir solüsyon içerisinde uygulanır. Amaç kalıplama sonrasında yapıdaki DB polimerin bir miktarının yapıdan uzaklaşmasını sağlamaktır. Böylece TÇ ve sinter basamaklarının önü açılmış olacaktır. Bu işlemle yapıdaki DB eriyerek çözeltiye karışır ve ilk haline göre daha gözenekli bir yapı oluşur. Oluşan bu mikro gözenekler sinter anındaki olası gaz çıkışları için bir egzoz görevi görecektir. Böylece oluşan gazlar yapıda bir kırılma ve/veya çatlama yapmaksızın yapıdan ayrılacaklardır. Sonuç olarak istenilen ürün kalitesi için bu ilk çözündürme aşaması gerekli bir süreçtir. İlk çözündürme sonrasında ulaşılan ürüne literatürde “*Brown part*” ismi verilmiştir [2, 3, 48].

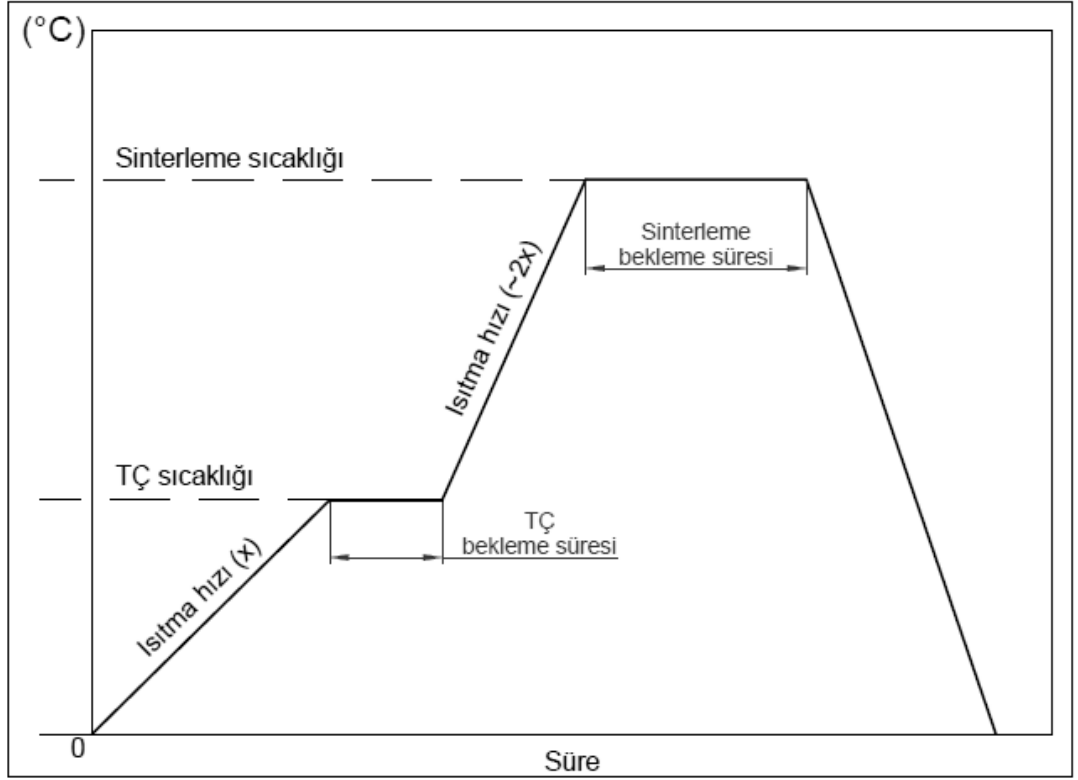
Bu ilk çözündürme sürecinde, kullanılan DB polimerine göre bir sıcaklık ve solüsyon seçilmelidir. Örneğin PEG için %10 yoğunlukta hekzan + distile su ve 60°C sıcaklık gerekirken, PW için sadece 70°C distile su kullanılması yeterli olacaktır. Süre ise numunenin hacimsel büyüklüğüne bağlıdır. İlk çözündürme öncesinde ve sonrasında alınan ağırlık ölçümleri ile DB miktarının ne kadarının yapıdan uzaklaştığı belirlenmektedir. Bu işlem sonucunda DB miktarının en az %60 oranında azalması beklenmektedir [23, 35, 49, 50]. Şekil 2.6’da hem ilk çözündürme süreci için bir çizim gösterilirken, bu işlem öncesinde ve sonrasındaki SEM görüntüleri görülmektedir. SEM görüntüleri bu tez kapsamındaki çalışmalardan alınmıştır.



Şekil 2.6. İlk çözündürme süreci (a) ve elde edilen yapılar (b,c).

## 2.6. TERMAL ÇÖZÜNDÜRME VE SİNERLEME

TEK üretim prosesindeki en son aşama olarak, TÇ ve sinterleme süreci genelde bir arada yapılmaktadır. TÇ sürecinde yapıdaki TB polimeri uzaklaştırırken sıcaklık artışı devam ettirilerek sinterleme aşaması gerçekleştirilir. TÇ sıcaklığı TGA grafiğindeki 2. Bölgedeki sıcaklığa bağlıdır (Şekil 2.4). TÇ sıcaklığındaki bekleme süresi ise ürünün hacimsel büyüklüğüne bağlıdır ve genelde malzeme merkezi ile yüzeyi arasındaki her 2 mm için 1 saat olarak belirlenir [35]. Sonrasında daha hızlı sıcaklık artışı ile ana elementin sinterleme sıcaklığında yapı bekletilir. Sonrasında oda sıcaklığına kadar soğutulan numune son ürün halini almıştır. Bu son ürün literatürde “*green part*” olarak bilinmektedir [2, 3, 15]. Şekil 2.7’de bir TEK numunesi için genelde uygulanması gereken bir ısıl rejim gözükmemektedir.



Şekil 2.7. Temel bir TÇ ve sinter ısıl rejimi.

TÇ sıcaklığına ulaşan numunede bekleme süresi boyunca gaz ve duman çıkışı beklenir. Sonrasında yapıdaki tozları bir arada tutan TÇ polimeri artık yapıda olmadığı için daha hızlı bir ısıtma ile yapı sinter sıcaklığına ulaştırılmaktadır [11]. Böylece sinter sıcaklığına kadar süreçte tozlar klasik toz metalürjisi kanunları çerçevesinde bağlanma, boyun verme ve birleşme süreçlerini gerçekleştirirler. Böylece yapı sinterlenmiş ve son ürün halini almış olacaktır. Bu ısıl süreç sırasında oluşan gaz ve duman çıkışı için (alaşıma göre atmosfer kontrollü ve/veya hava sirkülasyonu olacak şekilde) uygun bir fırın kullanımı önemlidir. Aksi takdirde ortamda bulunan polimerin yanması ve yapıdan uzaklaşması sırasında serbest kalan C ve O atomları alaşımı oksitleyecek ve istenen kaliteye ulaşmayı engelleyecektir [4, 8, 51].

## BÖLÜM 3

### BİYO-MALZEMELER VE BİYO-UYUMLULUK

Malzemeler, her aşamada kullanılan farklı üretim yöntemleri ile son halini alan ürünlerdir. Malzeme biliminin gelişmesiyle bazı malzemelerin insan hayatında ve insan vücudunda yeri de tartışılır hale gelmiştir. Herhangi bir vücut deformasyonu sonrasında bir malzemenin vücut içerisine ve/veya dışarısına monte edilmesi fikri yıllardır süregelen bir kavramdır. Böylece deformasyon sonucunda eski işlevini kaybeden vücut bölgelerine iç ve dış destekçi olarak malzemeler kullanılmaktadır. Bu malzemeler ilk başlarda genelde vücut dışına eklense de sonraki yıllarda vücut içine yerleştirilmeye başlanmıştır. Bu şekilde vücuttaki deformasyonları giderici bu malzemelere literatürde “*biyo-malzeme*” (BM) ismi verilmiştir [52-54].

BM insan hayatı için çok büyük önem arz ederken bu malzemelerin canlı dokuya uyumu da son derece önemlidir. Uyum; öncelikle tasarım olarak düşünülse de bu malzemelerin vücut ile herhangi bir tepkimesi sonucundaki durumlarda bu süreci etkilemektedir. Böylece hem tasarım hem de kimyasal uygunluk bir implant malzeme için takip edilmesi gereken bir aşamadır. Bu aşama ise literatürde “*biyo-uyumluluk*” olarak bilinmektedir [54-56].

#### 3.1. BİYO-MALZEMELER

BM vücuttaki herhangi bir deformasyonu giderebilmek ve azaltabilmek adına kullanılan ürünlerdir. Vücut dışındaki alanlarda destekçi olarak kullanılan BM yapıları örneğin dış atel, gözlük, yara bandı, kulak duyum cihazı, dış protezler gibi ürünler sadece deri teması yapmaktadır. Vücut içerisinde ise BM yapıları doku, kan ve vücut sıvıları ile farklı pH dengeleri altında bulunmaktadır. Bu yüzden vücut dışında kullanılan ürünlerin geliştirilmesi ve üretimi nispeten daha kolaydır. Ancak vücut içinde bulunan kalça protezi, lens, diş implantı, stent, kalp pili, yapay damar gibi malzemelerin kimyasal tepkimeleri iyi derecede bilinmelidir [54, 56]. İç implant

çeşitlerinin yanı sıra bu ürünlerin üretildiği malzeme alaşımları da çok büyük önem arz etmektedir. Bu yüzden bir kalça protezinde gerekli dayanım miktarı ile kemik dokusuna uyumlu bir alaşımında kullanılması elzemdir. Tüm değişkenler altında literatürde çok sayıda BM türü hem fiziksel hem de kimyasal açıdan incelenmektedir. Bu çerçevede örneğin bir kemik yapısı için süngerimsi görüntüsü olan mikro gözenekli bir malzeme tercih edilirken bir kalp stenti için tel kafes şeklinde kan ile tepkimeye girmeyen bir alaşım kullanılmaktadır [57]. Böylece kullanılan ürünün tasarımı ve bunun yanı sıra kimyasal yapısı çok önemlidir. BM olarak kullanılan alaşımların başında paslanmaz çelikler, Ti alaşımları, Co alaşımları, Mg alaşımları veya seramik matrisli yapılar yer almaktadır. Bu alaşım türleri vücut içerisindeki kullanım yerine göre seçilmektedir. Şekil 2.8’de bazı BM ürünleri ve üretildikleri malzemeler verilmiştir [58, 59].

	Omuz implantı  Paslanmaz Çelik		Diş implantı  Mg alaşımı Ti Alaşımı CoCrMo alaşımı
	Ortopedik yapı sabitleyici  Paslanmaz Çelik ve Ti Alaşımı		Femur başı implantı  Paslanmaz Çelik ve Seramik

Şekil 3.1. Bazı BM ürünleri ve alaşım çeşitleri.

BM yapıların insan hayatına direk etkisi sebebiyle uygulama aşaması çok önem arz etmektedir. Deforme olan bir noktaya cerrahi işlem ile implante edilen bir BM yapısının tekrar cerrahi işlem ile vücuttan çıkarılması aşaması istenmeyen bir durumdur. Bu sebeple son yıllarda Mg, Ca ve Zn gibi vücutta zaten mineral düzeyinde bulunan (makro veya iz düzeyde) elementlerin alaşımları ile üretilen BM yapıları

geliştirilmiştir. Bu yapılar vücutta ilk cerrahi işlem sonrasında tekrar çıkartılmamakta ve korozif olarak dokuyla birleşmesi beklenmektedir [60-64]. Bu tip BM ürünlerine literatürde “*biyo-çözünabilir biyo-malzemeler*” ismi verilmiştir. Kan ve benzeri vücut sıvıları karşısında tepkimeye girmesi ve çözünmesine rağmen toksik etki oluşturmayan bu alaşımlar son yıllarda tercih sebebi olmuştur. Bu konudaki en kabul edilebilir matris elementi Mg olarak bilinmektedir [65, 66]. Bu yüzden gelişen BM sektöründe bazı stent ve diş implantı türleri Mg alaşımlarından üretilmeye başlanmıştır [59]. Ancak bu aşamada hangi elementin vücutta hangi enzimi, hormonu ve/veya aktiviteyi harekete geçirdiği bilinmeli ve biyo-çözünbilirlik konusu bu çerçevede değerlendirilmelidir. Makro düzeyde bulunması gereken (Ca, P, Mg, O, C, H, N, Na, K, Cl) veya iz düzeyde bulunmasına izin verilen (Fe, Cu, Mn, Zn, Co, Mo) elementler standartlarda ve literatürde yerini almıştır [14, 54].

Başka bir bakışla BM vücut içerisine cerrahi operasyonla eklendiğinde kalça protezi, doku sabitleyici, omuz protezi gibi ürünler hacimsel olarak büyük ürünlerdir. Bu aşamada gerçek kemik dokusunun yaklaşık  $2,1 \text{ gr/cm}^3$  olan yoğunluğundan fazla olduğunda BM ürünleri anatomik bir bozukluğa sebep olacak ve ağırlık etkisi yapacaktır. Bu sonuç vücut anatomisini bozacak ve iskelet yapısının diğer bileşenlerini etkileyecektir. Bu sebeple ortalama vücut yoğunluğundan ( $2,1 \text{ gr/cm}^3$ ) yaklaşık 4 kat ağır bir paslanmaz çelik alaşımı ( $7,95 \text{ gr/cm}^3$ ) kullanmak yerine daha yakın değerdeki bir Mg alaşımı ( $2,74 \text{ gr/cm}^3$ ) implant kullanmak daha yerinde olacaktır. Sonuç olarak hafif alaşımlar gelecek nesildeki BM ürünlerini oluşturacaktır [12, 14, 67].

### **3.2. BİYO-UYUMLULUK**

BM ürünleri birçok alaşımdan üretilmekte ve vücuda eklenmektedir. Deformasyon bölgesinin özelliklerine göre özel olarak üretilen BM yapıları o alanda en iyi sonucu verecek alaşımlar olmalıdır. Bu yüzden literatürde “*biyo-uyumluluk*” olarak adlandırılan alt başlığın çok iyi irdelenmesi ve araştırılması gerekmektedir. Bu aşamada bir alaşımın biyo-uyumluluğunu tayin edebilmek adına bir dizi deney süreci vardır. Bu deney süreçleri kendi içerisinde “*in-vitro*” ve “*in-vivo*” olmak üzere 2 temel başlık altında toplanırlar. İn-vitro deneyler herhangi bir canlı doku dışında yapay ortamlarda gerçekleştirilirken, in-vivo deneyler ise canlı bir deney hayvanı üzerinde

yapılan deneyleri kapsamaktadır. Bu deneylerle BM yapılarının biyo-uyumluluk süreçleri incelenmektedir [14, 68, 69]. İn-vivo deneyler kesinlikle bir etik kurul kararı ile yapılırken yapay ortam deneylerinde bir etik kurul izni aranmaksızın deneyler yapılabilmektedir [68].

### 3.2.1. Yapay Ortam Deneyleri

Yapay ortam deneyleri literatürde “in-vitro” deneyler olarak bilinmektedir. “*Vitro*” kelimesi laboratuvar ortamında yapay olarak uygulanan deneylere verilen genel isimdir. İn-vitro biyo deneyler ise; genelde yapay vücut sıvısı ortamlarında korozyon deneyleri uygulayarak yapılmaktadır. Biyolojik olarak ise; besi yeri havuzlarında üretilen bakterilerin bir çözelti halinde malzeme ile buluşturulması sonucu koloni sayımı, taşınımı veya canlılıkları üzerinden yola çıkılarak uygulanmaktadır. Bu tip deneyler sonucunda elde edilen veriler ışığında malzemenin ilk biyo-uyumluluk sonuçları alınmış olur [12, 69-71].

Klasik korozyon yöntemlerinden potansiyodinamik korozyon ve ağırlık kaybına bağlı kalınarak uygulanan daldırma korozyon deney yöntemleri en çok kullanılan türlerdir. Bu deneyler yapay vücut sıvısı ortamlarında uygulanır. Çözeltiler genelde benzerlik gösterse de literatürde bu solüsyonların varyasyonları kullanılarak temel veriler elde edilmeye çalışılmaktadır. Bu solüsyonlarda genelde bazik ve asidik kimyasal yapılar distile su ile karıştırılarak 36°C gibi vücut sıcaklığı ortamlarında uygulanmaktadır. Böylece yapay olarak bir modifiyeli vücut ortamı oluşturulmaya çalışılmaktadır [56, 60, 61].

Biyolojik olarak ise öncelikle bir bakterinin çok hızlı üremesi için gerekli besi yeri oluşturulur. Sonrasında elde edilen bu koloni bir çözelti yardımı ile malzeme ile aynı ortama alınır. Farklı konsantrasyonlarda ve farklı zamanlarda bakteri koloni durumu gözlenerek temel sonuçlara varılır. Bu deneylerin başında;

- a. Sitotoksisite
- b. Hücre taşınımı
- c. Osteoblast üremesi

- d. Yara iyileştirme
- e. Kan Etkileşimi
- f. Hemoliz testi

gibi deneyler gelmektedir. Bu deneyler ile canlı bir organizmanın BM yapısı ile buluşması sonucu tepkisinin ölçülmektedir [43, 60, 61, 72-74].

Sonuç olarak in-vitro deneylerde bir malzemenin, alaşımın, tasarımın ve ürünün ilk biyo sonuçları elde edilmiş olur. Bu testlerden başarılı sonuç alamayan BM yapılarının etik kurul kararı ile in-vivo deneylere alınması uygun değildir. Başka bir deyişle bir BM ürününün için ilk aşamada belli başlı in-vitro deneyler sonucunda ilk uyumluluk sonuçlarını alması gerekmektedir [43, 61-63].

### **3.2.2. Canlı Ortam Deneyleri**

Canlı ortam deneyleri literatürde “in-vivo” deneyler olarak isimlendirilmiştir. “*Vivo*” kelimesi canlı anlamına gelen ve canlı organizmaların kullanılması ile yapılan deneylere verilen isimdir. İn-vivo biyo deneyler ise; sadece yapay ortamlarda gerekli uygunluk seviyelerini tamamlamış BM ürünlerine uygulanmaktadır. Bu deneylerin temelinde bir canlı denek üzerinde üretilen ürünün denenmesi vardır. Bu canlı denekler BM ürününün tipi, büyüklüğü ve kimyasal yapısı gibi parametreler gözetilerek seçilir. Bu denekler genelde laboratuvar ortamlarında üremesi sağlanan rat, tavşan, ginue-pig, koyun vb. hayvanlardır. Etik değerler çerçevesinde en az sayıda denek kullanarak ürünler bu hayvanlara uygulanır. BM ürünün etkisini izlemek adına bir de kontrol grubu oluşturulmaktadır. Deneylerin planlanan süre sonrasında tamamlanması ve deneklerin yaşamına gerekli kurallar dahilinde son verilmesi gerekmektedir. Deneyler süresince deneklerin normal yeme-içme ve egzersiz durumlarının aynı şekilde seyretmesine genelde izin verilmektedir. Sonrasında uygulanan numuneler laboratuvar ortamında incelenerek biyo-uyumluluk sonuçları elde edilmeye çalışılmaktadır. Deneklerin organları ve uygun dokuları üzerinden elde edilen veriler biyo-uyumluluk için sonuçlara katkı sağlamaktadır [62, 70, 75-77].



Örneğin; bir kemik yapısına vida tipi uygulanan bir BM ürün etrafında oluşan kemik oluşumunu izlemek adına bu bölüm parçalanmadan çıkarılır. Sonrasında numune ile kemik arasındaki elementel geçiş incelenir. Bu geçiş ara yüzeyinde oksit, Pb, Al ve Fe gibi ağır elementler birikirse malzeme biyo uyumlu değildir. Ancak bunların aksine bu geçiş ara yüzeyinde kemik yapıcı Ca, P, Mg ve K gibi elementler çoğalırca canlı doku kemik üretimini tetiklemiş demektir. Bu değerler göz önünde bulundurularak uygulanan malzemenin kemik dokusuna uygunluğu tespit edilebilmektedir [76, 78, 79].

İn-vivo uygulama sonucunda ürün üzerindeki hasarlar ve uygulanan dokunun durumu çok önemli parametrelerdir. Bunun yanı sıra toksik etkinin ölçümü adına tüm organlarda gerekli biyolojik deneylerle incelenir [77, 80]. Örneğin; Mg-Zn-Al üçlü alaşımından oluşan bir malzemenin vücuda eklenmesi sonucu karaciğer incelenebilmektedir. Çünkü Al istenmeyen bir elementtir ve toksik etkisi bulunmaktadır. Ancak Al alaşımda serbest halde ise karaciğerde birikme yaparken bir bileşik halinde ise karaciğerde bir elementel artış beklenmemektedir. Böylece Al elementinin yapıdaki % oranı önemli bir parametredir. Karaciğer yapısının bu denli incelenmesi malzemenin alaşımının biyo uygunluğu hakkında fikir vermektedir [14, 62, 81].

Son olarak BM ürünleri deneklere genelde cerrahi operasyonla etik kurallar dahilinde anestezi altında uygulanır. Bu işlemler etik kurul kararları ile deney hayvanı kullanım iznine sahip hekimler tarafından uygulanmaktadır. Böylelikle elde edilen verilerle bir ürünün biyo-uyumlu olarak insan vücuduna yerleştirilmesine izin verilebilir [80, 82, 83].

## BÖLÜM 4

### LİTERATÜR ÇALIŞMASI

Bu tez çalışması iki basamaklı bir süreçle şekillenmiştir. Çalışmamızın ilk basamağında bir TEK sistemi özgün olarak geliştirilmiş ve uygulanabilirliği üzerine yoğun çalışmalar yapılmıştır. İkinci basamakta ise bu özgün TEK sisteminde üretilen bazı alaşımların sinterlenmesi ile metalik forma geçiş süreci incelenmiştir. Son olarak TEK sisteminde üretilen alaşımların bir kısmına biyo-uyumluluk deneyleri uygulanarak bu sistemin hem metalik yapı üretilebilirliği hem de bu metalik alaşımların biyo verileri elde edilmiştir. Bu bağlamda “*literatür çalışması*” bölümü bu tez başlığı dahilinde son yıllarda yapılan çalışmaların bir derlemesi olarak hazırlanmıştır. Referans alınan bu çalışmalarda hem üretim yöntemlerinin pozitif / negatif yönleri irdelenmiş, hem de tez çalışmasına etkileri tartışılmıştır. Bazı alınan bu çalışmaların bazılarında ise TEK sistemlerinde üretilen metalik alaşımların biyo sonuçları karşılaştırılmıştır. Böylece literatür ile tez çalışması arasında bilgi geçişi özetlenmiştir.

Seramik esaslı malzemelerin TEK sistemi ile kalıplandığı bir çalışmada; kalıp yüzey kalitesi, temas açısı, adhezyon kuvvet ve yüzey enerjisi başlıkları incelenmiştir. PEG, PW, CW ve PE gibi polimerleri bağlayıcı olarak kullanılmış ve kalıplanabilme kabiliyeti tartışılmıştır. Seramik tozu olarak  $Al_2O_3$  ve  $ZrO_2$  ürünleri kullanılmıştır. Kalıp malzemesi olarak ise nitrasyon ve ısıl işlem yapılmış çelik malzemeler yer almıştır. Sonuç olarak ısıl işlem yapılmış kalıpta temas açısının daha iyi sonuçlar verdiği görülmüştür. Kullanılan bağlayıcı yapısıyla  $Al_2O_3$  malzemesinin ıslatabilirliğinin daha yüksek olduğu hesaplanmıştır. Böylece TEK sistemlerinde kalıp malzemesinin bağlayıcı polimerler ile olan ilgisi derlenmiştir [84].

Paslanmaz çelik alaşımının toz tane büyüklüğü dağılımının enjeksiyon kalıplama aşamasındaki üretime etkisinin tartışıldığı bir çalışmada, vida tipi makine ile yapılan TEK sürecinin tüm basamakları incelenmiştir. Bu çalışmada,  $D_{90}$  değeri 50  $\mu m$ , 23  $\mu m$  ve 7  $\mu m$  toz tane dağılımına sahip 17-4PH paslanmaz çelik tozları PW, PE, PP ve SA

bağlayıcı reçetesi ile kalıplanmıştır. Kalıplama sonrası ilk çözündürme heptan solüsyonunda 60°C/24saat olarak ve termal çözündürme ise 550°C/1saat şeklinde uygulanmıştır. Sinterleme ise 1300°C/4saat şartlarında tamamlanmıştır. Sonuçlara göre kalıplanabilme aşamasında en iyi reolojik değerleri 23 µm toz barındıran reçete göstermiştir. Ancak diğer tüm aşamalarda 50 µm toz tane büyüklüğüne sahip TEK ürünü başarılı olarak tespit edilmiştir. Böylece TEK sistemlerinde kullanıma en uygun toz tane büyüklüğünün yaklaşık değerleri literatüre kazandırılmıştır [45].

TEK sistemlerinin bir simülasyon programı ile analiz edildiği bir çalışmada; ürün akışı davranışları ve kesin malzeme verileri işlenmiştir. Reolojik deneylerden başlayarak ürün elde edilmesi aşamasına kadar tüm aşamalarda süreç simülasyon ile analiz edilmiştir. Aynı zamanda numuneler çalışma kapsamında üretilerek karşılaştırma yapılmıştır. Simüle ve gerçek numunelerin sonuçlarına göre ürün akış hızı, ürün kesme süreleri ve benzeri üretim maliyetini etkileyen parametreler incelenmiştir. Sonuç olarak simülasyon sürecinin gerçekte karşılaşılan maliyet hesabından çok farklı olduğu görülmüştür. Bu yüzden TEK sistemlerinde üretimin yanında sistemin analiz edilmesi de önemlidir sonucuna varılmıştır. Bu tip sistemlerde fiyat / performans dengesi hesaplamalarının yapılması gerektiğini ortaya koymuşlardır. Böylece sadece ürün üretmenin yanı sıra maliyet hesaplamasının da bu tip sistemlerde yapılması gerektiğini göstermiştir [39].

316L kalite paslanmaz çelik malzemeler için farklı kalıplama yöntemlerinin geliştirildiği bir çalışmada; PEG+PMMA polimer reçetesi kullanılmıştır. TEK kalıplama aşamasında ise hem pres tablası basıncı, hem de yüksek gaz basıncı kullanılmıştır. Pres tablası ile kalıplanan üründeki geometrik şekle göre farklı bölgelerde ve köşelerde homojen dağılımın kaybolduğu görülmüştür. Bu hataları gidermek adına gaz basıncı kullanılmıştır. Her iki kalıplama sisteminde üretilen numuneler farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş ve sertlik değerleri alınmıştır. Sonuçlara bakacak olursak gaz basıncı ile kalıplanan numunelerin tüm deneylerde daha başarılı olduğu görülmüştür. Elde edilen sonuçlarla TEK sistemlerinde kalıplama sürecinin önemi görülmüştür [85].

TEK üretim sisteminde kullanılan tozların metal olarak seçilmesi üzerine metal enjeksiyon kalıplama olarak isimlendirilmesi birçok çalışmada geçmektedir. Bu alanla ilgili hazırlanan bir kitapta ise MEK süreci tüm detayları ile ele alınmıştır. Örneğin kitabın 2. bölümünde MEK üretim sistemlerinin tasarımından bahsedilirken, gaz basıncı ile pres basıncı farklı farklı incelenmiştir. Homojen basma kuvveti değerlerinin uygun tasarımda gaz tipinde elde edilebileceği anlatılmıştır. Bir başka başlık olan 4. bölümde ise bağlayıcı tipinin ve reçetesinin sinterleme üzerine etkileri birçok makale ile açıklanmıştır. Yaklaşık 600 sayfalık bu uluslararası kitap bu konuda bir rehber niteliğinde hazırlanmıştır. Sonuç olarak TEK ve/veya MEK üretim yöntemleri kullanılırken tüm detayların incelenmesi gerekmektedir [33].

Paslanmaz çelik tozları üzerine TEK sisteminin irdelendiği bir çalışmada; toz partikül büyüklüğü ana değişken olarak değerlendirilmiştir. PW+PE yapısının bağlayıcı olarak kullanıldığı çalışmadan FS ürününe hacimce %66 oranında metalik toz ilavesi yapılmıştır. Bu metalik tozların boyut dağılımları göz önünde bulundurularak farklı numuneler elde edilmiştir. Birçok aşamanın test edildiği çalışmada toz partikül büyüklüğü dağılımının etkisi ile kalıplama kuvveti, akıcılık ve son ürünün yüzey kalitesi parametrelerinin değiştiği görülmüştür. Sonuç olarak bu çalışmaya göre toz büyüklüğü ve dağılım oranının takibi TEK ürününün başarısını etkilemektedir [29].

Seramik tozlarının kullanıldığı bir çalışmada; ürünler TEK sisteminde kalıplanmıştır. Bu çalışmada kalıplama sırasındaki yağlayıcı katkısı olarak kullanılan SA oranının etkisi incelenmiştir. Sonuç olarak hacimce %5 oranında FS yapısına ilave edilen yağlayıcının kalıplama sırasında oluşan bazı hataları giderdiği görülmüştür. Böylece polimer bağlayıcı reçetesinin bir yağlayıcı katkıya belli oranda ihtiyaç duyduğu sonucuna varılmıştır [86].

Farklı bağlayıcı polimer karışımlarının ve paslanmaz çelik malzemenin enjeksiyon kalıplama sürecinin irdelendiği bir çalışmada; farklı oranlarda reçeteye eklenen dört polimer malzeme kullanılmıştır. Kalıplanan numunede paslanmaz çelik olarak 316L kalite alaşım ağırlıkça %7 oranında bulunurken bağlayıcı polimerlerin toplamı %93 olarak uygulanmıştır. Sinterleme ise argon atmosferi ortamında 1380°C/3saat şartlarında yapılmıştır. Elde edilen numunelere uygulanan çekme deneyi ve diğer

deneyler sonucunda en başarılı sonucun TB olarak PE+PP yapısının kullanıldığı üründe ortaya çıktığı tespit edilmiştir. Böylece bağlayıcı yapısının belirlenmesi adına literatüre katkı sağlanmıştır [38].

Bağlayıcı yapısı ve formülasyonu üzerine yapılan bir çalışmada; PEG+PMMA iskelet yapısı üzerine harici bağlayıcılar eklenmiştir. Bu reçeteye farklı miktarlarda eklenen poli-vinil-pirolidon (PVP) katkısıyla ve %67 hacimde toz malzeme ile birlikte kalıplama yapılmıştır. Amaç; PEG yapısının ilk çözündürme aşamasında solüsyona karışmasıyla oluşan gözeneklerin bu PVP yapısıyla değişimini izlemektir. Farklı oranlardaki PVP katkısının etkisiyle gözenek miktarı, son yoğunluk ve % uzama değeri iyileşme göstermiştir. Bu çalışmada bağlayıcı reçetesinin son ürün üzerine etkisi incelenmiş ve başarılı sonuçlar elde edilmiştir [87].

TEK numunesinde ilk çözündürme aşamasında oluşan gözeneklerin oranı ve bu durumun son ürün üzerindeki etkisi bir çalışmada derlenmiştir. PEG+PMMA yapısı üzerine ilave edilen PVP polimerinin etkisi incelenmiştir. PEG polimerinin sıcaklığa göre durumu göz önünde bulundurularak gözeneklerin fiziksel parametreleri ele alınmıştır. Sonuç olarak PVP eklentisi son ürünün homojenliğini kabul edilebilir seviyede iyileştirmiştir. Bunun yanı sıra hem son yoğunluğa hem de eğilme dayanımına PVP varlığının etkisi görülmüştür. Deneyler sonucunda PVP yapısının son ürüne etkisi incelenmiş ve literatüre eklenmiştir [37].

TEK sistemlerinde kullanılan metalik tozların partikül büyüklerinin reolojik etkisi bir çalışmada incelenmiştir. Farklı oranlarda nano ve mikro boyutlara sahip tozları birbirine karıştırarak FS yapıları oluşturulmuştur. Elde edilen FS yapısının TGA grafikleri üzerinden teorik formüllerle doğrulamalar yapılmıştır. Reolojik incelemeler ve hesaplamalar sonucunda nano toz miktarının karışımdaki varlığı akıcılık ve ilk çözündürme parametrelerini etkilemiştir. Bu sonuçla MEK ve dolayısıyla TEK sistemlerindeki toz partikül büyüklüğü ortalamasının FS yapısı üzerindeki etkilerinin olduğu görülmüştür [88].

Geleneksel TEK üretim yöntemlerinde oluşan kısmi hataları gidermek adına geliştirilen birçok yeni sistem ve ünite mevcuttur. Bu konuyu baz alan bir çalışmada

ise kalıplama süreci üzerine yeni bir tasarımın düşük basınç ile (0,1 Pa.s) kullanımı derlenmiştir. Farklı kalıplar ve farklı enjeksiyon baskı tiplerinin incelemesiyle geleneksel yöntemlerin iyileştirilebileceği ele alınmıştır. Ayrıca bu çalışmada üretilen ürün hacmi çok küçük olduğu için sadece PW+SA polimer yapısı ile kalıplama yapılmıştır. Böylece hem farklı bir TEK sisteminin geliştirilmesi hem de hacme bağlı polimer reçetesinin etkisi incelenmiştir [89].

Oh J. W. Ve arkadaşları [34]; endüstriyel olarak TEK sisteminde üretilen birkaç cerrahi ekipmanın üretim optimizasyonunu irdelemişlerdir. Örneğin; hidrofobik olarak üretilmek istenen bir probun TEK sistemiyle üretimi ve üretimin nasıl optimize edileceği bu çalışmada ortaya koyulmuştur. Derleme sonucunda her ürünün üretim aşamasının birbirinden farklı geliştiği ve optimize sürecinin her farklı tasarımda tekrar gözden geçirilmesi gerektiği verisi elde edilmiştir.

Termal çözündürme sürecinin farklı uygulama durumlarının konu edildiği bir çalışmada paslanmaz çelik alaşımı kullanılmıştır. Termal çözündürme sürecini incelemek adına bekleme süresi, sıcaklık ve ısıtma hızı parametreleri değiştirilerek farklı numuneler elde edilmiştir. Numunede oluşan ağırlık kaybı dikkate alınarak yapılan incelemede veriler TGA grafiği ile desteklenmiştir. Çalışma sonucunda özellikle bekleme süresinin artmasıyla yapıdaki ağırlık değişiminin hızla değiştiği ve termal çözündürme sonrasındaki numunenin yüzey kalitesinin etkilendiği görülmüştür [90].

Mohammadi ve arkadaşları [91], Mg alaşımlarının TEK sisteminde kalıplanması ve sinterlenmesini incelemişlerdir. Sonuç olarak küresel tozların kullanıldığı çalışmada farklı sıcaklıklardaki sinter sürecinde elde edilen mikro yapılar karşılaştırılmıştır. Sinter sürecinin sıcaklık ve bekleme süresi parametrelerinin mikro yapı üzerindeki faz yapısına etkisi gözlemlenmiştir [91].

Metalik tozların yüzeyinde sinter aşamasında ortam etkisi ile oluşan oksit tabakasının durumu bir çalışma ile literatüre eklenmiştir. Bu çalışmada bahsedildiğine göre ortamda ve/veya kalıplama anındaki temiz olmayan ekipmanın etkisiyle bir oksit kalıntısı yapıda bulunabilmektedir. Bu oksit tabakasının genelde her toz tanesinin

yüzeyinde film şeklinde bulunduğu ve sinter anındaki bağlanma (bonding) aşamasını geciktirdiği tespit edilmiştir. Böylece oksit varlığının toz sinterleme aşamasındaki ortaya çıkarabileceği istenmeyen etkiler ortaya koyulmuştur [92].

Kompozit malzemelerin TEK üretim sistemi ile üretilmesi üzerine yapılan bir çalışmada; PW+PEG+PE+SA polimer reçetesi ile 316L+WC+CrC+Ni toz karışımı kullanılmıştır. Sonuç olarak karbür takviyeli paslanmaz çelik bazlı bir kompozit malzeme enjeksiyon kalıplama sistemi ile üretilmiştir. 1200°C sıcaklıkta sinterlenen ürün başarılı bir kompozit malzeme olarak elde edilmiştir [93].

Inconel-718 kalite bir süper alaşımın TEK üretim sistemi ile kalıplanması ve sinterlenmesi ile ilgili bir çalışmada; kalıplamadan sinterleme aşamasına kadar enjeksiyon süreci irdelenmiştir. Hem bağlayıcı formülasyonu hem de sinter parametreleri üzerine yapılan deneylerde süper alaşımın TEK sistemi ile üretilebilirliği tartışılmıştır. Sonuç olarak TEK üretim yönteminin farklı alaşımlarda kullanılabilirliği ortaya çıkarılmıştır [94].

Metalik biyo malzemelerin TEK sistemi ile üretimi üzerine yapılan bir derleme çalışmasında; paslanmaz çelik, titanyum alaşımları ve Co alaşımları üzerine yapılan birçok makale incelenmiştir. Bu metalik yapıların biyo-uyumlukları ve TEK yöntemi ile üretilme durumu üzerine 224 yayın derlenmiştir. Böylece TEK sisteminin biyo malzemelerin üretiminde ne kadar önemli olduğu üzerine karşılaştırmalar yapılmıştır [43].

Cerrahi operasyon aletlerinin, medikal aygıtların ve biyo malzemelerin TEK üretim yöntemi ile üretimi üzerine yapılan bir derleme çalışmada; aynı alanda yayımlanmış 143 çalışmaya atıf yapılarak konu detaylandırılmıştır. Hangi aşamalarda hangi alaşımların kullanıldığı ve bunların TEK yöntemi ile üretiminin bu sektöre kazandırdıkları yorumlanmıştır. Örneğin; bir dişçi pensesindeki hassas uçların üretimi veya şekil hafızalı bir malzemenin stent olarak kullanımı karşılaştırılmıştır. Ancak karşılaştırılan aşama malzemeler değil her ikisinin de üretim yöntemi olan TEK yöntemidir. Böylece sağlık konusunda birçok alanda TEK sisteminin kullanıldığı özetlenmiştir [12].

Mg-Ca alařımlarının korozyon karřısındaki hızlı çözünebilirlik durumları nedeniyle bu alařımlar biyo çözünebilir malzemeler olarak bilinmektedir. Bunun yanı sıra Mg-Ca elementlerinin toksik olmayan malzemeler olarak bilinmesi ile bu alařımlar biyo uyumlu kabul edilmektedir. Bu detayların iřlendiđi bir çalıřmada Mg-Ca alařımlarının TEK üretim yöntemi ile üretilmesi ele alınmıřtır. Ancak Mg elementinin oksijen ile yüksek afinitesi nedeniyle sinter sürecinin uygulanması řartları da bu çalıřmada deđerlendirilmiřtir. Bu sebeple Ar gazı ortamında bir sinterleme süreci sonucunda TEK üretim yöntemi ile Mg-Ca alařımının metalik formu elde edilmiřtir. Böylece hem biyo uyumlu hem de biyo çözünebilir özellikleri olabilecek bir Mg alařımı TEK üretim yöntemiyle üretilmiřtir [95].

Paslanmaz çelik alařımının potansiyodinamik korozyon karřısındaki tepkisini inceleyen bir çalıřmada; tafel eğrisinde oluşan sayısal veriler ve deney sonucundaki yüzey görüntüleri ele alınmıřtır. Bu tip malzemelerde ortaya çıkan korozyon tipi irdelenmiř ve kullanılan çözeltinin etkisi incelenmiřtir. Farklı molar deđerlere sahip çözeltilerde uygulanan testlerde paslanmaz çelik malzemenin tafel eğrileri derlenmiřtir. Böylece elektrokimyasal bir ölçüm ile alınan sonuçlarda paslanmaz çelik alařımının durumu gözlemlenmiř ve raporlanmıřtır [96].

Paslanmaz çeliklerin elektrokimyasal korozyon deneyleri sonuçlarına göre korozyon hızlarının hesaplanması bir çalıřmada incelenmiřtir. Deney sonuçlarında elde edilen bazı sayısal sonuçların literatürde kabul görmüř formüllerde yerini almasıyla paslanmaz çelik alařımlarının korozyon oranları (mm/yıl) hesaplanmıřtır. Böylece bu korozyon oranı hesaplamasını etkileyen deđiřkenler bu çalıřmada belirlenmiřtir [97].

Birçok çalıřmanın derlendiđi ve sonuçlarının verildiđi literatür arařtırması bölümünde elde edilen deđiřkenler, bu tez çalıřmasının řekillenmesinde önemli rol almıřtır. TEK sistemlerinin geleneksel yöntemlerinin bařtan sona analiz edilmesi gerektiđi görölmüřtür. Bunun yanı sıra bu sistemlerdeki eksik yönleri tamamlamak adına yeni tasarımların geliřtirildiđi tespit edilmiřtir. TEK sistemlerinde üretilen ürünlerin ilk basamađı olan toz karıřtırma ve hammadde seçiminden bařlayarak son basamađı olan sinterleme sürecine kadar her ařamasının ayrı ayrı defalarca çalıřıldıđı görölmüřtür. TEK sistemlerinde üretilen malzemelerin genelde karmařık ve küçük hacimli ürünler



olduđu ve bu yöntemin biyo alana çok uygun olduđu da çıkarılan sonuçlar içerisinde. Bu sistemlerde üretilen birçok alaşımın yanında bu tez çalışmasında kullanılan paslanmaz çelik ve Mg alaşımlarının literatürde sıklıkla yer aldığı görülmüştür. Üretilen numuneler üzerine yapılan deneyler göz önünde bulundurulduğunda, başarılı bir TEK malzemesinin üretimi bu tez kapsamında üretilmiştir. Öncesinde ve sonrasındaki her aşamada TEK sisteminin akademik olarak incelenmesi tez konusunun çıkış noktasını oluşturmaktadır.

Tüm incelemeler ve araştırmalar neticesinde bu tez çalışmasında tamamen yeni tasarlanan bir TEK ünitesi kurulmuştur. Yeni tasarımda literatürde görülen eksik yönler giderilmeye çalışılmıştır. Otomatik bir sistem olarak tasarlanan ve imal edilen bu makinede her aşama bir program akışı ile yapılmaktadır. Yüksek gaz basıncı kullanarak tasarlanan ve kullanımı üzerine birçok çalışma yapılan bu makine literatüre bu tez ile eklenmiştir. Yeni tasarımın yanı sıra bu TEK makinesinde üretilen Mg ve paslanmaz çelik alaşımları FS yapısının oluşturulmasından sinter aşamasına kadar tüm basamaklarda incelenmiştir. Bazı numuneler üzerine uygulanan biyo uygunluk incelemeleri de bu tez kapsamında tamamlanmıştır. Sonuç olarak literatürde tespit edilen bazı eksikliklerin giderildiđi yeni tasarım bir TEK ünitesinde üretilen alaşımların biyo uygunluğu üzerine bu tez hazırlanmıştır.

## BÖLÜM 5

### MAKİNE TASARIMI VE DENEYSEL ÇALIŞMALAR

TEK üretim yöntemlerinde görülen homojen olmayan toz dağılımı ve TEK makinelerinin üretim maliyeti fazlalığı sebebiyle bu tez çalışmasında yüksek gaz basıncı ile çalışan tam otomatik yeni bir TEK üretim sistemi tasarlanmış ve imal edilmiştir. Ardından bu sistemde; farklı alaşımlar kalıplanmış ve son ürün haline getirilerek farklı deneyler ile analiz edilmiştir. Bu TEK sisteminin imal süreci, ürün kalıplama kabiliyeti, TEK basamakları, üretilen ürünlerin sinter ısıl işlemi ve elde edilen yapıların, SEM, sertlik, basma kuvveti, korozyon ve biyo-uygunluk incelemeleri tez kapsamında tamamlanmıştır.

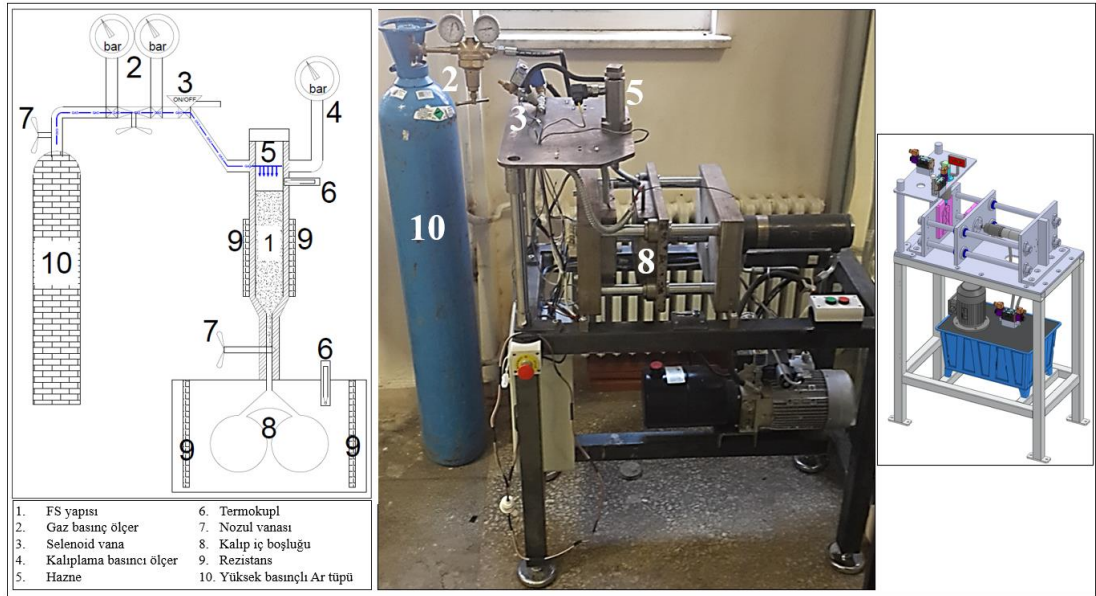
#### 5.1. MAKİNE TASARIMI VE İMALATI

TEK üretim sistemi mantığında; bir polimer reçetesine eklenen toz malzemenin belirli bir sıcaklıkta akışkan hale geçirilerek kalıplanması bulunmaktadır. Bu kapsamda pres, tabla ve vida gibi baskı tiplerinden uzak bir sistem tez kapsamında tasarlanmıştır. Bu tasarımda yüksek basınçta Ar gazı bir baskı elemanı olarak kullanılmış ve sistem bu mantık üzerine kurulmuştur. TEK üretim sistemlerindeki temel hammadde olan FS yapısının bir hazneye şarjı sonrasında haznenin beklenen sıcaklığa ulaşmasıyla oluşan jel yapı 40 bar basıncındaki Ar gazı yardımı ile kalıba aktarılmıştır. Bu süreçte kontrol altında tutulan parametreler aşağıda liste şeklinde verilmiştir.

- a. Hazne sıcaklığı
- b. Hazne çıkış nozulu sıcaklığı
- c. Kalıp sıcaklığı
- d. Kalıp basıncı
- e. Gaz basıncı

- f. Kalıplama sonrası basınçlı gazın sistemden uzaklaştırılması
- g. Kalıplama süresi
- h. Gaz verme süresi

Bahsedilen tüm parametreler bir PLC ile kontrol edilmiştir. Tüm ürün kalıplama süreci bir program dahilinde çalıştırılmıştır. Makinede rezistans, selenoid valf, dijital basınç ölçer, hidrolik kalıp presi gibi hazır ürünlerin yanında tamamen tez kapsamında tasarlanan kalıp, hazne ve baskı ünitesi gibi ekipmanlar kullanılmıştır. Böylece tüm parametrelerin kontrol edilebildiği bir sistemin imalatı yapılmıştır. Şekil 5.1’de makine için tasarım ve çalışma mantığını gösteren çizim ve gerçek görüntüsü verilmiştir.

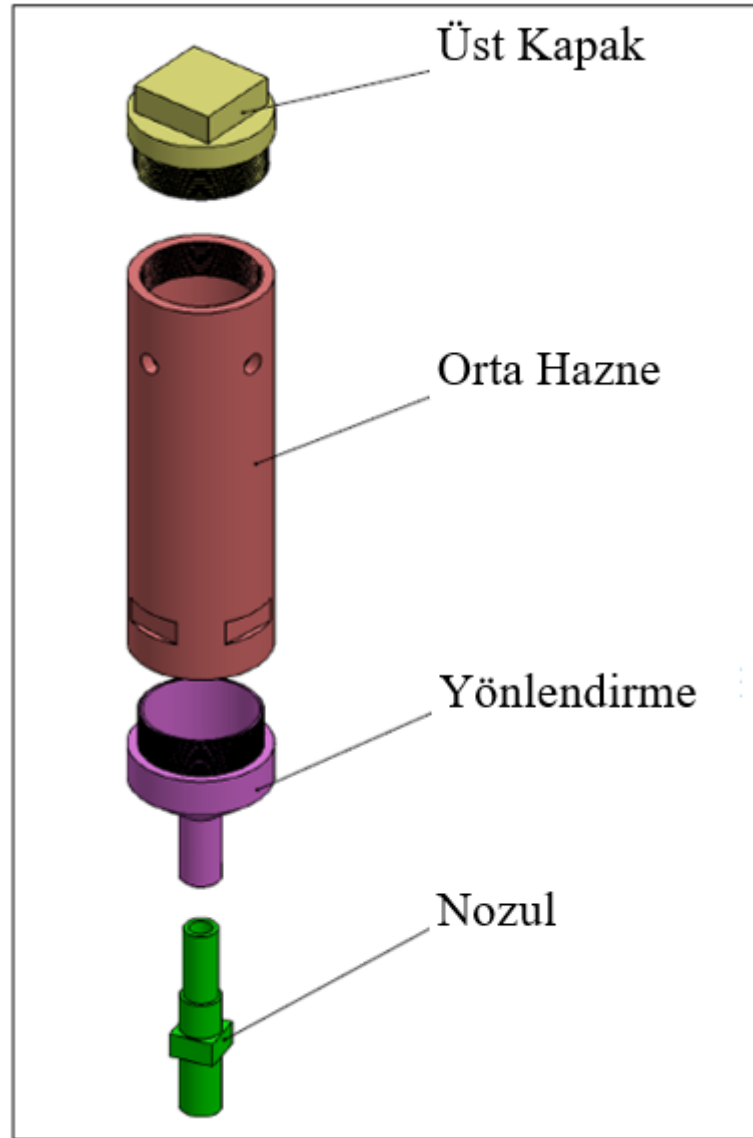


Şekil 5.1. Tasarlanan TEK sisteminin çalışma mantığı, gerçek resmi ve çizimi.

### 5.1.1. Hazne

FS yapısının şarj edildiği bölme olarak tasarlanmıştır. 13CrMo4-5 kalite çelik malzemeden sıcaklık çevrimini ve yüksek basıncı karşılayacak şekilde imal edilmiştir. Et kalınlığı 10 mm olarak tutulmuştur. Üst kapak, orta hazne, yönlendirme ve nozul parçalarından oluşmaktadır. Nozul çıkış çapı 4 mm olarak tasarlanmıştır. Şekil 5.2’de haznenin çizimi görülmektedir. Polimer reçetesi ve toz hammadde değiştiğinde

temizlenebilmesi amacıyla parçalı tasarım yapılmıştır. Ar gazı girişi ve kalıplama basıncı için basınç ölçer bağlantısı mevcuttur. Hazne sıcaklığı ve nozul çıkış sıcaklığını ölçebilmek adına üzerine monte edilmiş termokupllar bulunmaktadır.



Şekil 5.2. TEK sisteminde nozul ve hazne tasarımı.

### 5.1.2. Kalıp

Enjeksiyon kalıbı 1.4140 kalite çelik malzemeden üretilmiştir ve su verilerek sertleştirilmiştir. Kalıp ve tüm yan ekipmanları freze tezgahında işlenmiştir. Yüzey kalitesinin iyi olması sebebi ile talaşlı imalat sonrasında küçük boyuttaki çelik kum ile

kumlama yapılmıştır. Kalıp iç boşluğunda 2 adet Ø 35 mm x 10 mm ölçülerinde numune kalıplanabilecek hacim bulunmaktadır. Ürün yolu ve numuneler toplamda yaklaşık 30 cm<sup>3</sup> hacme sahiptir. Kalıp 4 adet krom kaplı özel mil üzerinde kendinden kuru yağlamalı yataklarda hidrolik ünitenin kuvveti ile hareket etmektedir.

### **5.1.3. Hidrolik Ünitesi**

Hidrolik ünitesi 10 litre yağ kapasiteli ve kalıp yüzey alanına göre en yüksek 50.000 N kuvvet uygulayabilecek 1,5 kW motor gücüne sahiptir. Kalıp sıkma kuvveti hidrolik sistemde basınç şalteri ile ayarlanabilmektedir. Enjeksiyon anında kullanılan yüksek gaz basıncının etkisiyle kalıbın stabil kalabilmesi için yüksek basma kuvveti ile tasarlanmıştır. Basma kolu tasarıma göre 300 mm (başka bir deyişle çalışma uzunluğu) olarak özel yüksek alaşım 1.2379 kalite çeliğinden imal edilmiştir.

### **5.1.4. PLC Kontrol Ünitesi**

Sistemde bulunan tüm elektrik temelli ekipmanlar PLC sistemi ile kontrol edilmiştir. Makineye özel bir program akışı PLC’de kodlanmıştır. Sistemde kullanılan özel elektrik ekipmanları şu şekilde listelenebilir.

- a. Rezistans (hazne için 500W kelepçe tipinde ve kalıp için 300W kalem tipinde)
- b. Termokupl (Tamamı K tipinde ve nokta temelli ölçüm alabilen)
- c. Isı kontrol cihazı (oransal integral türev (PID) kontrollü)
- d. Dijital basınç ölçer ve kontrol cihazı (haznede oluşan kalıplama basıncı için)
- e. PLC (32x32 giriş/çıkış özellikli)
- f. Kontaktör (2 kW)
- g. Sigorta (32A)
- h. Röle (1/0 220V ve zaman kontrollü)
- i. Selenoid valf (yüksek basınçlı gaz kontrolü için)
- j. Selenoid susturucu (yüksek gaz basıncının kalıplama sonrası boşaltımı için)
- k. Endüktif sensörler (kalıp açılma mesafesi ve hidrolik basınç kontrolü için)

## 5.2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Tez çalışmasında 3 farklı planda deney seti hazırlanmıştır ve uygulanmıştır. İlk olarak tasarlanan ve imalatı yapılan TEK ünitesinin enjeksiyon kalıplama kabiliyeti incelenmiştir. İkinci olarak TEK ünitesinde kalıplanan Mg-Ca alaşımı sinterlenmiş ve analiz edilmiştir. Üçüncü ve son deney setinde ise 316L kalite paslanmaz çelik alaşımı TEK ünitesinde kalıplanmış, sinterlenmiş ve biyo-uygunluk incelemeleri yapılmıştır. Bu yüzden “Deneysel Çalışmalar” başlığı 3 alt bölümde verilmiştir.

### 5.2.1. TEK Ünitesinin Kalıplama Kabiliyeti Üzerine Deneysel Çalışmalar

TEK ünitesi tez kapsamında tasarlanıp imal edildiği için kalıplama kabiliyetini incelemek adına deneyler yapılmıştır. Bu aşamada toplamda 7 farklı polimer ve 4 farklı toz malzeme kullanılmıştır. Kullanılan malzemeler Çizelge 5.1’de verilmiştir.

Çizelge 5.1. Deney seti ürün reçeteleri.

Numune Adı	Ön hammadde (FS)				
	Bağlayıcı Bileşenleri			Toz	Bağlayıcı / Toz Oranı (%)
	60%	35%	5%		
TEK-A	PW	EVA	SA	Mg	(35/65 ağı.) (45/55 hac.)
TEK-B	PW	PP		SiO <sub>2</sub>	(20/80 ağı.) (40/60 hac.)
TEK-C	PW	LDPE		SiC	(20/80 ağı.) (45/55 hac.)
TEK-D	PEG <sub>4000</sub>	PMMA		316L	(12/88 ağı.) (50/50 hac.)

Ürün reçetesi hazırlanırken kullanılan malzemelerin fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 5.2’de verilmiştir. Çizelgede verilen Mg, 316L ve SiC tozları Nanografi firmasından ve SiO<sub>2</sub> tozu ise Ece Seramik firmasından temin edilmiştir. Polimer hammaddeler ise Polivin Kimya ve Petkim firmalarından satın alınmıştır.

Çizelge 5.2. Ürün özellikleri.

Malzeme	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Kimyasal Formülü	Ortalama Tane Boyutu	Fiziksel Tipi
Mg	1,74	Mg	40-50 µm	Mikro Flake
SiO <sub>2</sub>	2,65	SiO <sub>2</sub>	75-100 µm	Köşeli partikül
SiC	3,21	SiC	40-50 µm	Köşeli partikül
316L	8,01	316L	10-20 µm	Küresel
PW	0,91	C <sub>n</sub> H <sub>2n+2</sub>	5 mm	Granül
PEG <sub>4000</sub>	1,20	H(OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> OH	1-15 mm	Flake
PEW	0,94	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>5</sub>	1-15 mm	Flake
LDPE	0,97	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>n</sub>	3-4 mm	Granül
EVA	0,93	(C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>n</sub> (C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub> ) <sub>m</sub>	3-4 mm	Granül
PMMA	1,18	(C <sub>5</sub> O <sub>2</sub> H <sub>8</sub> ) <sub>n</sub>	2-3 mm	Granül
PP	0,94	(C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> ) <sub>n</sub>	2-3 mm	Granül
SA	0,94	C <sub>17</sub> H <sub>35</sub> COOH	150-200 µm	Küresel

Bu deney setinde kullanılan toz malzemelere Rigaku Ultima IV marka XRD cihazı ile analiz yapılmıştır. Analiz 10-90° ve 40kV/40mA aralığında uygulanmıştır. Tüm malzemelerin SEM (Carl Zeiss Ultra Plus) ile görüntüleri alınmıştır.

Bu deney setinde ilk olarak malzemeler sigma-blade (Şekil 5.3) tipinde bir karıştırma cihazında 170°C sıcaklık ve 45 dev/d. hız ile 2 saat karıştırma yapılmıştır. Elde edilen 4 farklı FS yapısı el yardımı ile yaklaşık 1 cm<sup>3</sup> hacme sahip düzensiz peletler haline getirilmiştir. FS yapıları makro olarak fotoğraflanmış ve kayıt altına alınmıştır.

Bu FS yapıları katılma sonrasında oda sıcaklığında toplamda 6 mm boyunca basma testine tabi tutulmuştur. Basma testleri Zwick/Roell Z600 model cihaz basma testi aparatları kullanılarak yapılmıştır. Basma testi sonucunda ortaya çıkan deformasyon makro görüntüler alınarak incelenmiştir. Basma testi sırasındaki basma kuvveti de kayıt altına alınmış ve raporlanmıştır.

FS yapısı numunelerine sıcaklık karşısındaki ağırlık kaybı analizi olan TGA uygulanmış ve rapor edilmiştir. TGA testi Hitachi STA 7300 marka cihazda yapılmıştır. TGA testi Azot gazı akışı altında ve 0-700°C sıcaklık şartlarında gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin enjeksiyon anındaki akıcılığını analiz etmek adına 0-170°C aralığında 100 sn. içerisinde 50 değer olarak viskozite ölçümü yapılmıştır. Viskozite ölçümü Gemini 200 model cihazda  $\eta$  Pa.s birimi ölçüsünde gerçekleştirilmiştir.

Son olarak FS numunelerinin yoğunluk ölçümleri Arşimet kurallarına göre alınmış ve raporlanmıştır. Ölçüm sırasında sıvı olarak ultra saf su kullanılmıştır. Yoğunluk ölçüm kiti ürün haznesi FS peletlerini taşıyabilecek büyüklükte tasarlanmıştır.

Tüm analizler sonrasında FS yapıları tasarlanan TEK ünitesinde 180°C sıcaklıkta ve 40 bar Ar gazı basıncı ile kalıplanmıştır. Baskılama süresi 10 s olarak uygulanmıştır. Kalıplama sırasında ürün akış nozulu çapı 4 mm olarak seçilmiş ve kalıp 60°C'ye kadar ısıtılmıştır. 4 farklı numune 2'şer adet olmak üzere  $\varnothing$  35 x 10 mm ölçülerinde kalıplanmıştır. Kalıplama sırasında kalıp iç yüzeyi yapışmaları önlemek adına sprey tipi bir yağ ile yağlanmış ve yüzeye Magnezyum silikat ( $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ince talk tozu serpilmiştir. Amaç numune ve kalıp arasında ince bir film tabakası oluşturarak numune yüzey kalitesini arttırmaktır.

Kalıplanmış 4 farklı numuneye Arşimet kurallarına bağlı kalarak tekrar yoğunluk ölçümü yapılmıştır. Böylece kalıplama basıncının etkisi analiz edilmiş ve yorumlanmıştır. Numunelerin teorik, FS yapısı ve kalıplanmış olarak yoğunlukları rapor edilmiştir. Bu değerlerden yola çıkarak basit ortalama hesabı ile porozite oranı hesaplanmıştır.

Son olarak kalıplanan numunelerin hem kalıplanmış yüzeylerinden hem de kırık yüzeylerinden SEM görüntüleri alınmıştır. Tüm deneyler tamamlanarak rapor edilmiş ve TEK ünitesinin kalıplama kabiliyeti üzerine literatüre bağlı kalarak karşılaştırmalar yapılmıştır. Böylece yeni tasarım TEK ünitesinin farklı toz tipi ve farklı bağlayıcı reçeteleri ile kalıplama yeteneği ortaya çıkarılmıştır.

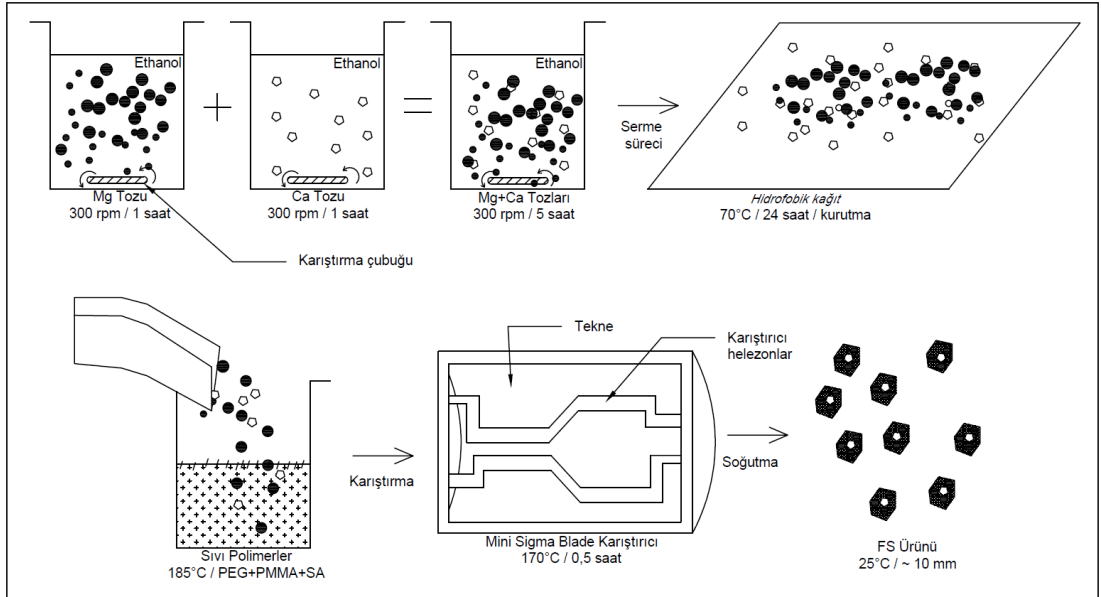
### **5.2.2. Mg-Ca Alaşımının Kalıplanması ve Sinterlenmesi**

Tez kapsamında tasarlanan TEK ünitesinin kalıplama kabiliyeti üzerine yapılan çalışmalarda belirlenen en başarılı bağlayıcı reçetesi ile (PEG+PMMA+SA) Mg-Ca



toz karışımı ünite de kalıplanmıştır. Bu aşamada kullanılan %99,95 saflıkta Mg ve Ca tozları ( $D_{90}=40\mu\text{m}$  Mg tozu ve  $D_{90}=500\text{nm}$  Ca tozu) Nanografi firmasından temin edilmiştir. Bu deney setinde kullanılan bağlayıcı polimerde yine Polivin Kimya firmasından satın alınmıştır. Mg ve Ca tozları için  $10-90^\circ$  aralığında tarama ile ( $1^\circ/\text{dakika}$ ) XRD (Rigaku Ultima IV) analizi uygulanmıştır. Ardından hem tozlar hem de polimerlere SEM (Carl Zeiss Ultra Plus) görüntü incelemesi yapılmıştır. Bu reçetede önceki reçetelerde en iyi mekanik değerleri veren bağlayıcı reçetesi (PEG+PMMA+SA) kullanılmıştır.

FS yapısının hazırlanmasında tozlar ve bağlayıcı polimerlerin karıştırma süreci birkaç aşama ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.3).



Şekil 5.3. Karıştırma süreci.

- a. Mg ve Ca tozları ilk olarak iki ayrı beherde ethanol içerisinde bir manyetik karıştırıcı tablası üzerinde karıştırılmıştır. Birinci beherde 250 ml ethanol içerisine 99,5 gr Mg eklenerek 1 saat boyunca 300 rpm hızda oda sıcaklığında bir karıştırma yapılmıştır. İkinci beherde yine 250 ml ethanol içerisine 0,5 gr Ca eklenmiş ve aynı şartlarda karıştırılmıştır. Sonrasında bu iki beher daha büyük bir beherde birleştirilerek 5 saat / 300 rpm şeklinde karıştırmaya tabi tutulmuştur. Son karıştırma sırasında beherde her saat azalan miktar kadar

ethanol eklenmiştir. Ethanol içerisindeki karıştırma süreçlerinde 20 kHz ultrasonik titreşim uygulanmıştır.

- b. Bir sonraki aşamada elde edilen ethanol + Mg + Ca karışımı askıda bulunan hidrofobik filtre kâğıdı üzerine dökülerek 70°C / 24 saat şartlarında etüv fırınında kurutulmuştur.
- c. Filtre kâğıdı üzerinden alınan toz karışımı bir beherde 185°C’de sıvı haldeki polimer bağlayıcı içerisine şarj edilmiştir. Manuel olarak el ile 10 dakika boyunca bir karıştırma yapılmış sonra karışım sigma-blade karıştırıcıya aktarılmıştır. Sigma-blade karıştırıcıda son olarak 170°C / 0,5 saat / 45 rpm şeklinde bir karıştırma yapılmıştır.
- d. Son aşamada oluşan FS yapısı en fazla 10 mm çapta granüller haline el ile getirilmiş ve oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur.

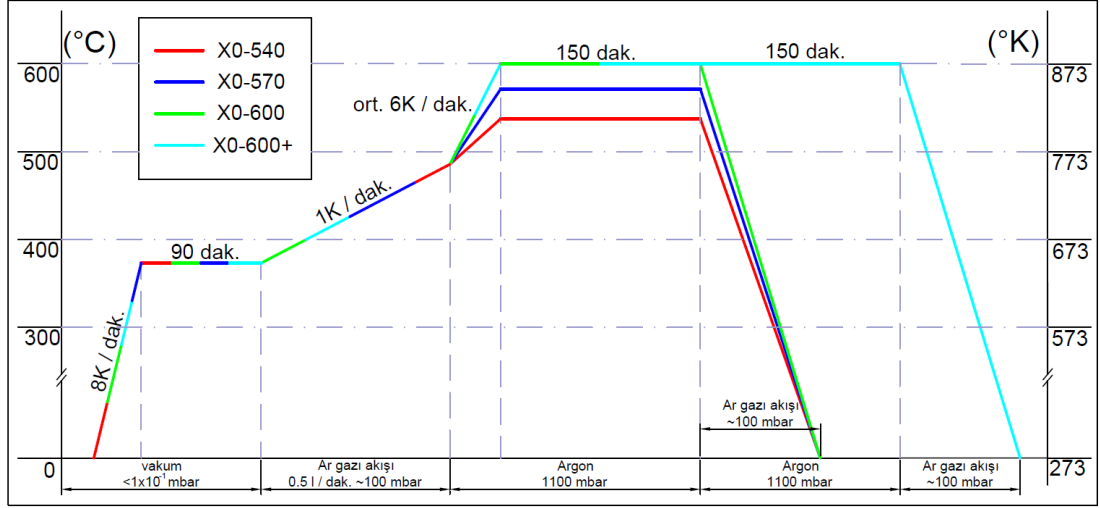
Hazırlanan FS yapısına kalıplama öncesinde TGA analizi uygulanmış ve elde edilen veriler raporlanmıştır.

FS yapıları yeni tasarım TEK sisteminde 40 bar Ar gazı basıncı altında 180°C sıcaklıkta kalıplanmıştır. Diğer tüm şartlar birinci deney setindeki kalıplama şartları ile aynı olarak uygulanmıştır.

Kalıplanan numuneler ultra saf su + hekzan solüsyonu içerisinde ilk çözündürme aşamasına alınmıştır. 50°C sıcaklıkta 3 saat tutulan yapılar ilk çözündürme aşamasını tamamlamıştır.

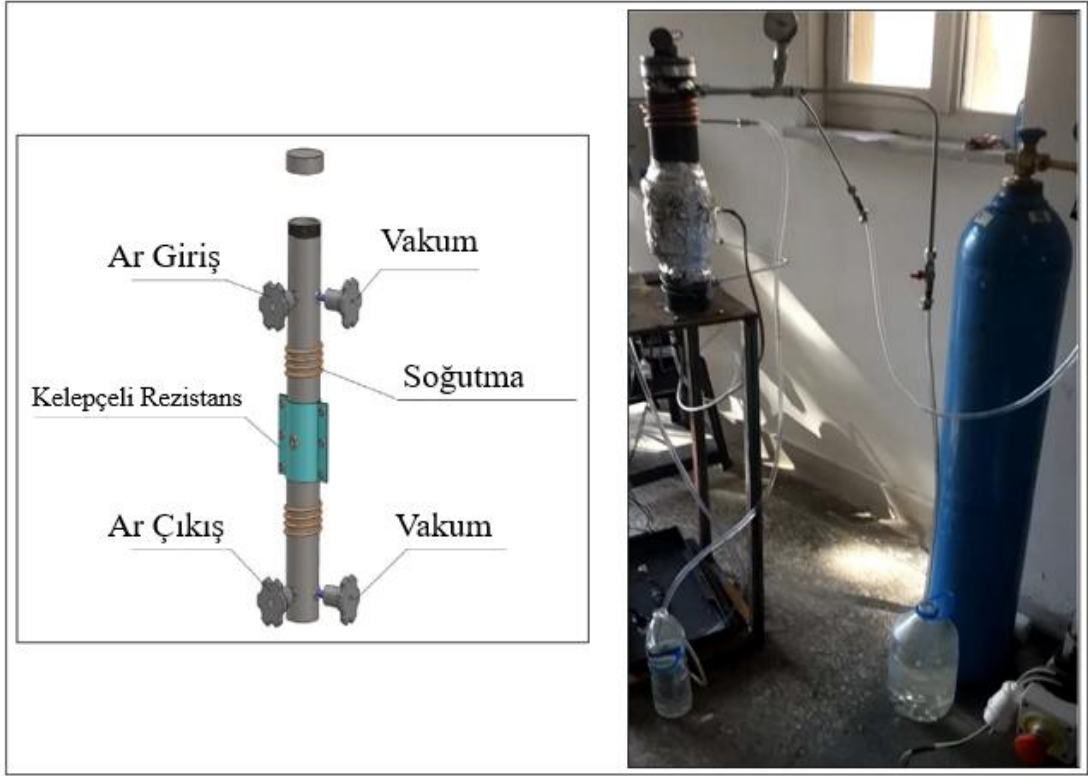
İlk çözündürme sonrasında oda sıcaklığında 24 saat bekletilen numuneler tez kapsamında tasarlanan atmosfer kontrollü fırın ve sinter aparatı içerisinde sinter ısı işlemine tabi tutulmuştur. Sinter aşaması sıcaklığına ulaşmadan önce numuneler 375°C sıcaklıkta 90 dakika tutularak TÇ aşaması tamamlanmıştır. Ardından numuneler soğutulmadan ısı rejim devam ettirilerek farklı sıcaklıklarda sinter ısı işlemi uygulanmıştır. Yeni tasarlanan TEK ünitesinde üretilen bir Mg alaşımının sinter

sürecini izlemek adına 540, 570 ve 600°C olmak üzere 3 farklı sıcaklık değeri ve farklı bekleme süreleri uygulanmıştır. Termal çözündürme ve sinter ısıtma işlemi sürecini anlatan diyagram Şekil 5.4'te verilmiştir. Mg-0,5Ca alaşımı Mg alaşımlarını isimlendirme kuralları doğrultusunda X0 olarak anılmaktadır [98].



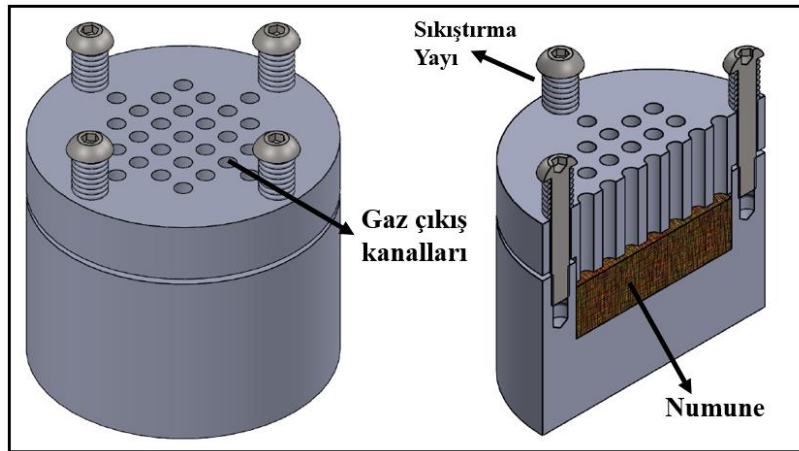
Şekil 5.4. Termal çözündürme ve sinter ısıtma işlemi uygulama diyagramı.

Bu deney setinde uygulanan sinter ısıtma işlemi için gerekli atmosfer kontrollü tüp fırın (AKTF) ve sinter aparatı tez çalışması kapsamında tasarlanmış ve imal edilmiştir. AKTF bir paslanmaz boru dışındaki kelepçe tipinde bir rezistans ile çalışmaktadır. Sinter ve termal çözündürme aşamasında gerekli olan vakum, gaz akışı borulaması, gaz tutma sistemi ve sulu soğutma modülü AKTF üzerinde mevcuttur. Tasarlanan AKTF sistemi Şekil 5.5'de hem çizim hem de görsel olarak verilmiştir.



Şekil 5.5. Termal çözündürme ve sinter ısıl işlemi deney seti.

Termal çözündürme ve sinter sırasında numune meydana gelebilecek şekil bozukluklarını engellemek için bir sinter aparatı geliştirilmiştir (Şekil 5.6). Bu aparat aynı zamanda sinter sırasında numune üzerine bir basınç uygulamakta ve sinter aşamasını daha kolay kılmaktadır. Böylece daha başarılı bir ürün elde edilebilmektedir.



Şekil 5.6. Sinter aparatı.

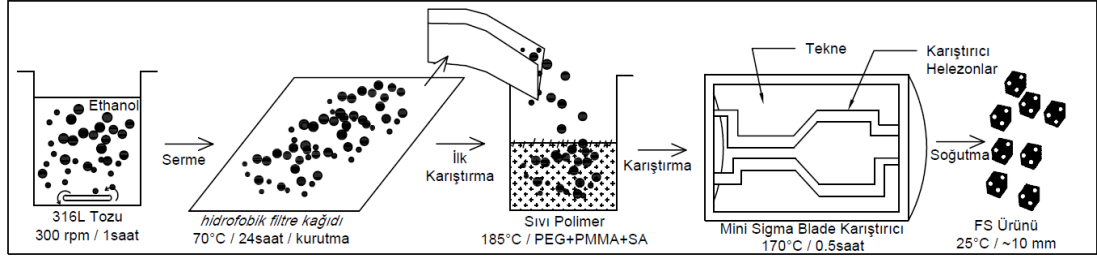
Elde edilen metalik numuneler klasik metalografik aşamalar sonrasında Picral (10 ml ethanol ve 0.3 gr picric asit) dađlayıcı ile 3 s daldırma yapılarak dađlanmıştır. SEM ve EDX incelemeleri sonrasında numunelere mikro sertlik (Vickers-Qness60A) testi uygulanmıştır. Sertlik testi 0,1 kg yükün 10 saniye süre ile numune üzerinde tutulması ile gerçekleştirilmiştir.

### **5.2.3. 316L Alaşımının Kalıplama, Sinter ve Biyo İncelemeleri**

Tez kapsamında tamamlanan üçüncü ve son deney seti 316L kalite paslanmaz çelik malzemeler üzerine yapılmıştır. Bu deney grubunda TEK cihazında Nanografi firmasından satın alınan 316L kalite paslanmaz çelik alaşımı yer almıştır. Tozlar %99,95 saflıkta ve  $D_{90}=10$  µm partikül büyüklüğünde küresel olarak kullanılmıştır. Polimer bağlayıcılar olarak 2. deney setindeki aynı reçete (%60PEG<sub>4000</sub> +%35PMMA+%5SA) kullanılmıştır. FS yapısında ise hacimce %60 316L ve %40 bağlayıcı karışımı yer almıştır. Bu oran yoğunluđa bađlı kalarak ađırlıkça %92 316L ve %8 bağlayıcı polimer karışımı olarak hesaplanmıştır.

Bu deney grubunda kullanılan 316L tozu için SEM incelemesi ilk aşamada yapılmıştır. Ardından toz malzeme 10-90° aralığında taranarak XRD analizine tabi tutulmuştur.

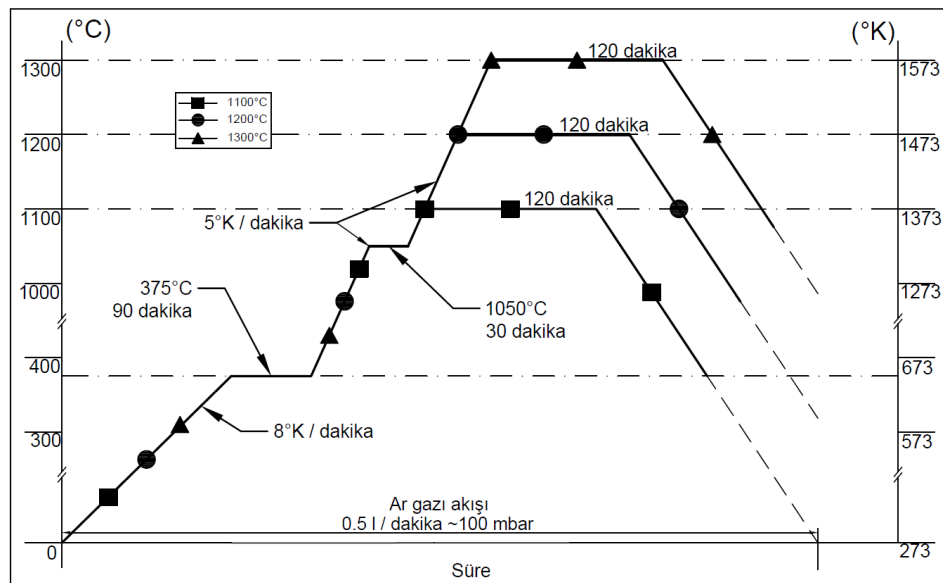
TEK sürecinin başında FS yapısının hazırlanması sırasında ilk olarak 316L tozu bir beherde 250 ml ethanol içerisinde 300 rpm dönme hızında 1 saat karıştırılmıştır. Ardından askıda bulunan hidrofobik bir filtre kâğıdı üzerinde 70°C/24 saat şartlarında kurutulmuştur. Bir sonraki aşamada bir beherde hesaplanan oranlarda sıvı halde (185°C) hazırlanan bağlayıcı karışımına tozlar eklenmiştir. El ile bir miktar karıştırma sonrasında FS yapısı sigma-blade karıştırıcısına alınıp 170°C/0,5 saat şartlarında karıştırılmıştır. Sonrasında FS yapısı 10 mm çaplarda peletler haline getirilmiştir. Son olarak FS yapısı oda sıcaklığına kadar sođutulularak TGA analizi yapılmış ve raporlanmıştır. FS yapısı hazırlama süreci Şekil 5.7'de verilmiştir.



Şekil 5.7. Karıştırma süreci.

Bu deney setinde 2. deney grubunda kullanılan aynı parametreler kullanılarak kalıplama yapılmıştır. Kalıplama sonrasında ürünler çekiç ve mengene yardımı ile parçalanarak kırık yüzeyleri incelenmiştir.

Kalıplama sonrasında ürünler 50°C / 3 saat şartlarında ilk çözündürme sürecine tabi tutulmuştur. Çözündürme işlemi hekzan solüsyonu içerisinde gerçekleştirilmiştir. Sonrasında numuneler kısmi atmosfer kontrollü bir fırında Ar gazı akışı altında termal çözündürme ve sinter aşamasına alınmıştır. Bu ısıl rejimde öncelikle 375°C/90 dakika şartlarında TÇ yapılmıştır. Sonrasında 3 farklı sıcaklıkta (1100°C, 1200°C ve 1300°C) 120 dakika sürelerde sinterleme yapılmıştır. Ek olarak 1050°C seviyelerinde tozların bağlanması için gerekli fiziksel ortamın oluşması adına 30 dakika bekleme yapılmıştır [99]. Bu ısıl süreç Şekil 5.8’de diyagram olarak verilmiştir.



Şekil 5.8. Sinter uygulama ısıl rejimi.

Elde edilen numunelere klasik metalografik hazırlık sonrasında dađlanarak (x3 HNO<sub>3</sub> ve x1 HCl) SEM incelemesi yapılmıřtır. SEM incelemesi anında yapıdaki farklı faz ve bölgelerden EDX analizi gerekleřtirilmiřtir. Sonrasında numuneler Arřimet prensibinde yođunluk ölçümüne tabi tutulmuřtur. Yođunluk ölçümü sırasında ultra saf su kullanılmıřtır. Son olarak numunelere 1000 gr yük altında 5 ölçüm alınarak Vickers tipinde mikro sertlik testi uygulanmıřtır.

Sinterlenen numuneler biyo-uygunluk incelemeleri için 3 farklı teste tabi tutulmuřtur. Bu testler in-vitro deney olarak gerekleřtirilmiř ve raporlanmıřtır. Numunelere öncelikle ađırlık kaybına bađlı kalarak Hank's solüsyonu içerisinde 60 gün daldırma korozyon testi yapılmıřtır. Her 15 gün için numuneler solüsyondan ıkarılarak ultrasonik olarak temizlenmiř ve ađırlıkları kayıt altına alınmıřtır. Ađırlık kaybı oranı korozif ortama maruz kalan alan üzerinden hesaplanmıřtır. Sonrasında potansiyodinamik korozyon oda sıcaklıđında iki farklı yapay vücut solüsyonu (Hank's ve Saliva) ve %3,5 orandaki tuzlu su içerisinde uygulanmıřtır. Solüsyon içerikleri izelge 5.3'te verilmiřtir. Son olarak numunelere ISO 10993-12 [100] standardı kapsamındaki ekstrasyonda sitotoksisite testi yapılmıřtır.

Ađırlık kaybına bađlı kalarak yapılan daldırma korozyon süreci 60 gün sürmüřtür. Her 15 gün için bir ađırlık kaybı ölçümü yapılmıř ve rapor edilmiřtir. Ađırlık kaybı oranı, yüzey alanı, daldırma süresi ve yođunluk deđiřkenlerinin kullanıldıđı Eřitlik 5.1'e göre korozyon hızı hesaplanmıřtır. Ortalama 1 cm<sup>3</sup> hacimde bir numune kullanılmıř ve deney öncesi yüzeyler 1200 mesh zımpara ile hazırlanmıřtır. Daldırma korozyon sonrasında elde edilen numune yüzeylerine SEM incelemesi yapılmıř ve raporlanmıřtır.

$$Km = \frac{8,76 \times 10^4 \times \Delta g}{A \times t \times p} \quad (5.1)$$

Eřitlikte "g" (gram) ađırlık kaybını, "A" (cm<sup>2</sup>) yüzey alanını, "t" (saat) süre ve "p" (gr/cm<sup>3</sup>) yođunluđu ifade etmektedir.

Potansiyodinamik korozyon deneyi 1 cm<sup>2</sup> alana uygulanmıştır. Deneyde Pt mesh elektrot ve Ag/AgCl referans elektrot yer almıştır. Referans elektrot için 3M NaCl solüsyon köprüsü kullanılmıştır. Deney 1000mV/-1500mV aralığındaki potansiyel fark içerisinde yapılmıştır. Deney sonucunda korozyon oranı, E<sub>corr</sub> ve I<sub>corr</sub> değerleri elde edilmiş ve raporlanmıştır.

Son olarak sitotoksisite testi Hitit Üniversitesi Bilimsel Teknik Uygulama ve Araştırma Merkezi (HÜBTUAM) laboratuvarlarında hizmet alımı şeklinde uygulanmıştır. Sonuçlar ve yorumlar araştırma merkezi tarafından sağlanmıştır. Numunelere L929 deri altı bağ dokusu hücresi (Fibroblast) ile sitotoksisite deneyi yapılmıştır. Deneyde hücre çizgisi seti ise “*Amerikan Tip*” olarak kullanılmıştır. Hücre kültürü olarak “*Fetal Bovine Serum/Penicillin/Streptomycin hücrelerine ek olarak DMEM (1g/L glucose) + L-Glutamine+pyruvate*” sistemi hazırlanmıştır. Sonrasında numunelerin ağırlıkları ölçülmüş ve 24saat/37°C/50rpm şartlarında serum olmayan ortamda bekletilmiştir. Elde edilen ekstrakt 24 saat içinde kullanılmıştır. Deneyde bu ekstraktın yanında negatif kontrol olarak PE ve pozitif kontrol olarak ise doğal kauçuk yer almıştır. Deney sonucunda elde edilen ortamlardan mikroskopik inceleme yapılmıştır. Son olarak 96 kuyucuklu plaka üzerinde her kuyucukta 10.000 hücre olacak şekilde inkübasyon yapılmıştır. Hücreler için gerekli şartlar sağlanarak % canlılık oranları elde edilmiştir.



## BÖLÜM 6

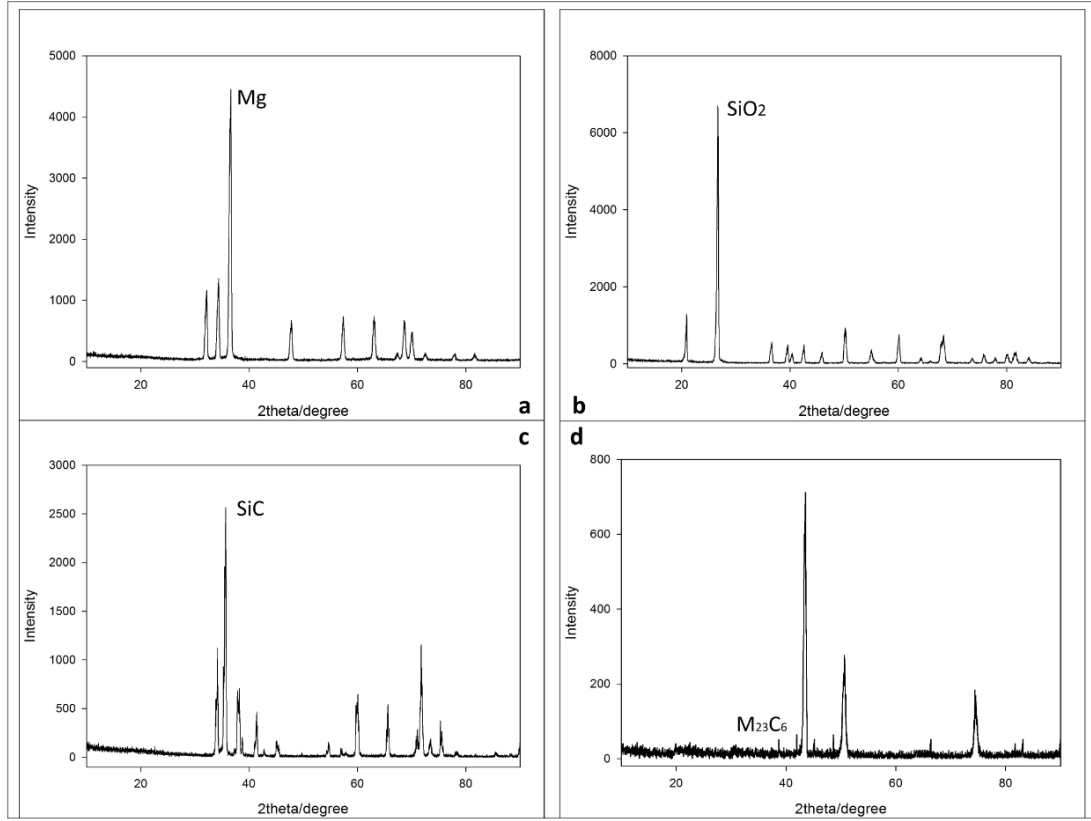
### SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Tez çalışması kapsamında öncelikle bir TEK ünitesi tasarlanmış ve bu sistem kullanılarak 3 farklı deney grubu hazırlanmıştır. İlk grupta sistemin kalıplama kabiliyeti üzerine çalışmalar yapılmıştır. İkinci grupta TEK sisteminde kalıplanan Mg-Ca alaşımı sinterlenmiş ve tüm süreç analiz edilmiştir. Üçüncü ve son grupta TEK sisteminde 316L paslanmaz çelik alaşımı kalıplanmış ve sonrasında sinterlenmiştir. Yine son deney grubunda ek olarak biyo-uygunluk deneyleri yapılmıştır.

#### 6.1. KALIPLAMA KABİLİYETİ DENEYLERİNİN SONUÇLARI

Kalıplama kabiliyeti üzerine yapılan deneylerde ilk olarak kullanılan malzemelerin XRD analizleri yapılmış (Şekil 6.1) ve SEM görüntüleri (Şekil 6.2) alınmıştır. Deneyler öncesi yapılan bu ön incelemelerle kullanılan hammaddelerin uygunluğu ortaya çıkarılmaya çalışılmıştır. Farklı toz tipinde ve büyüklüğünde kullanılan malzemelerin tasarlanan sistemdeki etkileri her aşamada kontrol edilmiştir. Böylece Şekil 6.2’de verilen farklı özellikteki tozlar yeni tasarlanan sistemde kalıplanmış son ürün haline getirilmiştir.

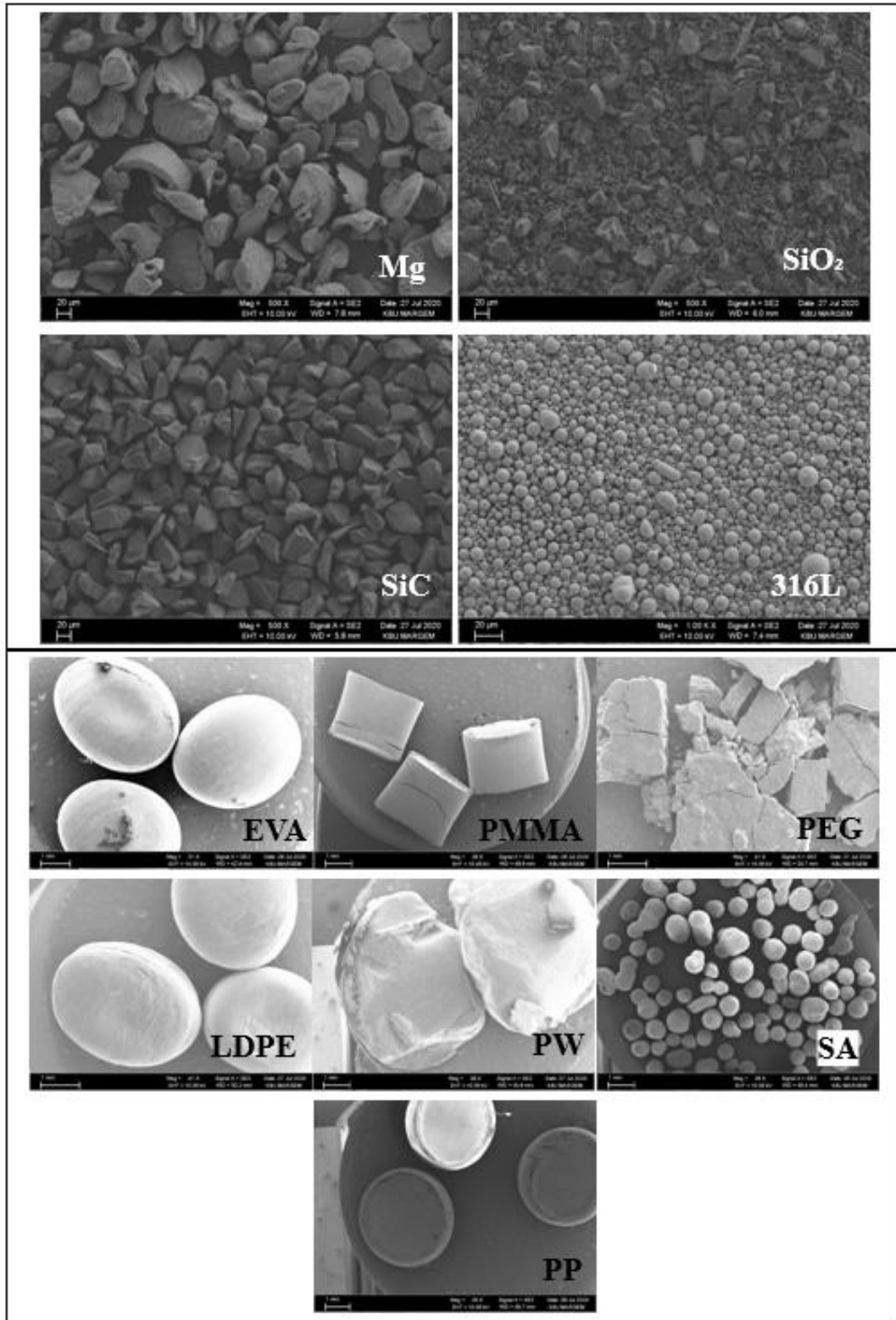
Geleneksel sistemlerde vida hatve (diş) boşlukları veya baskı haznesindeki taşıma boşlukları tamamen hammadde ile dolmadan ürün kalıba aktarılamamaktır. Bu aşamada ise istenmeyen ve beklenmeyen bir atık madde oluşmaktadır. Tez kapsamındaki tasarımın ana fikrinde yer alan şarj edilen tüm malzemenin son ürün haline getirilmesi prensibi bu aşamada izlenmiştir. Sisteme her seferinde şarj edilen 30 cm<sup>3</sup> kadar hammadde tamamen kalıba aktarılmıştır. Böylece vida, baskı vb. tüm enjeksiyon sistemlerindeki ilk ürün alma miktarı en az seviyeye indirilmiştir. Bu sonuç ile temel olarak ürün maliyeti azaltılmıştır.



Şekil 6.1. XRD analizleri.

XRD kırınimleri incelendiğinde Mg, SiC, SiO<sub>2</sub> ve 316L tozlarının literatürle benzer sonuç gösterdiği görülmektedir [101-104]. Böylece kullanılan ürünlerin kullanım öncesi doğruluğu kontrol edilmiştir.

İlk deney setinde tasarımın sadece kalıplama kabiliyeti dikkate alınmış olsa da XRD incelemesine tabi tutulan malzemelerin yoğunluk değerlerinin farklı olması bir parametrenin daha etkisini göstermiştir. Kullanılan malzemelerin yoğunlukları 1,74 gr/cm<sup>3</sup> ile 8,05 gr/cm<sup>3</sup> arasında değişmektedir. Böylece geniş bir açıda yoğunluk değerinin sonucu da incelenmiştir. Kalıplanma süreci alt başlıklarda detaylandırılmıştır.



Şekil 6.2. SEM görüntüleri.

SEM görüntülerinde ise TEK sisteminin kabiliyetini kontrol edebilmek adına dört farklı geometrik şekilde toz formu kullanıldığı görülmektedir. FS yapısında toz olarak

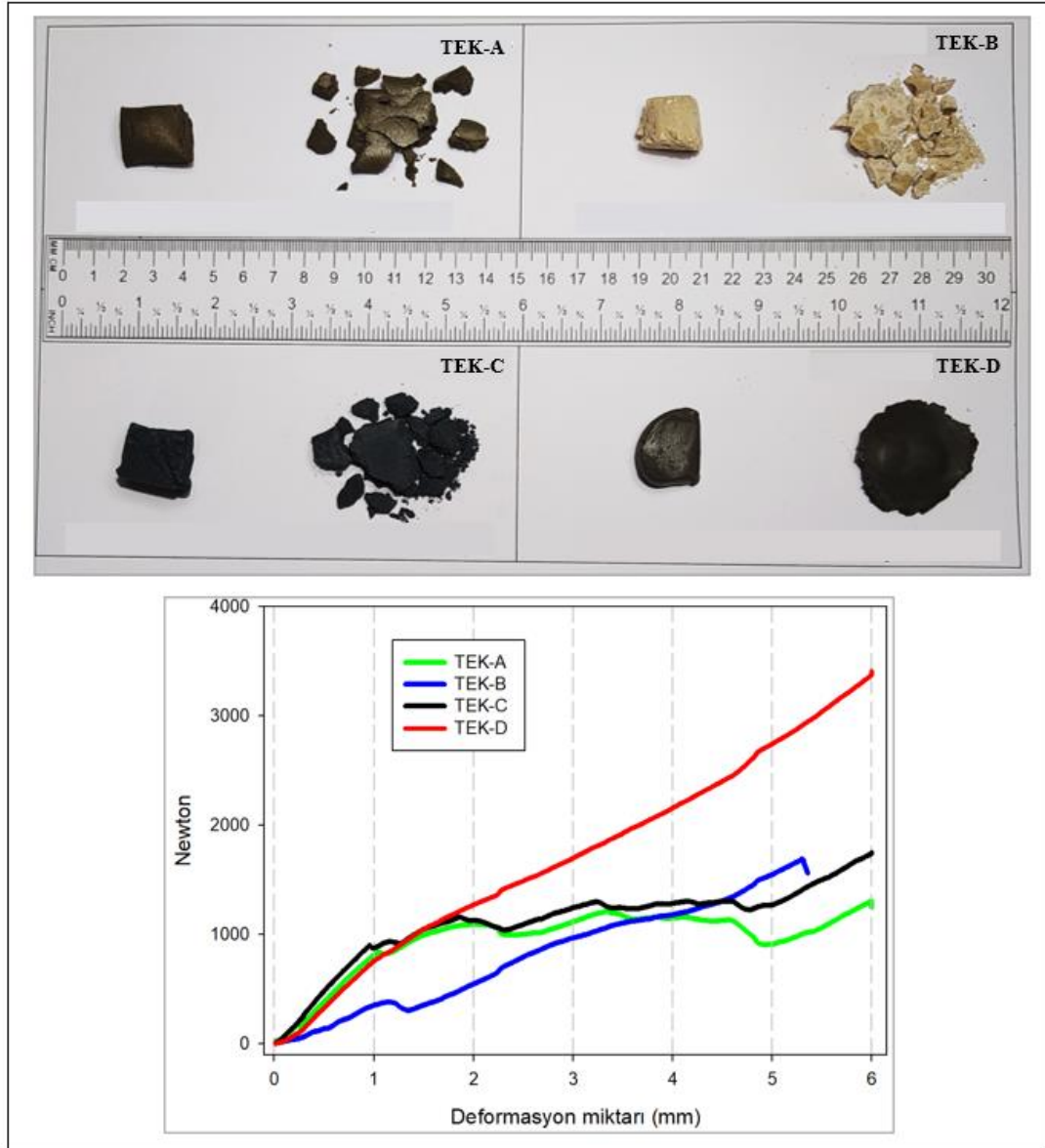
kullanılan 4 farklı yapı bu aşamada TEK sisteminde kalıplanmaya çalışılmıştır. Sigma-blade makinesinde hazırlanan karışımlar oda sıcaklığına kadar soğutma sonrasında FS ürünleri şeklinde 10-15 mm çaplarda el ile hazırlanmıştır. Bu formda olan ürünler TEK sistemine kolayca şarj edilebilmektedir. Hazne iç çapının 25 mm olması nedeniyle FS yapılarının bu ölçüsü kabul edilebilir bir orandır. Şekil 6.3'te FS yapılarının tipleri görülmektedir. Bu FS tiplerinin literatürle benzerlikleri tutarlı sonuç vermiştir [8, 42, 44, 49, 105].



Şekil 6.3. FS yapılarının tipleri.

FS yapısının karakteristik özelliklerini takip etmek adına uygulanan basma deneyi sonucunda TEK-A, TEK-B ve TEK-C ürünleri parçalanırken TEK-D numunesi parçalanmadan formunu korumuş ve sadece ezilmiştir. Basma testi sürecinde uygulanan 6 mm çalışma boyu süresince kırılan numunelerde yaklaşık 1 mm boyutunda keskin köşeli düzensiz formlar izlenmiştir. Ancak parçalanmayan TEK-D numunesinde herhangi bir kopma oluşmamış ve bütünlüğü korunmuştur. TEK-D numunesinde kullanılan küresel toz partikül tipinin ve 20 µm ortalama büyüklüğün etkisi ile dağılma olmadığı düşünülmektedir. Ek olarak kullanılan PEG+PMMA+SA bağlayıcı yapısının da bu stabil kalma durumuna etkisi olduğu bilinmektedir. Benzer çalışmalarda aynı bağlayıcı reçetesinin kullanıldığı enjeksiyon işlemlerinde FS yapısının formu korunmuştur [106, 107]. Basma testi sonuçları göz önünde

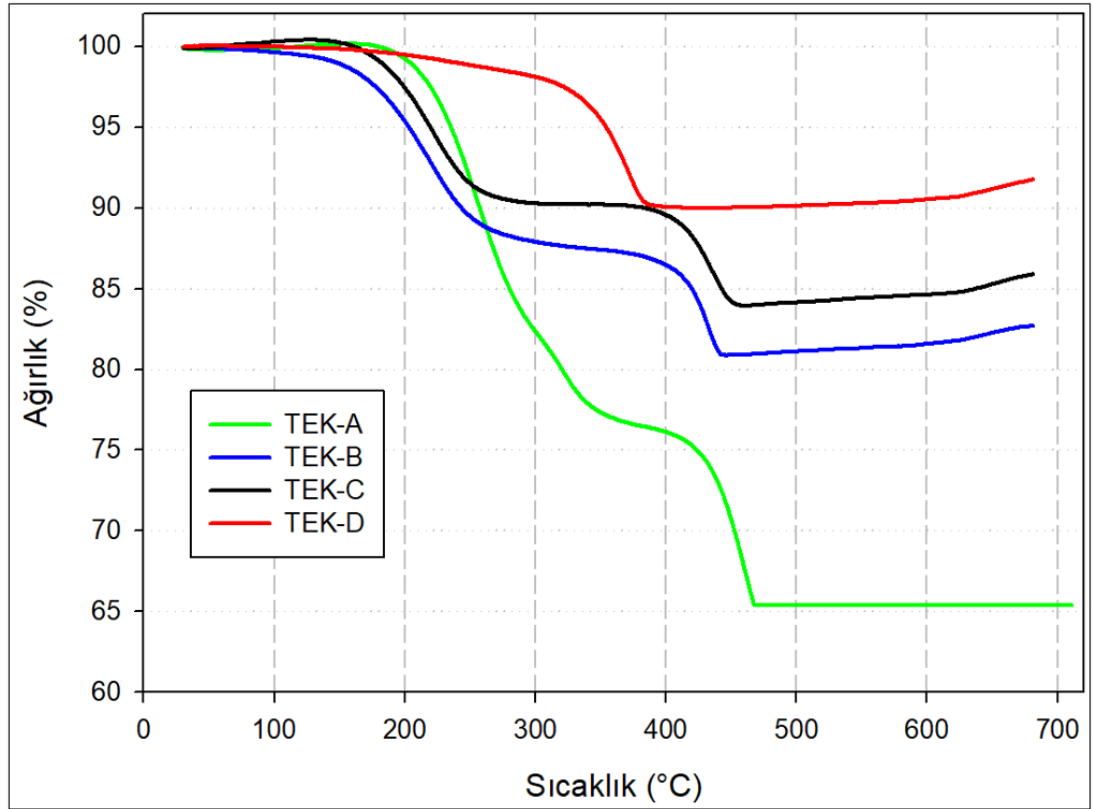
bulundurulduğunda ise en başarılı reçetenin TEK-D formülasyonu olduğu tespit edilmiştir. Basma kuvveti TEK-D numunesinde 6 mm basınç altında 3500 N değerlerini görürken, diğer numunelerde 1100-1500 N seviyelerinde kalmıştır. Basma deneyi sonucunda elde edilen numune resimleri ve basma kuvveti diyagramı Şekil 6.4'te verilmiştir.



Şekil 6.4. Basma deneyi sonucunda resimleri ve basma kuvveti diyagramı.

FS yapısı numunelerinin ağırlık kaybına bağlı olarak uygulanan TGA incelemesinde 0-700°C arasında deney yapılmıştır. Dört FS yapısı için elde edilen grafik Şekil 6.5'te verilmiştir. Grafik incelendiğinde her farklı FS yapısı için belirlenen toz/bağlayıcı

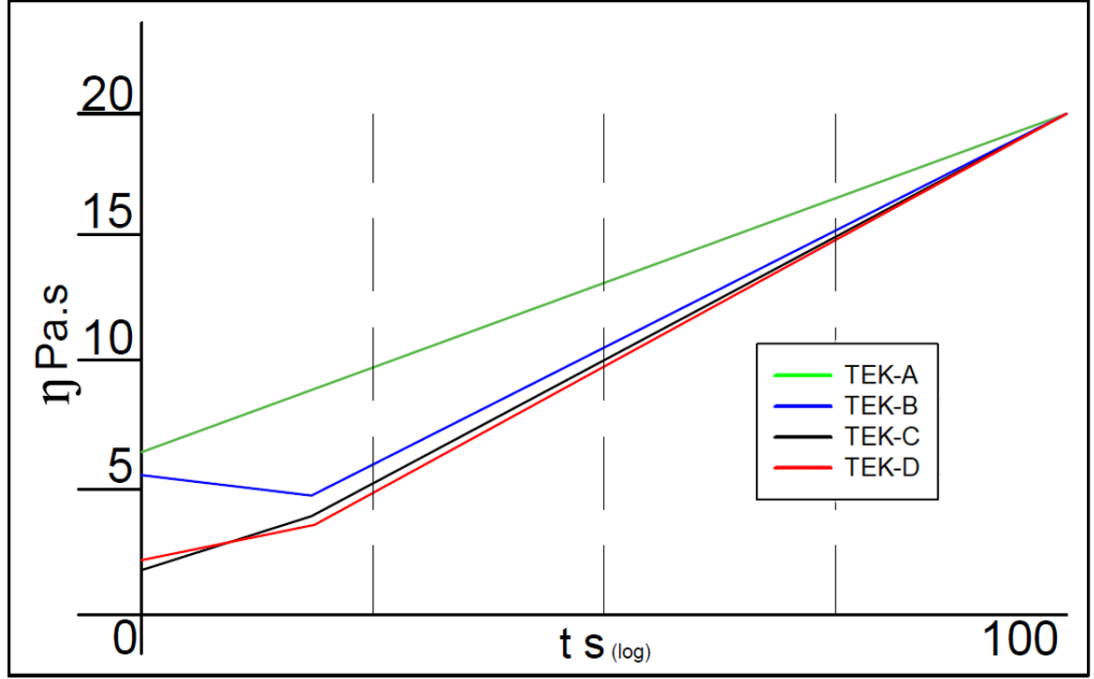
karışım oranının sağlandığı görülmektedir. FS ürünlerinde ağırlıkça % toz / bağlayıcı oranları; TEK-A numunesi için 64 / 36, TEK-B için 81 / 19, TEK-C için 83 / 17 ve TEK-D için 89 / 11 olarak ölçülmüştür. Ürün reçeteleri çizelgesi (Çizelge 5.1) incelendiğinde elde edilen sonuçların yakın değerlerle tutarlı olduğu görülmüştür. Grafikte görüldüğü gibi PW ile oluşturulan ve ilave olarak EVA, LDPE ve PP bağlayıcıların kullanıldığı TEK-A-B-C numunelerinde 2 basamaklı bir eğri elde edilmiştir. PEG+PMMA bağlayıcıları ile oluşturulan TEK-D numunesinde ise tek basamaklı bir eğri oluşmuştur. Ağırlık kaybının bu şekilde basamaklı olarak elde edilmesi sinter anındaki süre ve geometrik şeklin korunmasını etkilemektedir [28, 85, 105, 108]. Bu aşamada tek basamaklı sonuç veren TEK-D numunesi literatürle benzer olarak daha uygun bulunmuştur [87].



Şekil 6.5. FS yapıları için TGA analizleri.

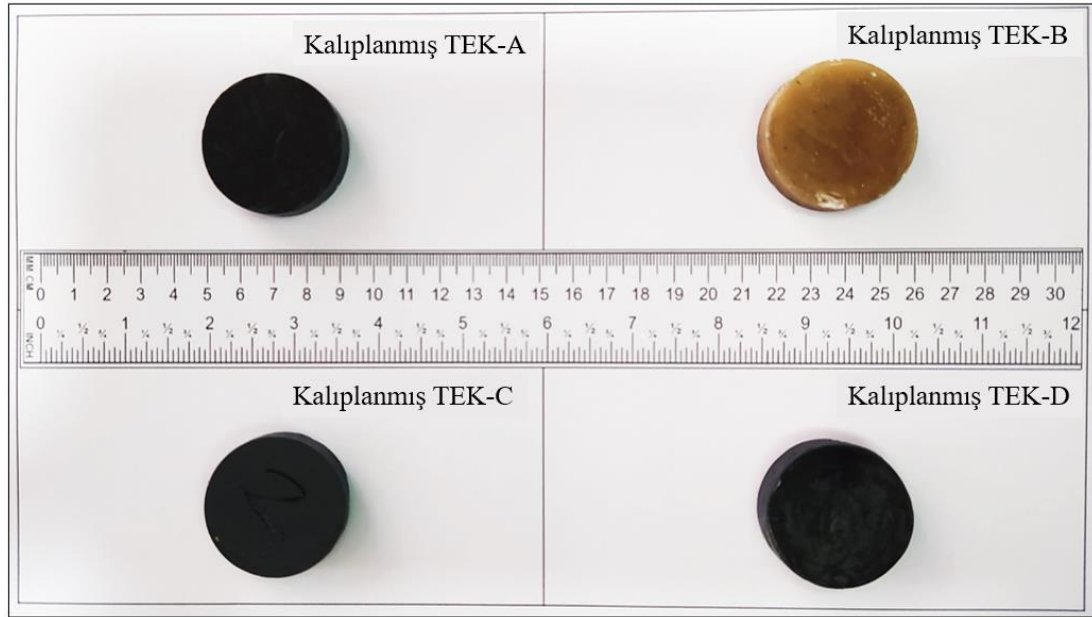
FS numuneleri için bir sonraki aşamada reolojik inceleme adına viskozite ölçümü yapılmıştır. Viskozite ölçümü sonucu elde edilen grafik Şekil 6.6'da verilmiştir. Grafik incelendiğinde dört FS yapısı birbirine yakın sonuçlar izlemiştir. Akıcılık oranının

170°C sıcaklıkta benzer olması kalıplamanın benzer olarak sonuçlanacağını göstermiştir [108].



Şekil 6.6. FS numuneleri için viskozite ölçümü.

Tüm analizler sonrasında FS numuneleri yeni tasarlanan TEK ünitesinde deneysel çalışmalarda belirtilen parametrelerde kalıplanmıştır. Kalıplama sonrasında kalıp oda sıcaklığına gelene kadar bekletilmiş ve kalıplanan numuneler kalıptan çıkarılmıştır. Dört farklı reçete ile üretilen TEK ürünleri çatlaksız ve boşluksuz elde edilmiştir. Dört farklı toz formunda ve bağlayıcı reçetesinde TEK sisteminin başarılı sonuç verdiği gözlemlenmiştir. Denemeler sonucunda ulaşılan parametrelerin başarılı sonuçlar vermesiyle TEK makinesi kabul edilebilir bir kalıplama yapabilmektedir. Kalıplanan numunelere ait makro görüntüler Şekil 6.7’de verilmiştir.



Şekil 6.7. Kalıplanan numunelere ait makro görüntüler.

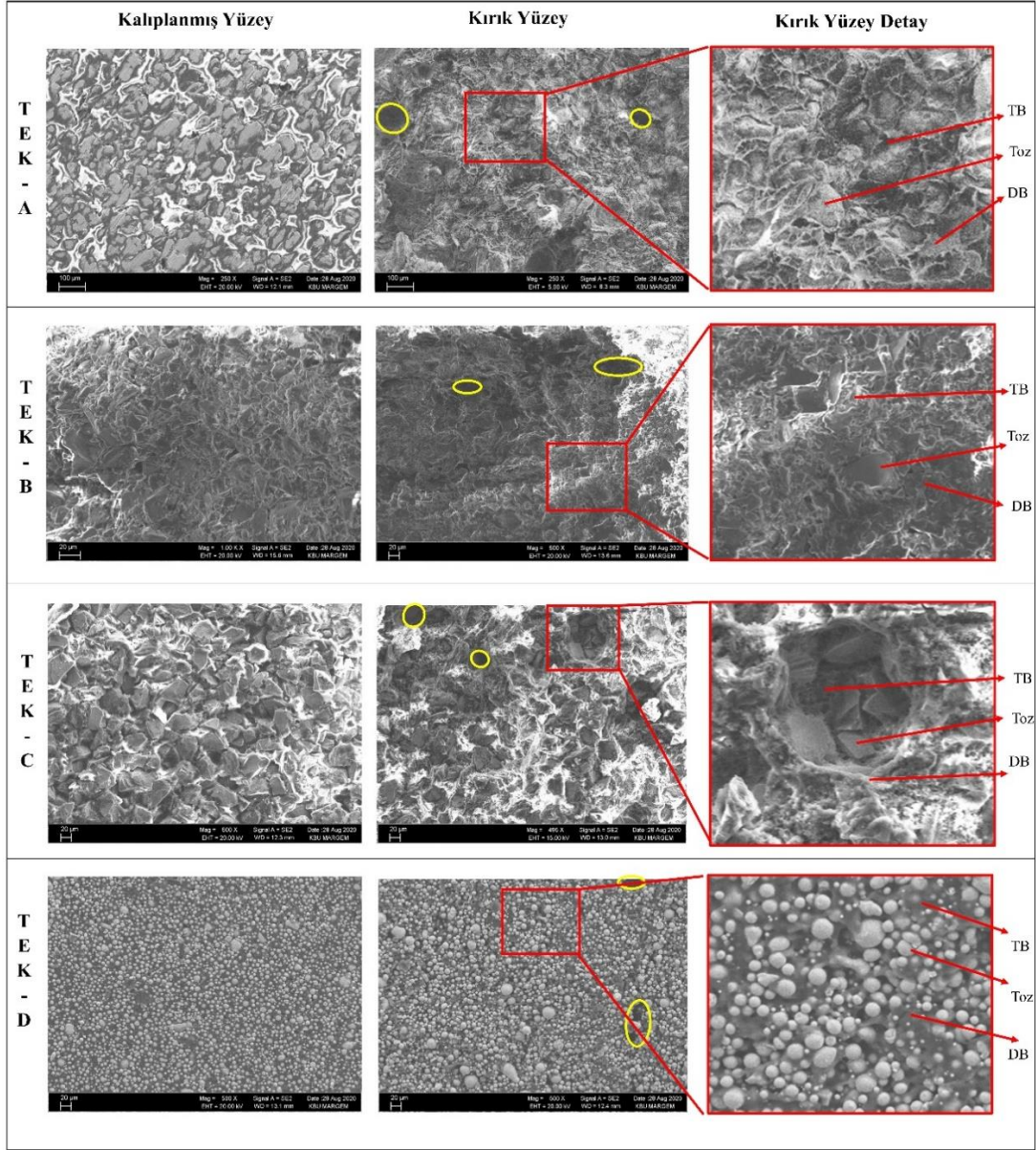
Son olarak FS yapılarından ve kalıplanmış numunelerden yoğunluk ölçümü alınmıştır. Yoğunluk ölçümünün karşılaştırılması adına sonuçlar tek liste üzerinde Çizelge 6.1’de verilmiştir. Kalıplama öncesi ve sonrasında ölçülen yoğunluk değerinin yüzdesel olarak birbirine oranlanması ile elde edilen porozite (boşluk) değerleri de listede belirtilmiştir. Bu değer en düşük olarak %0,63 olarak tespit edilirken, en yüksek olarak ise %3,08 oranında elde edilmiştir. Benzer reçetelerin kullanıldığı bir çalışmada ise bu oran %2-2,5 seviyelerinde rapor edilmiştir [109]. Bu tez çalışmasında porozite değerinin düşük çıkması başarılı FS hazırlığını ve TEK sisteminin kalıplama kabiliyetinin kabul edilebilir düzeyde olduğunu göstermektedir.

Çizelge 6.1. Yoğunluk ölçümünün karşılaştırılması.

	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )			Porozite (%)	
	Teorik	FS	Kalıplanmış	FS	Kalıplanmış
<b>TEK-A</b>	1,29865	1,25861	1,27852	3,083202	1,550071228
<b>TEK-B</b>	1,75226	1,69902	1,72552	3,038362	1,526029242
<b>TEK-C</b>	2,02998	1,97608	1,98523	2,655199	2,204455216
<b>TEK-D</b>	4,69958	4,64592	4,66985	1,141804	0,632609723



Son olarak bu deney setinde kalıplanan numunelerin yüzeylerinden ve kırık yüzeylerinden SEM görüntüleri alınmış ve Şekil 6.8’de verilmiştir. Toz / bağlayıcı yapılarının homojen dağılımı bu görüntülerden de net olarak izlenmektedir. Sarı bölgelerde poroziteler görülmektedir.



Şekil 6.8. Yüzey SEM görüntüleri.

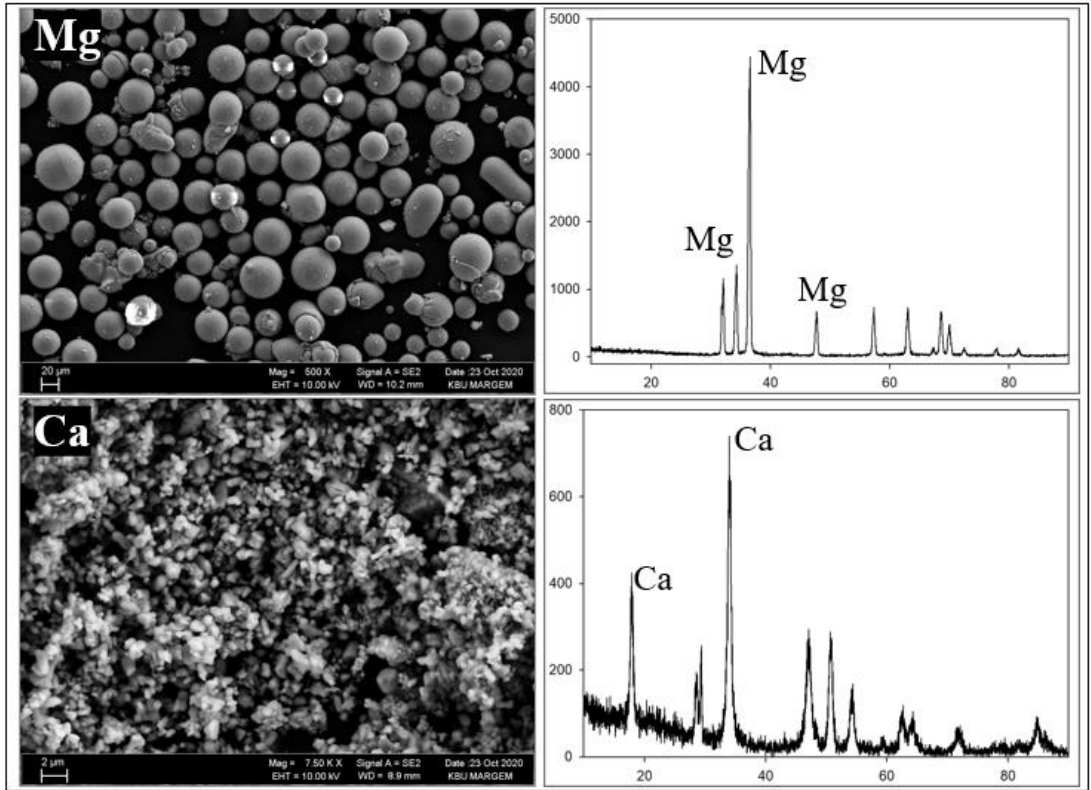
Bu deney setinin tüm sonuçları göz önünde bulundurulduğunda tez kapsamında tasarlanan TEK ünitesinin farklı toz formları ve farklı bağlayıcı reçetelerini kalıplama

kabiliyeti incelenmiştir. Sonuçlara göre ise tüm reçetelerin başarılı şekilde kalıplandığı ve TEK sisteminin uygunluğu tespit edilmiştir.

## 6.2. Mg-Ca ALAŞIMI ÜZERİNE SONUÇLAR

Tez çalışmasında ikinci deney seti olarak Mg-Ca alaşımının kalıplanması ve sinter süreci incelenmiştir.

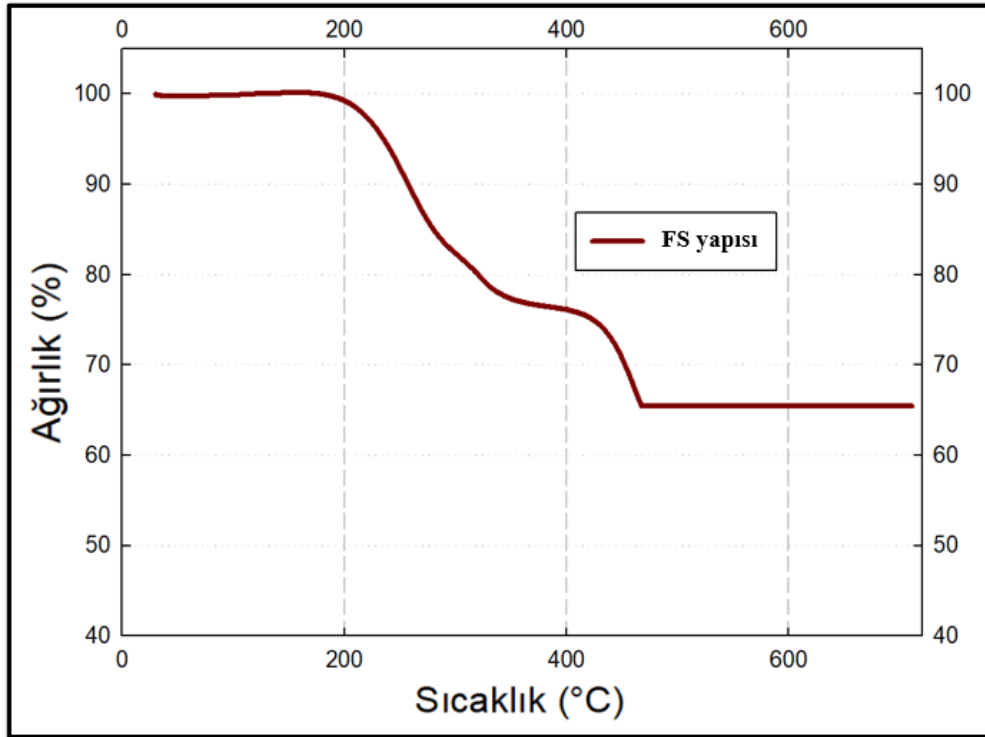
İlk olarak deney setinde kullanılan Mg ve Ca tozlarına ait XRD grafikleri ve SEM fotoğrafları Şekil 6.9'da verilmiştir. Bağlayıcı polimerler olarak ise bir önceki deney setinde en iyi sonucu veren PEG+PMMA+SA reçetesi kullanılmıştır. Bağlayıcı polimerlere ait SEM görüntüleri Şekil 6.2'de verilmiştir. Bağlayıcı reçetesinde ise DB olarak %65 oranında PEG<sub>4000</sub>, TB olarak %30 oranında PMMA ve yağlayıcı olarak %5 oranında SA kullanılmıştır. Bu deney setindeki % toz / bağlayıcı oranı ise 65/35 olarak uygulanmıştır.



Şekil 6.9. Mg ve Ca tozlarına ait XRD grafikleri ve SEM fotoğrafları.

Bu deney setinde karıştırma süreci deneysel çalışmalar bölümünde verilen detaylarla uygulanmıştır.

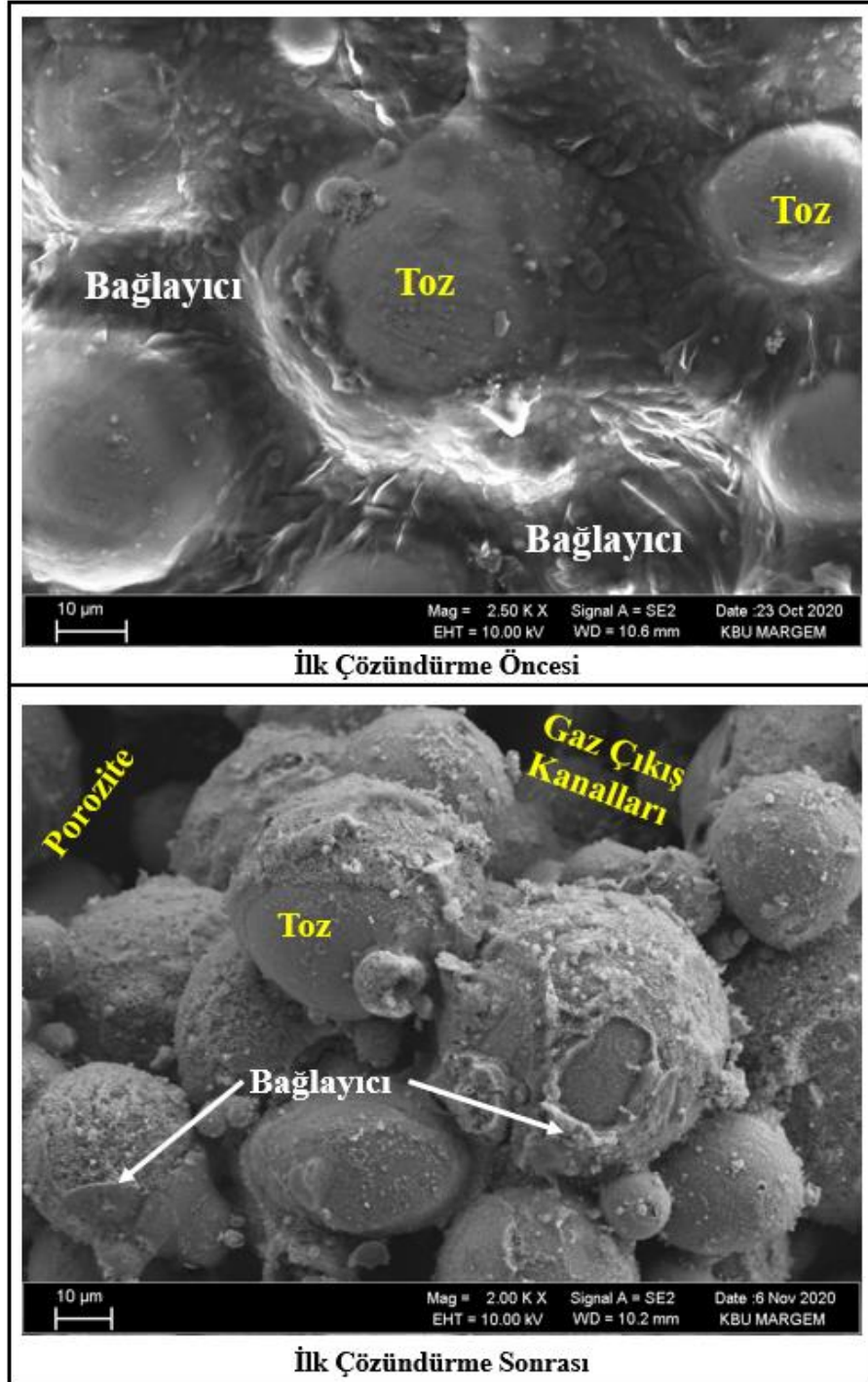
FS yapısı bir sonraki aşamada TGA incelemesine tabi tutulmuş ve elde edilen grafik Şekil 6.10'da verilmiştir. TGA grafiğine göre % toz / bağlayıcı oranı 64 / 36 olarak tespit edilmiştir. FS yapısı için ise hazırlanmak istenen oran 65 / 35 olarak planlanmıştır. Sonuç olarak başarılı bir FS hazırlığı yapılmıştır.



Şekil 6.10. FS yapısı TGA analizi.

FS yapısı hazırlığı ve ön deneyler sonrasında numuneler TEK üretim sisteminde ilk deney setinde ve deneysel çalışmalar bölümünde verilen şartlarda kalıplanmıştır. Kalıplama işlemi sonrasında malzemeler ilk çözündürme işlemine tabi tutulmuştur. 50°C sıcaklıkta 3 saat uygulanan çözündürme işleminde ultra saf su + %10 hekzan solüsyonu kullanılmıştır. Kalıplanmış ürün yüzeyinden ve ilk çözündürme sonrasında elde edilen yüzeysel SEM görüntüleri Şekil 6.11'de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde ilk çözündürme sonucunda yapıda DB bağlayıcı yapısı çözünürken TB polimeri tozlar üzerinde yapışkan formda kalmıştır. Toz yüzeylerinde kalan TB yapısının, ürünü iskelet görevinde bir arada tuttuğu bilinmektedir [8]. İlk çözündürme

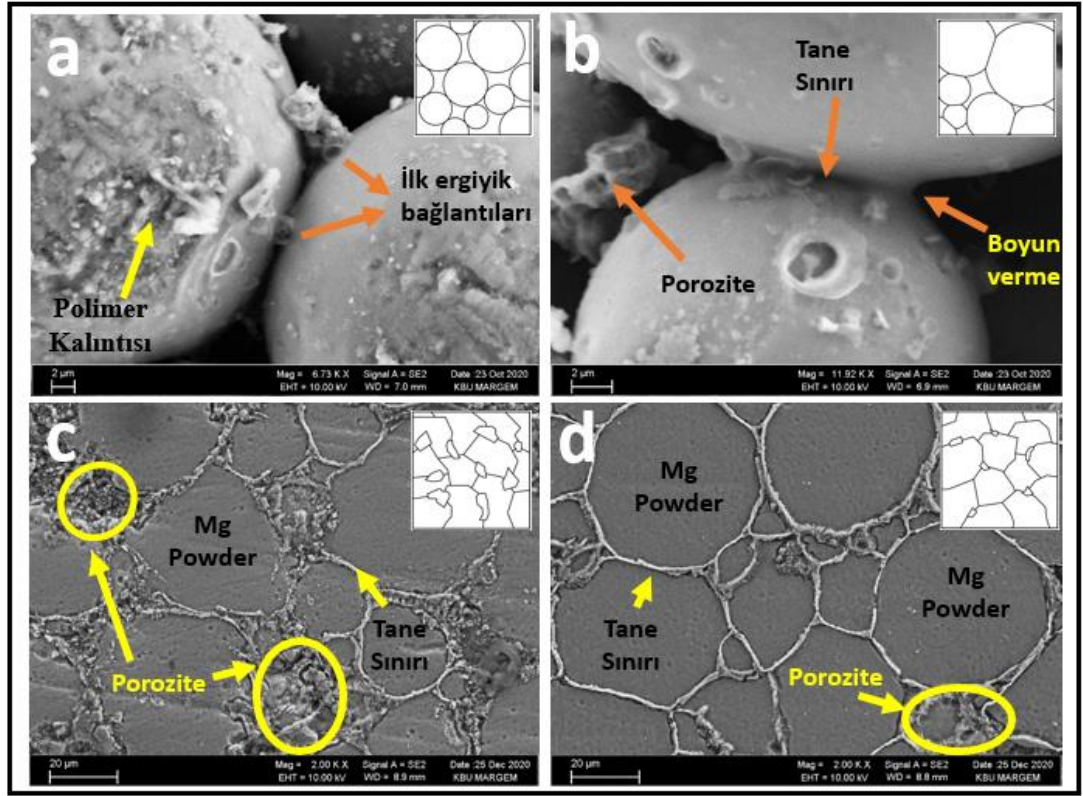
sonrasında kalıplanan numune ağırlığının yaklaşık %15 kadarını kaybetmektedir. Bu kayıp numunedeki PEG polimerinin düşük sıcaklıkta çözünerek solüsyon içerisine karışmasıyla gerçekleşir. Böylece yapıda mikro ve nano gözenekler açılarak sinter anındaki gaz çıkışı sürecine katkı sağlamaktadır [17, 50, 110].



Şekil 6.11. Kalıplanmış ürün yüzeyinden ve ilk çözündürme sonrasında elde edilen yüzeyel SEM görüntüleri.

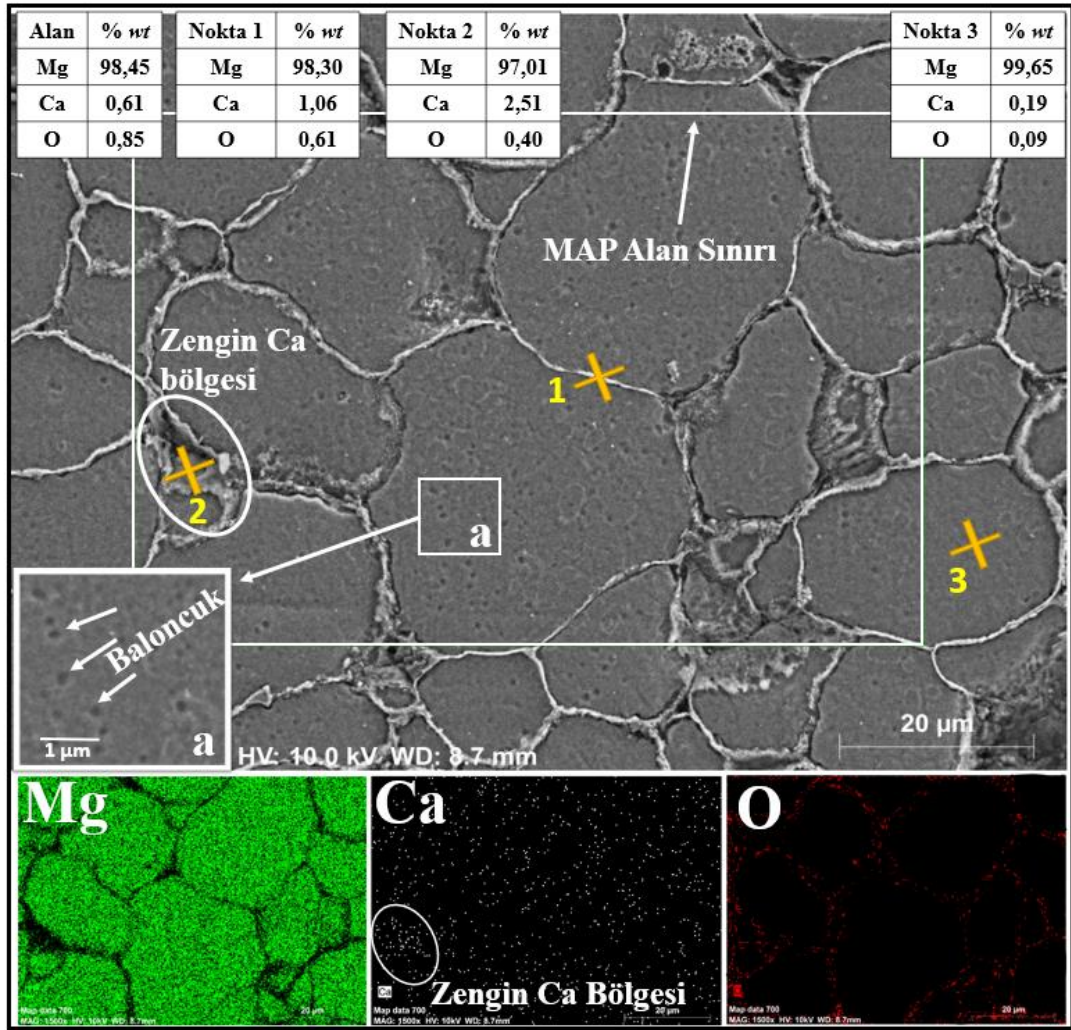
İlk çözdürme sonrasında ürünler 24 saat oda sıcaklığında kurutulmuş ve sinter aşamasına tabi tutulmuştur. Bu aşamada TÇ ısıl işlemi 375°C seviyelerinde 90 dakika olarak uygulanmıştır. 375°C seviyesi TGA grafiğinde tespit edilen ağırlık kaybı basamakları dikkate alınarak uygulanmıştır. Termal çözdürme öncesinde sinter sürecinin ısıtma hızı 8°Kelvin/dakika olarak yapılmıştır. Sonrasında ise yapıda bulunan polimer bağlayıcıların geometrik yapıyı bozmadan ve FS yapısında çatlak vermeden ve geometrik şeklini bozmadan uzaklaşması için ısıtma hızı 1°Kelvin/dakika olarak uygulanmıştır. Son olarak numuneler “*sinter aparatı*” içerisinde sinterlenmiştir. Sinter aparatının görevi; termal çözdürme sırasında ve tüm sinter sürecinde yapıda tozları bir arada tutan bağlayıcıların ısı etkisiyle uzaklaşması sonucu tozları bir arada tutmaya yardımcı olmaktır.

540 ve 570°C sıcaklıklarda 150 dakika bekleme süresi uygulanırken 600°C sıcaklıkta 150 ve 300 dakika olmak üzere iki farklı süre uygulanmıştır. Toplamda 4 farklı numune üretilmiştir (Sinter ısıl grafiği Şekil 5.4’de verilmiştir). 600°C altındaki numunelerde metalik bir mikroyapı oluşmamıştır. Ancak toz metalürjisinin temel şartları olan [111] “dokunma-bağlanma-mikroyapı” sürecini izlemek adına tüm numunelerden SEM görüntüleri alınmıştır. Sıcaklık farkına bağlı kalarak oluşan görüntülerde (Şekil 6.12) süreç net olarak izlenmektedir.



Şekil 6.12. Sinter sıcaklık farkına göre numunelere ait SEM görüntüleri.

Sinterlenmiş X0-540 (a) numunesi incelendiğinde polimer kalıntılarının tozlar üzerinde hala bulunduğu görülmektedir. Ancak tozlar arasında ilk bağlantıların oluştuğu izlenmektedir. X0-570 (b) numunesinde ise tozların birbiri arasında “boyun verme” aşamasının başladığı görülmektedir. Toz yüzeylerinde ise polimer kalıntılarının kaybolmaya başladığı görüntüler elde edilmiştir. X0-600 (c) ve X0-600+ (d) numunelerinde ise metalografik hazırlık sonrasında mikroyapı görüntülerinin oluştuğu görülmüştür. X0-600 numunesinde tane sınırları oluşmuştur. Ancak taneler arasında porozite miktarının fazlalığı görülmektedir. X0-600+ numunesinde ise taneler arasındaki porozite oranının azaldığı ve tane sınırlarının belirgin hale geldiği izlenmiştir. Böylece sıcaklık artışı ile metalik yapının gelişme süreci takip edilmiştir. Sıcaklık artışı ile metalik yapının gelişmesi ve oluşması üzerine yapılan çalışmalarda benzer süreçler izlenmiştir [1-3, 24, 55].



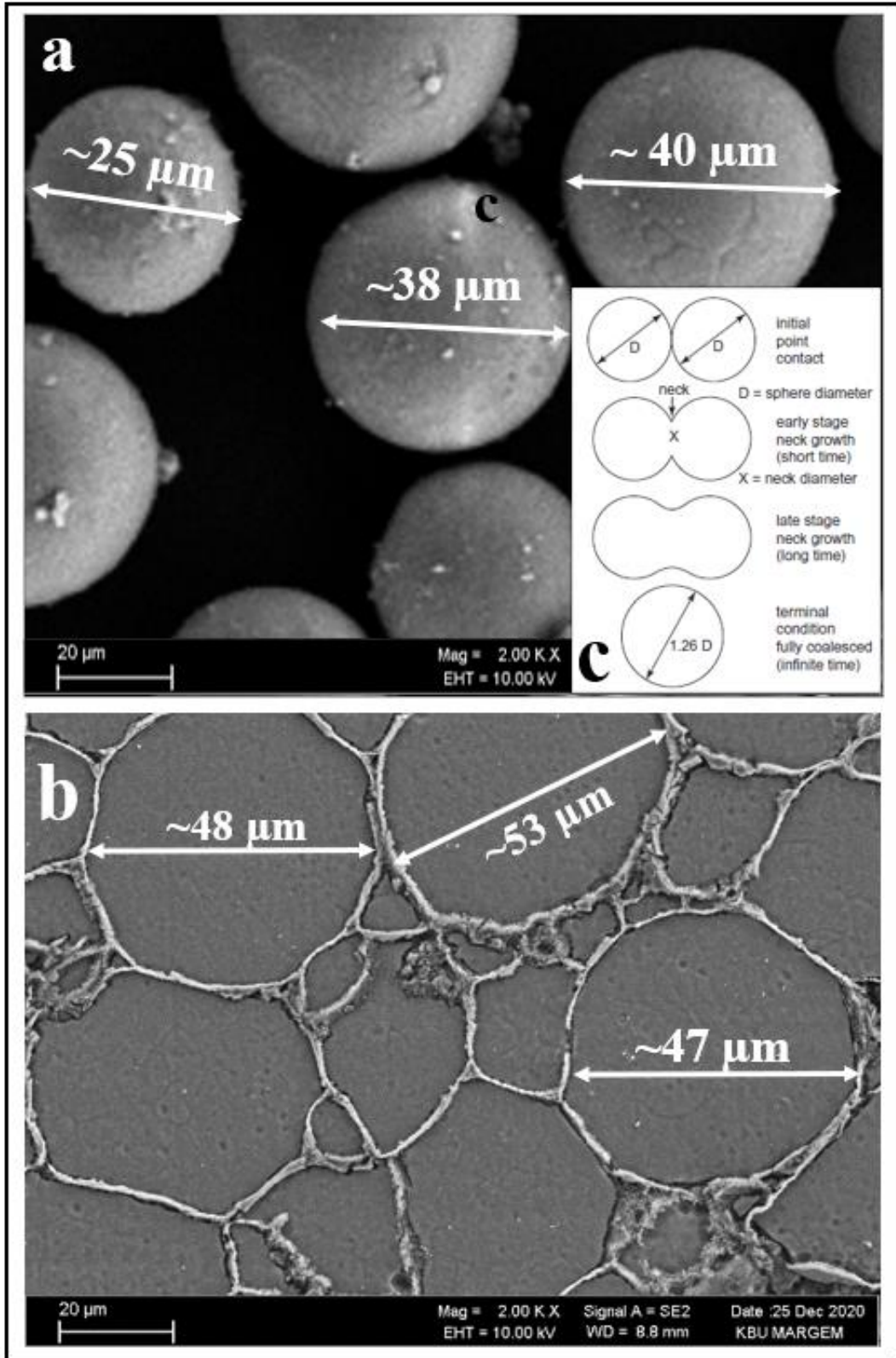
Şekil 6.13. Metalik Mg-Ca alaşımı SEM ve EDX incelemesi.

Metalik yapının en başarılı şekilde elde edildiği X0-600+ numunesinde detaylı bir elementel inceleme yapılmıştır. Şekil 6.13'te verilen SEM görüntüsü üzerinde nokta ve alan bazlı element analizine bakıldığında Ca elementinin tane sınırlarında yığılma yaptığı gözlemlenmiştir. Ayrıca Mg taneleri üzerinde baloncuk şekilli Mg-Ca fazının bulunduğu literatür bilgisi ile tutarlı olarak tespit edilmiştir.  $Mg_2Ca$  fazı üzerine yapılan bir çalışmada [67] bu fazın tane sınırlarında ve baloncuklar şeklinde olduğu raporlanmıştır. Bir başka çalışmada ise [112]  $Mg_2Ca$  fazının 200-700nm çapında küresel partiküller şeklinde oluştuğu kayıt altına alınmıştır. Bu bilgiler doğrultusunda Şekil 6.13 (a) detayında görülen yapıların  $Mg_2Ca$  fazı olduğu düşünülmektedir. Hem tane sınırlarından alınan element oranları hem de baloncuk yapıları Ca elementinin yapıda varlığını göstermektedir.

Son olarak elementel dağılımın raporlandığı resimde Mg, Ca ve O elementlerinin dağılımını farklı renklerde görüntü altında verilmiştir. Toz tanelerinin Mg elementinden oluştuğu ve homojen olarak bir Ca dağılımı izlenmektedir. Ca elementinin tane sınırlarında olduğunu gösteren “*Zengin Ca Bölgesi*” alanı da görüntü ve elementel dağılımlar üzerinde verilmiştir. Oksijen elementinin varlığı hakkında ise element dağılımı görüntüsü alınmıştır. Mg elementinin oksitlenme süreci bilindiği gibi hızlı ve şiddetli olarak gerçekleşmektedir ve bu yüzden yapının oksit barındırmaması istenir [92, 113]. Ancak toz metalürjisi çalışmalarında bu serbest O miktarı düşüktür [111, 114, 115]. Bu bilgiler doğrultusunda görüntüde tespit edilen ve sadece tane sınırlarında bulunan oksijen miktarı %0,85 seviyesinde tespit edilmiştir. Böylece yapıda bulunan elementlerin homojen dağılım gösterdiği bir metalik form elde edilmiş ve oksit miktarı çok düşük miktarda kalmıştır.

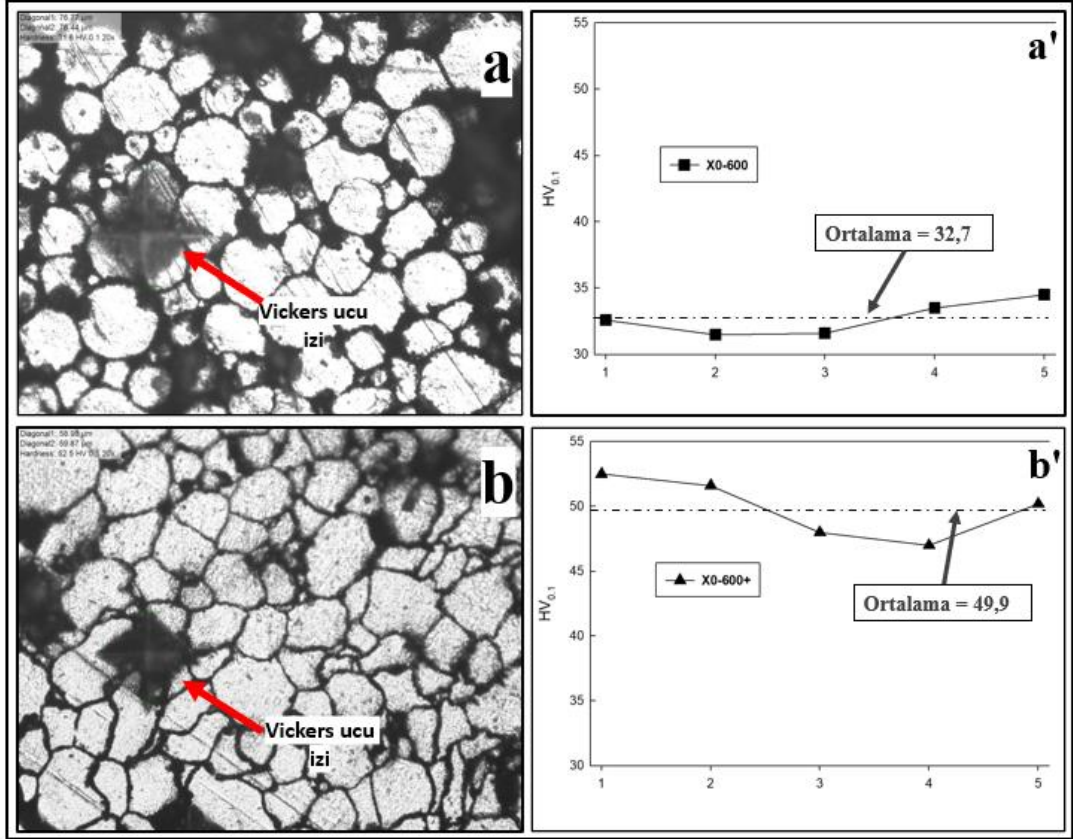
X0-600+ numunesi üzerinden alınan bir başka görüntü ise toz tane boyutları ile karşılaştırılmalı olarak Şekil 6.14’te verilmiştir. Sıcaklık artışının etkisiyle toz tanelerinin genleşerek birbirine yaklaşması ve çaplarının büyümesi üzerine literatür bilgisi mevcuttur. Buradan yola çıkarak literatürde verilen 1,26 katı kadar tane büyümesi (c) beklenen bir sonuçtur [111]. Görüntü ve değerler incelendiğinde ise benzer sonucun elde edildiği görülmektedir.





Şekil 6.14. (a) Toz tane ölçümü, (b) Mikroyapı tane ölçümü ve (c) Örnek çizim.

Bu deney setinde son olarak metalik yapının elde edildiği numunelerde (X0-600 ve X0-600+) mikro sertlik incelemesi yapılmıştır. Deney sonucunda elde edilen sertlik iz görüntüleri ve sertlik değerleri Şekil 6.15'te verilmiştir. Sertlik incelemelerinde izler arası mesafelere dikkat edilmiş (bir önceki izin büyüklüğünden en az 6 kat uzaklaşmıştır [116]) ve en yoğun tane bölgelerinden değerler alınmıştır.



Şekil 6.15. Sertlik iz görüntüleri ve sertlik değerleri, (a) X0-600 ve (b) X0-600+.

Sertlik görüntüleri ve dolayısıyla optik görüntüler incelendiğinde oluşan tane yapılarının mikroyapı görüntüsü verdiği izlenmektedir. Sayısal veriler ise sinter süresinin artışı ile sertlik değerinin yaklaşık %50 artış gösterdiği tespit edilmiştir. Değerler karşılaştırıldığında literatürde tespit edilen toz metalürjisi ile üretilen Mg alaşımlarının benzer sonuçlar verdiği görülmektedir [55, 101].

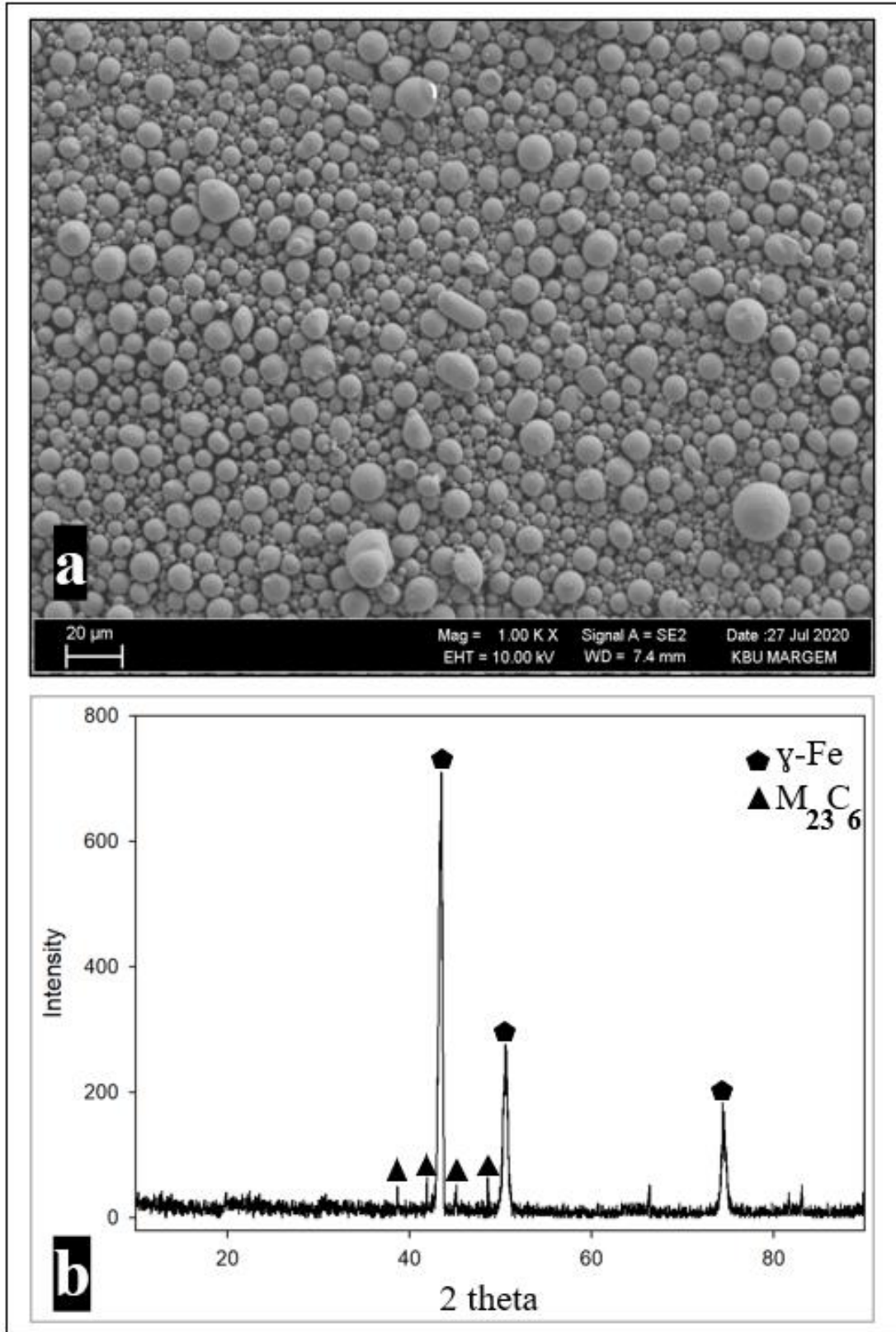
Sonuç olarak bu deney setinde yeni tasarım bir TEK ünitesinde kalıplanan Mg alaşımlarının sinter süreci incelenmiştir. TEK sisteminin kalıplama kabiliyeti üzerine bir aşama daha başarılı olarak sonuçlandırılmıştır. Ek olarak ise kalıplanan numunenin

sinter süreci incelenmiş ve metalik yapının elde edilmesi sonucuna varılmıştır. TGA grafiklerine göre polimerin tamamen yapıdan uzaklaştığı 375-425°C sıcaklık aralığına yakın bir sinter sıcaklığı sonucunda metalik yapı elde edilmiştir. Böylece C-H-O zincir yapılarından oluşan polimerlerin yapıdan tamamen uzaklaştırıldığı bir metalik yapıya ulaşılmıştır.

### **6.3. 316L ALAŞIMI VE BİYO-UYGUNLUK SONUÇLARI**

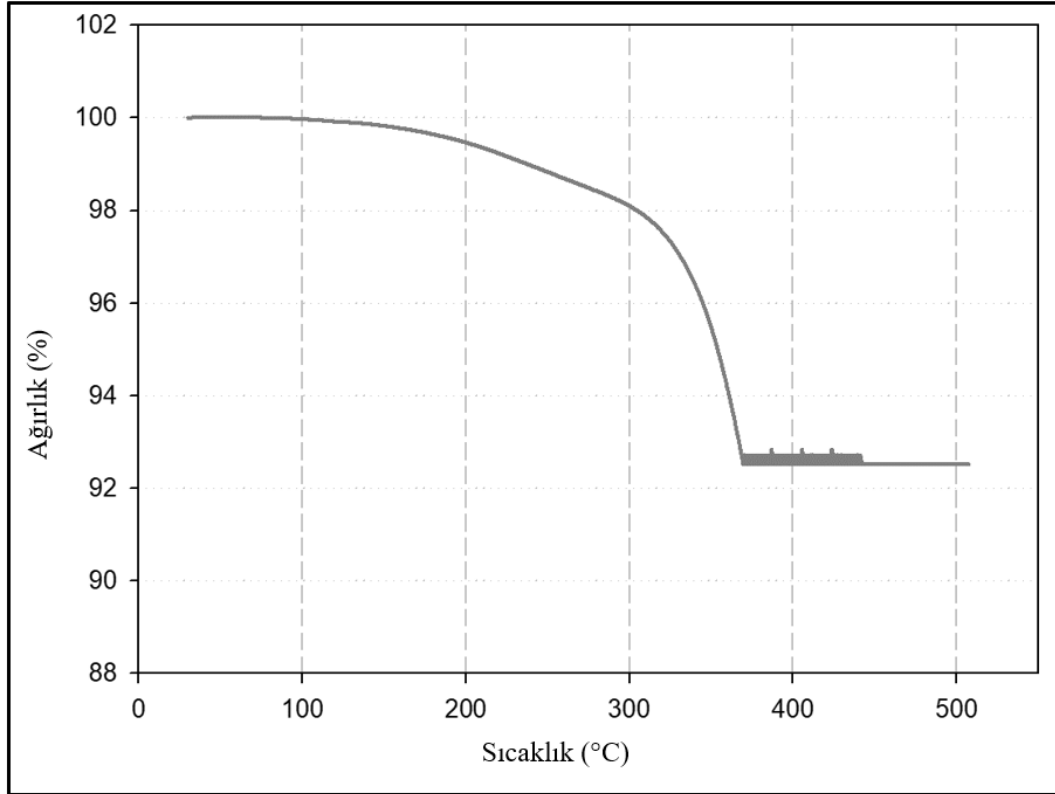
#### **6.3.1. 316L Alaşımının TEK Sistemi ile Üretilmesi Üzerine Sonuçlar**

Geliştirilen TEK üretim sisteminde kalıplanan paslanmaz çelik alaşımı için üçüncü bir deney seti hazırlanmıştır. Bu deney setinde 316L paslanmaz çelik tozu kullanılmış ve ikinci deney setinde de kullanılan PEG+PMMA+SA polimer reçetesi ile kalıplanmıştır. Kullanılan 316L kalite paslanmaz çelik tozunun SEM görüntüsü Şekil 6.16'da verilmiştir. Toza ait XRD analizi ise (b) detayında görülmektedir. Toz küresel formda ve  $D_{90}=10 \mu\text{m}$  özelliklerindedir. Böylece TEK üretim yöntemleri için uygun form ve çap oranını barındırmaktadır [2, 3].



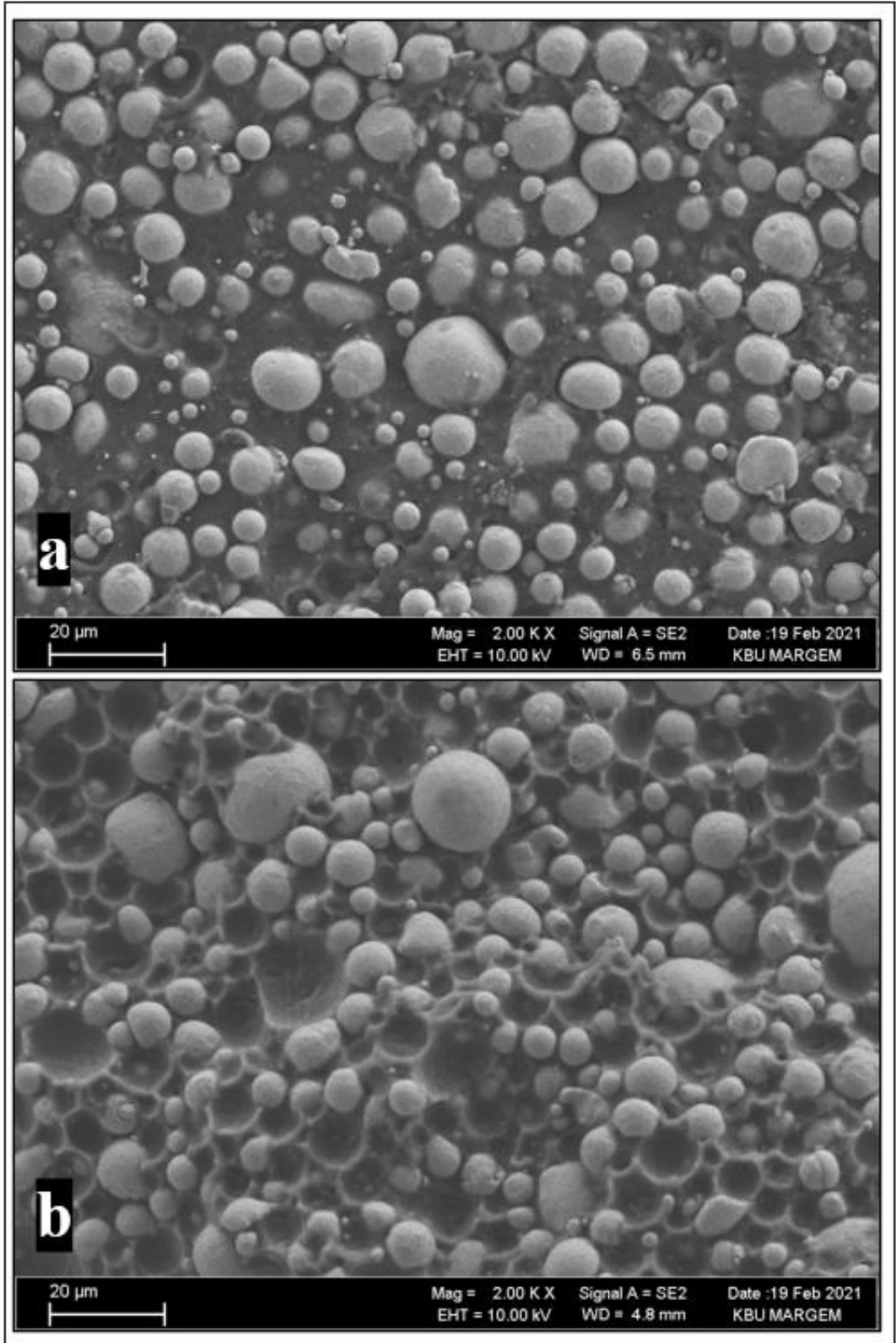
Şekil 6.16. 316L paslanmaz çelik tozunun (a) SEM görüntüsü ve (b) XRD analizi.

İlk olarak deneysel çalışmalar kısmında verilen süreç ile FS yapısı hazırlığı yapılmıştır. FS yapısına uygulanan TGA analizi ile kuru madde miktarı incelenmiş ve yapının ağırlıkça %92 toz ve %8 polimer içerdiği sonucuna varılmıştır (Şekil 6.17). Böylece hazırlanmak istenen FS reçetesi beklenen toz/bağlayıcı oranını vermiştir. Ek olarak TGA grafiğine göre termal çözündürme sıcaklığı 375°C olarak uygulanmıştır.



Şekil 6.17. FS yapısı TGA Grafiği.

Sonrasında ikinci deney setindeki aynı parametrelerle kalıplama yapılmıştır. TEK sisteminde başarılı parametreler değiştirilmeden uygulanmıştır. Kalıplama sonrası numunelerden alınan yüzey ve kırık yüzey SEM görüntüleri Şekil 6.18’de verilmiştir.



Şekil 6.18. Kalıplama sonrası (a) yüzey ve (b) kırık yüzey SEM görüntüleri.

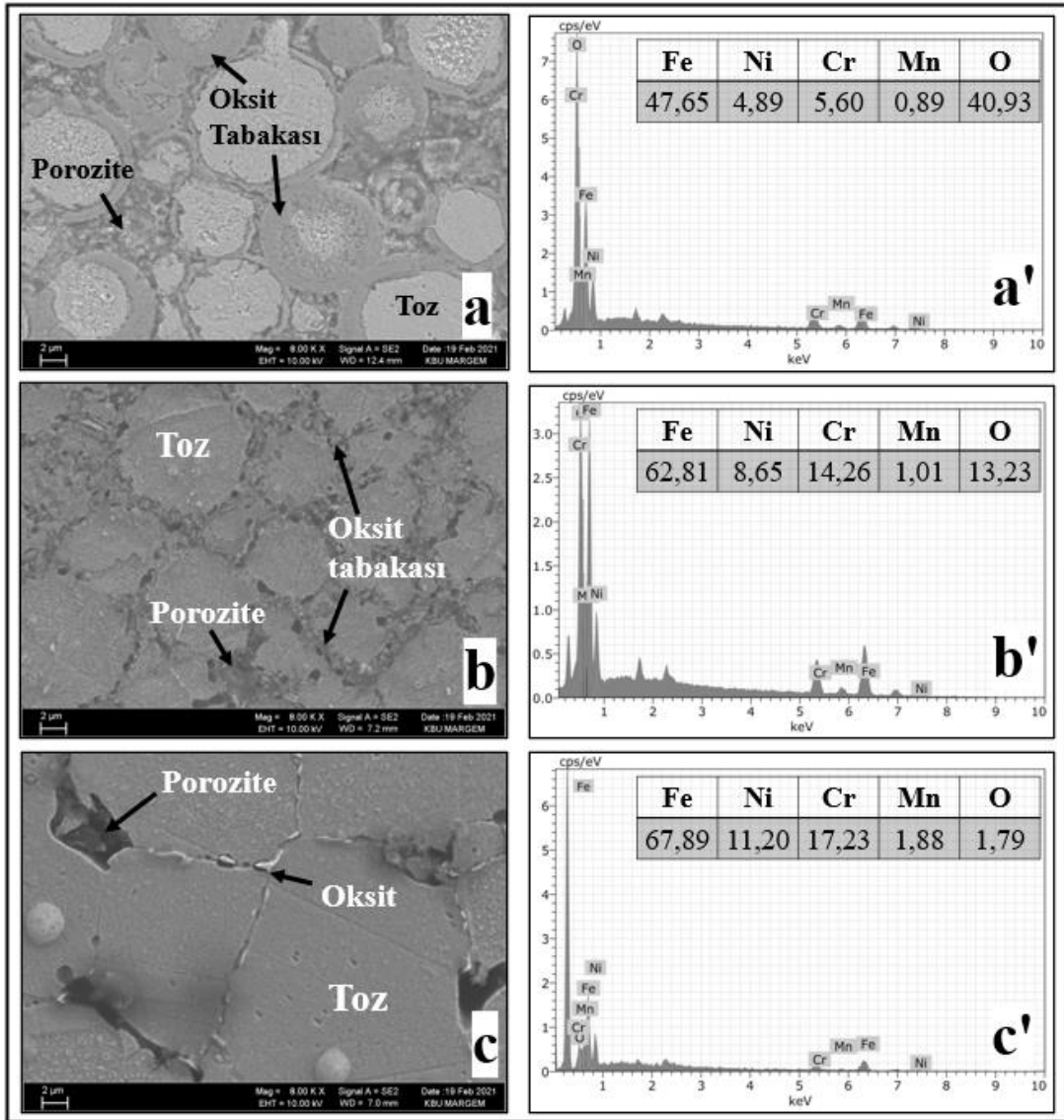
Görüntüler incelendiğinde toz dağılımının homojen olduğu görülmektedir. Kırık yüzey görüntüsünde ise toz tanelerini polimerlerin tamamen kapladığı görülmektedir. Kırılma sonucunda kopan tanelerin çukurcukları bu durumu göstermektedir.

Bir sonraki aşamada numuneler ilk çözündürme sonrasında sinterleme ısıl işlemine alınmıştır. Sinter süresince Ar atmosferi altında 3 farklı sıcaklıkta deney yapılmıştır. 1100°C, 1200°C ve 1300°C sıcaklıklarında 2 saat uygulanan deneyler sonucunda malzemeler metalografik olarak hazırlanmış ve SEM görüntüleri Şekil 6.19'da verilmiştir.

SEM görüntüleri incelendiğinde sıcaklık arttıkça sinter gelişiminin daha iyi olduğu izlenmiştir. Sonuç olarak en yüksek sıcaklıkta, beklenen tane yapısı elde edilmiştir. Bir başka bakışla oksit tabakasının varlığı sıcaklık arttıkça azalmış ve 1300°C numunesinde elementel analiz sonuçlarına göre %1,79 seviyelerine kadar düşmüştür.

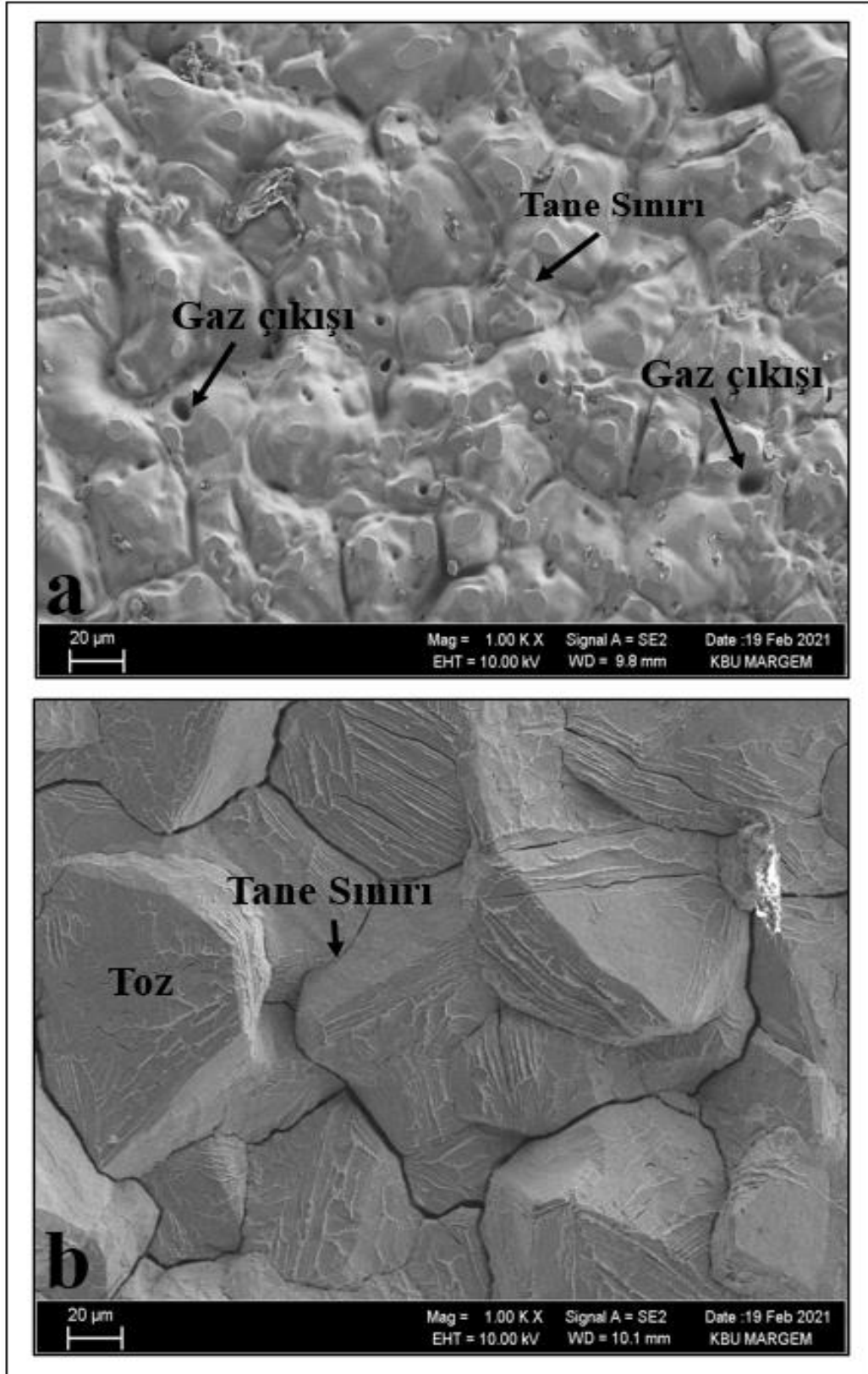
Düşük sıcaklıklarda tespit edilen oksit tabakalarının C ve O zincirlerinden oluşan polimer kalıntılarından ortaya çıktığı bilinmektedir [92, 99, 113]. Bir başka çalışmada ise enjeksiyon kalıplama sırasında kullanılan yardımcı unsurların geride oksit bırakabileceği rapor edilmiştir [41]. Bu oksit tabakası ancak sıcaklık ve bekleme süresi parametreleri ile alaşım dışına çıkarılabilir. Böylece bu tez çalışmasında da sıcaklık arttıkça oksit tabakası kaybolmuştur.

1300°C sıcaklık numunesinde ortaya çıkan mikro yapıda küresel tozların daha köşeli ve prizmatik görünmesi üzerine kırık yüzey analizi yapılmıştır. Sinterleme sonrası yüzeyden ve kırık yüzeyden alınan görüntüler Şekil 6.20'de verilmiştir.



Şekil 6.19. Sinter sonrası SEM görüntüleri ve elementel analiz detayları (a) 1100°C, (b) 1200°C ve (c) 1300°C.



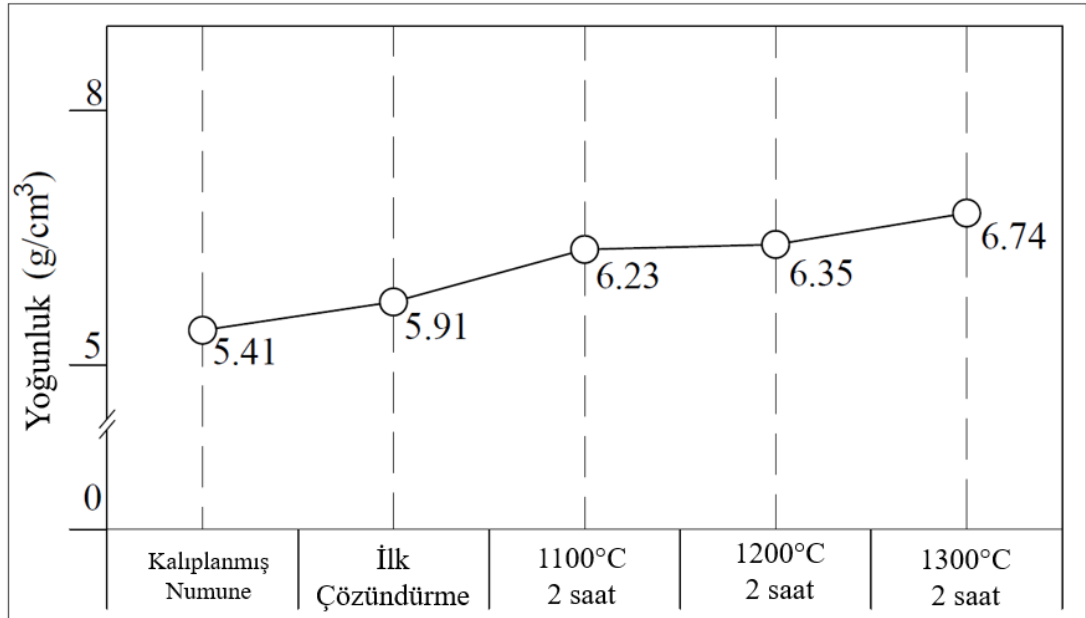


Şekil 6.20. Sinterleme sonrası yüzey (a) ve kırık yüzey (b) görüntüleri.

Numune kalıp temas yüzeyi sinterleme sonrasında gaz çıkışlarını barındırmaktadır. Gaz çıkış kanalları (a) resminde net olarak izlenmektedir. Kanal çapları en fazla 6 µm çapa sahipken, genelde 1-2 µm seviyesinde izlenmektedir. Bu gaz çıkış kanalları ilk çözündürme sonrasında oluşan boşlukların yardımı ile oluşmuştur. Bu sebeple numune çatlama ve şekil bozukluğu yaşamadan sinterlenebilmiştir. Sinter sürecinin incelendiği literatür raporlarında da benzer sonuçlar elde edilmiştir [4, 51, 111].

SEM görüntüleri incelendiğinde küresel tozlar sinter sürecinin son aşamasında birleşmeye çalışmış ve küresel yapıdan ortaya çıkan boşlukları doldurmuşlardır. Böylece ilk şekline göre daha köşeli ve prizmatik şekiller ortaya çıkmıştır. Bu olay yapının mikro görüntü vermesine yardımcı olmaktadır. Benzer çalışmalarda küresel olarak kalıplanan tozların sinter işlemi sonrasında belirgin şekilde ilk görsel durumlarını kaybettikleri görülmüştür. Bunun yanı sıra köşeli / prizmatik tanelere dönüştükleri rapor edilmiştir [99, 111, 117, 118].

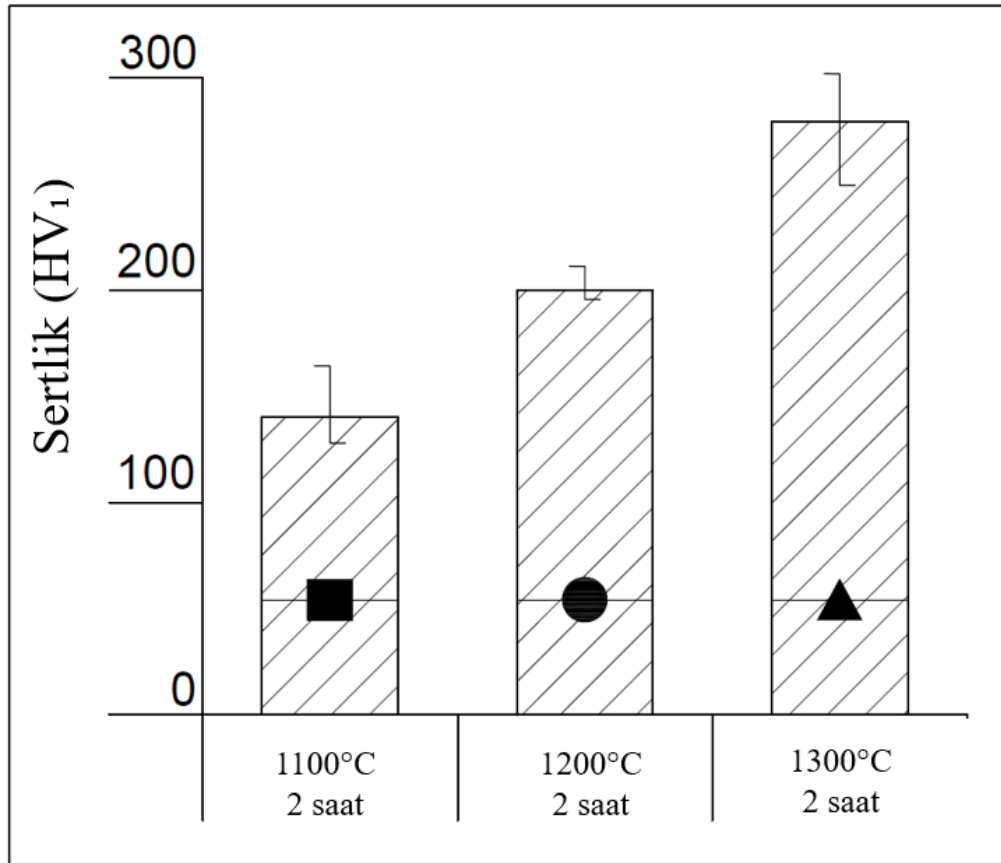
Bu deney setinde son olarak tüm aşamalarda yoğunluklar Arşimet prensibine göre ölçülmüş ve raporlanmıştır. Elde edilen grafik Şekil 6.21’de verilmiştir.



Şekil 6.21. Arşimet prensibine göre yoğunluk ölçüm sonuçları.

Sonuçlar incelendiğinde kalıplanmış numunede ölçülen yoğunluk değeri  $5,41 \text{ g/cm}^3$  iken  $1300^\circ\text{C}$  sıcaklıkta sinterlenen numunedeki yoğunluk değeri  $6,74 \text{ g/cm}^3$  seviyelerine kadar çıkmıştır. Bir başka deyişle yoğunluk ilk üründen son ürüne yaklaşık %25 artış göstermiştir. Böylece sinter sıcaklıkları ve yapılan diğer aşamalar ile yoğunluk artmıştır. Benzer olarak yapılan bir çalışmada, paslanmaz çelik tozları  $1300^\circ\text{C}/2$  saat şartlarında sinterlenmiş ve ölçülen yoğunluk ortalama  $6,80 \text{ g/cm}^3$  olarak raporlanmıştır [119]. Literatürde de sinter sıcaklığının artışı ile yoğunluk değerinin artış gösterdiği bilinmektedir [4, 51].

Üç farklı sıcaklıkla ve aynı sürede sinterlenen yapılardan numune hazırlığı sonrasında sertlik ölçümü alınmıştır. Sertlik ölçümü Vickers tipinde 1 kg yük altında yapılmıştır. Sonuç olarak elde edilen veriler Şekil 6.22’de özetlenmiştir.



Şekil 6.22. 316L numuneler için sertlik sonuçları.

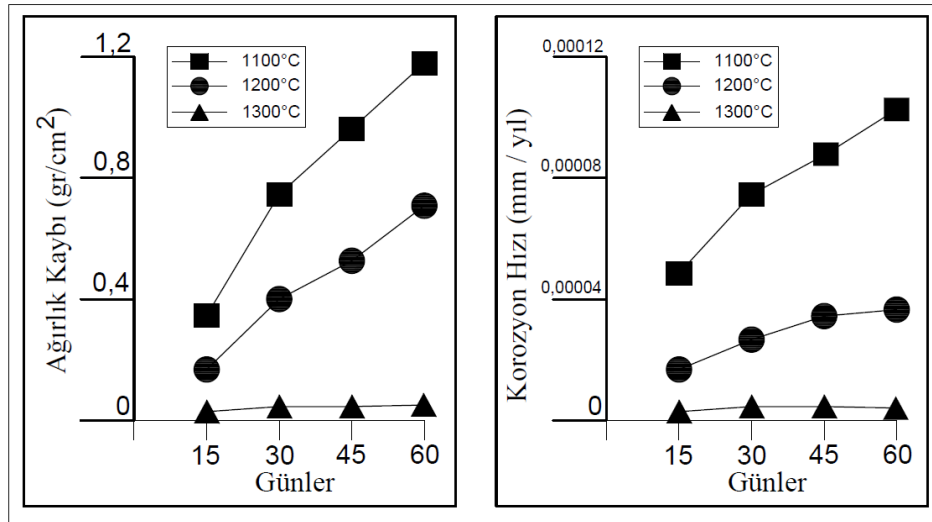
Sertlik sonuçlarına göre sinter sıcaklığının artışı ile sertlik değeri de artış göstermiştir. 316L kalite bir paslanmaz alaşımının literatürdeki sertlik seviyesi üzerinden yola çıkacak olursak değerler benzerlik göstermektedir. Toz metalürjisi yöntemi ile üretilen bir 316L alaşımı sertlik değeri birçok çalışmada kayıt altına alınmıştır [120, 121]. Bu tez çalışmasında elde edilen yaklaşık 280 HV sertlik değeri de literatürde tespit edilen değerlerle tutarlıdır.

### 6.3.2. Biyo-Uygunluk Üzerine Deneysel Sonuçları

Bu deney setinde son olarak TEK sisteminde üretilen 316L alaşımının farklı sinter sıcaklıklarındaki örneklerine biyo-uygunluk deneyleri yapılmıştır. Biyo-uygunluk deneyleri 3 farklı yöntem ile gerçekleştirilmiştir.

#### 6.3.2.1. Ağırlık Kaybına Bağlı Daldırma Korozyon Sonuçları

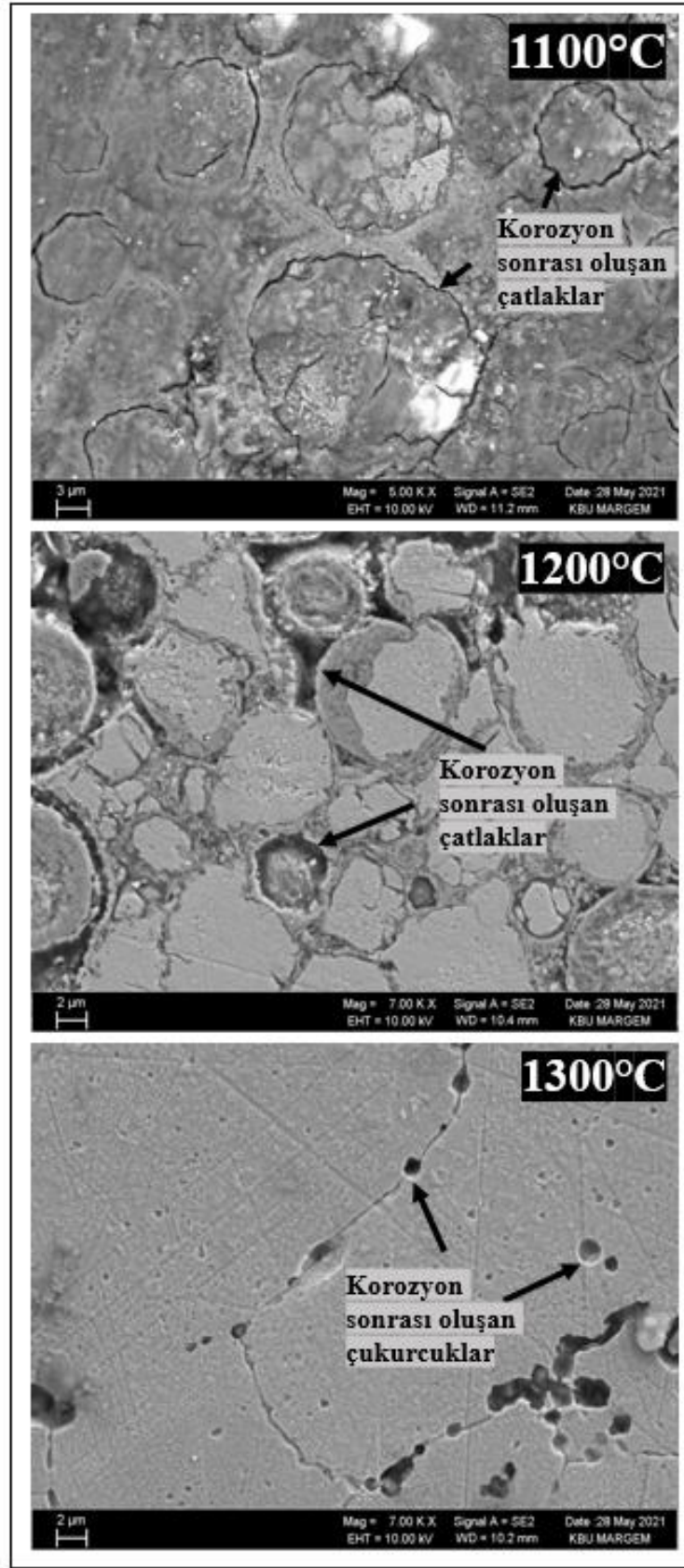
Bu deney aşamasında numunelerin ilk ağırlıkları hassas terazi ile ölçülmüş ve numuneler toplamda 60 gün olmak üzere Hank's solüsyonunda askı pozisyonunda bekletilmiştir. Deney sonrası ağırlık kaybında oluşan değişimler Şekil 6.23'te ağırlık kaybı grafiğinde verilmiştir. Korozyon hızı ise mm / yıl cinsinden olmak üzere Eşitlik 5.1'de verilen denklem değişkenleri dikkate alınarak hesaplanmıştır ve grafik haline getirilmiştir.



Şekil 6.23. Daldırma biyo-korozyon ağırlık kaybı sonuçları ve korozyon hızı.

Grafik incelendiğinde düşük sıcaklıklarda sinterlenen numunenin süreye bağlı ağırlık kaybı oranı fazla iken yüksek sıcaklıkta sinterlenen numunenin değerleri daha düşüktür. Hank's solüsyonu içerisinde bulunan asit ve tuz yapıları sebebiyle oksit tabakaları hızla kırılmış ve kopan parçalar ağırlık kaybını oluşturmuştur. Korozyon hızı ise ağırlık kaybı ile yakın seviyede eğilim göstermiştir. Düşük sıcaklıktaki oksitler hem ağırlık kaybını arttırmış hem de korozyonu hızlandırmıştır. Yüksek sıcaklık numunesinde ise taneler arası oksit oranı çok düşük seviyede olup Hank's solüsyonunun pH dengesi bu yapıyı kıramamıştır [14, 72, 118]. Böylece sinter sıcaklığının artışı ile ağırlık kaybı azalırken korozyon direnci artmıştır. Korozyon hızı da en yüksek sinterleme sıcaklığında en düşük seviyede değer göstermiştir. Daldırma korozyon sonrasında elde edilen yüzeylerden ise SEM görüntüleri alınmış ve Şekil 6.24'te verilmiştir.

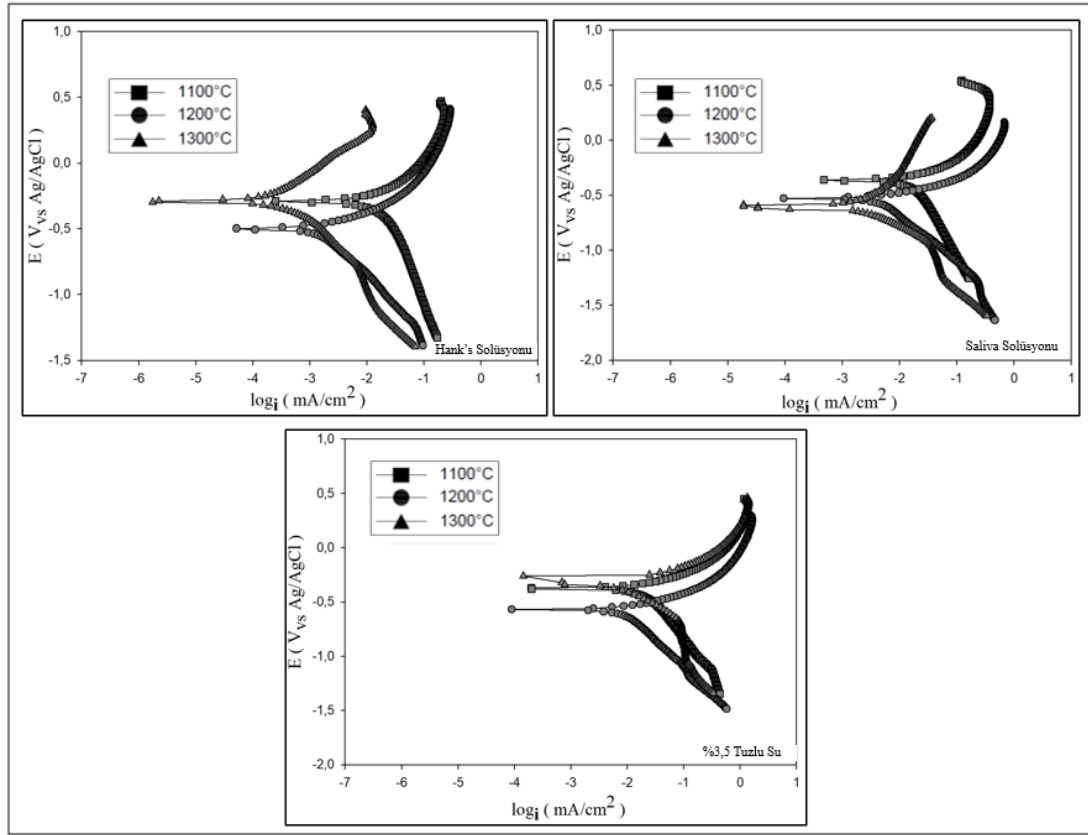
SEM resimleri incelendiğinde 1100°C numunesinde her tanenin etrafında derin çatlaklar olduğu görülmektedir. Taneleri çevreleyen oksit tabakalarının koparak ağırlık kaybına sebep olduğu düşünülmektedir. 1200°C numunesinde de aynı şekilde oksit tabakasının kırılması gözlemlenmiştir. Ancak 1200°C numunesinde aynı zamanda parçalanmayan tane sınırları da mevcuttur. Bu yüzden ağırlık kaybı daha az olmuştur. 1300°C numunesine bakıldığında ise sadece tane sınırlarında yer yer gelişen çukurcuklar izlenmektedir. Korozif ortam bu noktadaki oksitleri koparabilmiş ancak tane sınırına geldiğinde bir bariyer ile karşılaşmıştır. Bu yüzden sadece bu çukurcuklardan kopan oksitler çok düşük seviyede bir ağırlık kaybı oluşturmuştur. Daldırma korozyonun bu tip etkilerini gösteren benzer çalışmalar izlendiğinde tane sınırları daha ince ve oksit bulundurmeyen yapıların daha iyi sonuçlar verdiği görülmektedir [81, 97, 120]. Bu sonuçlarla sinter sıcaklığı arttıkça korozyon direncinde gözle görülebilir bir artış olduğu raporlanmıştır.



Şekil 6.24. Daldırma biyo-korozyon sonrası elde edilen yüzey görüntüleri.

### 6.3.2.2. Potansiyodinamik Korozyon Sonuçları

Numuneler üzerinden geçirilen kontrollü akım ve volt miktarlarının özel elektrotlar yardımı ile okunması mantığına dayalı potansiyodinamik korozyon yönteminde 3 farklı solüsyon kullanılmıştır. Hank's, saliva ve tuzlu su solüsyonlarında gerçekleştirilen deneylerde  $E_{\text{corr}}$  ve  $I_{\text{corr}}$  değerleri kayıt altına alınmıştır. Oluşan verilerin logaritmik akışta tafel eğrileri çizilmiştir. Elde edilen tafel eğrileri Şekil 6.25'te verilmiştir.



Şekil 6.25. 316L numuneleri tafel eğrileri.

Tafel eğrileri incelendiğinde sıcaklık farkı ile oluşan tane yapısının ortaya çıkardığı etki ile tafel eğrileri şekillenmiştir. Her 3 solüsyonda da korozif ortama direnç gösteren 1300°C numunesi  $E_{\text{corr}}$  ve  $I_{\text{corr}}$  değerleri düşük seviyede seyretmiş ve başarılı bir sonuç göstermiştir. Bu değerlerin düşük seyretmesi literatürde korozyon direncinin yüksek olduğunun göstermektedir [96, 97, 122]. Bu aşamada hesaplanan  $E_{\text{corr}}$  ve  $I_{\text{corr}}$  değerleri

Çizelge 6.2’de verilmiştir. Çizelgede aynı zamanda deneyin yapıldığı cihazdan elde edilen korozyon oranı raporlanmıştır.

Çizelge 6.2. Korozyon sonrası cihaz değerleri.

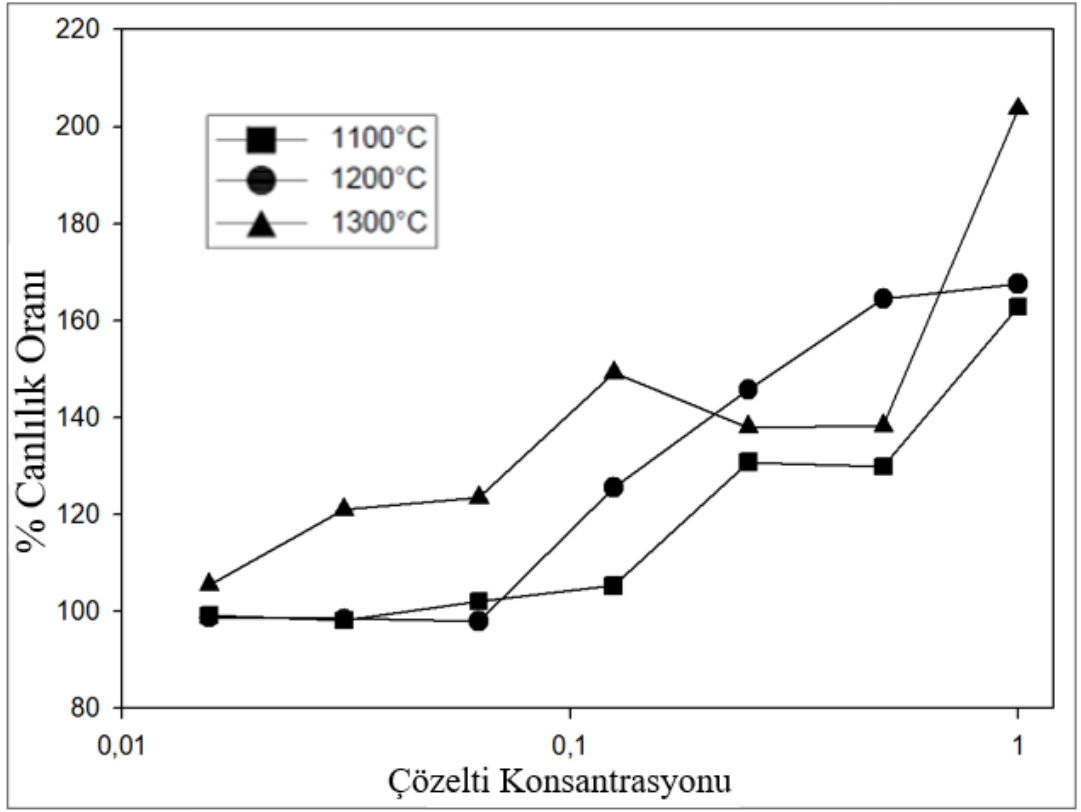
Solüsyon	Numune	$I_{corr}$ mA	$E_{corr}$ mV	Korozyon oranı (mm / yıl) Gamry
Hank's	1100°C	0.0986	-287	15.60
	1200°C	0.00859	-496	1.402
	1300°C	0.0000748	-290	0.01708
Saliva	1100°C	0.364	-362	5.323
	1200°C	0.0236	-541	0.3449
	1300°C	0.000989	-596	0.02259
%3,5 NaCl	1100°C	0.157	-569	2.56
	1200°C	0.0157	-375	0.2568
	1300°C	0.00228	-225	0.05198

Çizelge incelendiğinde sinter sıcaklığının artışı ile korozyon oranı şiddetli şekilde düşüş göstermiştir. Bu düşüş her 3 solüsyonda da gerçekleşmiştir. 316L numunesi üzerinden alınan değerler literatürle karşılaştırıldığında yakın değerler tespit edilmiştir [96]. Ek olarak oksit miktarı azaldıkça korozyon oranı düşmektedir. Oksit oranı üzerine çalışmalarda oksit yapısının korozif ortamda çok hızlı korozyona uğradığı ve yapıdan uzaklaştığı rapor edilmiştir [51, 92]. Böylece korozyon oranının oksit yapısının varlığına bağlı olduğu düşünülmektedir.

### 6.3.2.3. Sitotoksosite Biyo-Uyumluluk Sonuçları

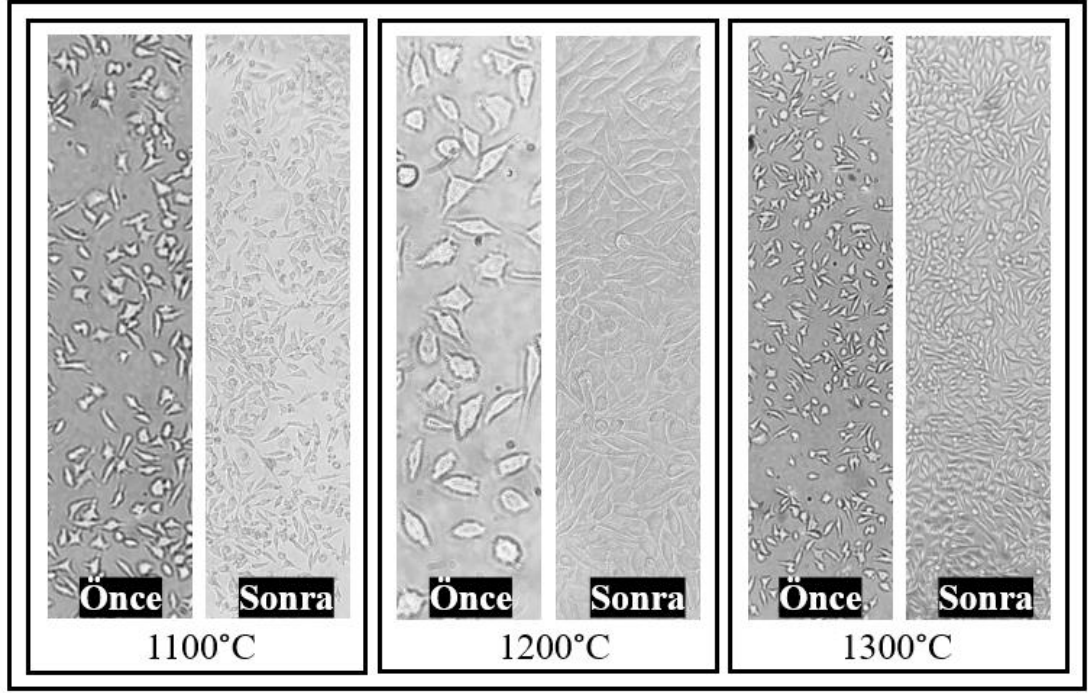
Biyo-uyumluluk deneylerinin temeli olarak bilinen sitotoksosite testi; numunelerin bir solüsyon içerisinde bekletilerek bu solüsyonun canlı hücreler üzerindeki etkisini görmek adına yapılmaktadır. Belirli şartlarda ve uygun standartlar [123, 124] dahilinde yapılan test, % canlılık (Şekil 6.26) değerlerini vermektedir. Böylece malzemelerin toksik etkisi incelenebilmektedir [125].





Şekil 6.26. % Canlılık oranları.

Bu deney setinde kullanılan 316L alaşımının ise biyo-uyumlu bir alaşım olduğu bilinen bir sonuçtur [124, 126, 127]. Deney sonuçları karşılaştırılmak istenirse 316L alaşımı hadde ürünü bir malzemede sitotoksosite testi yapılmış ve % canlılık %150 oranında elde edilmiştir [127]. Toz malzemedan üretilen bu çalışmadaki % canlılık sonucu ise %102 olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçla 316L alaşımı biyo uyumlu olarak elde edilmiştir. Ancak TEK sistemindeki oksit dengesi bu oranı bir miktar düşürmüştür. Sonuç olarak elde edilen tüm numuneler akredite bir laboratuvar tarafından biyo uyumlu olarak raporlanmıştır. Son olarak alaşımın bekletildiği solüsyonun canlı hücre üzerine ilavesi ve çözelti derişikliği ile elde edilen hücre koloni görüntüleri Şekil 6.27’de verilmiştir.



Şekil 6.27. Hücre koloni görüntüleri.

Sonuç olarak her numunenin bekletildiği solüsyonlar farklı konsantrasyonlarda hücreler üzerine eklenmiştir. Her numunede de % canlılık artış göstermiş ve en yüksek sinter sıcaklığındaki 1300°C numunesinde bu değer 100 birim hücreden yaklaşık 205 birim hücreye yükselmiştir (Bu süreçte hücreler uygun besi yeri ortamındadır). Bu durum preparat görüntülerinde de net olarak izlenmektedir. 316L alaşımının literatürde bilinen biyo-uyumluluk sonucu yeni tasarım TEK sisteminde üretilen alaşımda da elde edilmiştir. Sitotoksisite testinin uygulandığı çalışmalarda da hücre kolonilerinin toksik olmayan ortamlarda çoğaldığını göstermektedir [74, 124].

Tüm deney gruplarının sonucu olarak bu tez çalışmasında, yeni bir TEK sistemi tasarlanmıştır. Tüm malzeme seçimleri, çizimler, özel tasarım bölgeleri ve hazır ürünler dikkatle çalışılmış ve sistem imal edilmiştir. Yeni tasarım bu sistemin TEK ürünlerini üretebilme kabiliyeti, bu ürünlerin sinter süreci ve ürünlerin biyo verileri bu tez çalışmasında detaylı şekilde raporlanmıştır. Biyo-uyumlu olduğu bilinen Mg ve paslanmaz çelik alaşımları tez kapsamında kullanılmıştır. Düşük sıcaklıkta sinterlenen Mg alaşımının TEK sistemindeki sinter süreci izlenmiştir. Ayrıca yüksek sıcaklıkta sinterlenen paslanmaz çelik alaşımı da son ürün haline getirilmiştir. Bu sonuçlarla hem

düşük sıcaklıkta hem de yüksek sıcaklıkta sinterlenen farklı alaşımların bu TEK sisteminde üretilebilirliği ortaya koyulmuştur. Böylece yeni tasarım TEK sisteminin baştan sonra incelemesi yapılmış ve literatüre kazandırılmıştır.

Tez kapsamında hazırlanan çalışmaların makale olarak hazırlığı yapılmış ve uluslararası indeksli dergilerde yayınlanmıştır ve/veya kabul alınmıştır. Makalelere ait ilk sayfa görüntüleri ve dergi bilgileri EK olarak tez sonunda verilmiştir.

## BÖLÜM 7

### GENEL SONUÇLAR

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği ana bilim dalı altında bir doktora tezi olarak hazırlanan bu çalışmada, baştan sona yeni bir üretim yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemle üretilen malzemelerin tüm değişkenleri ile kontrolleri tamamlanmış ve raporlanmıştır. Tez çalışması kapsamında elde edilen temel sonuçlar ise şu şekildedir.

- a. Geleneksel TEK sistemlerinde ortaya çıkan heterojen toz dağılımı ve uygulama zorluğu neticesinde ortaya çıkarılan yeni tasarım bir TEK makinesi bu tez çalışması kapsamında imal edilmiştir. Tasarım ve üretim süreci bu tez çalışmasında ortaya koyulmuştur. Tam otomatik kontrollü bu makinenin üretimi ve analiz edilmesi sonucu çalışabilirliği ve kalıplama kabiliyeti başarılı şekilde sonuçlandırılmıştır.
- b. Yeni tasarım TEK sisteminin kabiliyetini ortaya çıkarmak adına farklı geometrik şekilli toz yapılar ve birçok farklı polimer bağlayıcı kullanılarak numuneler üretilmiştir. Numunelere uygulanan mekanik ve reolojik deneyler sonrasında TEK sisteminin en başarılı kalıplama parametreleri elde edilmiştir. Küresel formda toz partiküllerin ve PEG+PMMA+SA karışımı bir bağlayıcı yapısının en başarılı sonucu verdiği tespit edilmiştir.
- c. TEK sisteminde kalıplanan metalik Mg tozunun Ca ile alaşımlandırılması yapılmış ve yapı sinterlenmiştir. Sinter sonrası metalik yapıya ulaşılmış ve sertlik değerlerinin sinter sıcaklığı ve sinter bekleme süresine bağlı olduğu ve buna göre artış gösterdiği raporlanmıştır. 540°C/150 dakika şartlarında uygulanan sinterleme sonrası metalik yapıya ulaşılmamıştır. Ancak 600°C/300 dakika şartlarında sertlik seviyesi yaklaşık 49 HV olan bir metalik alaşım elde edilmiştir.

- d. TEK sisteminin bir başka kabiliyetini belirlemek için, 316L paslanmaz çelik alaşımı kalıplanmış ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. En başarılı sonucu veren 1300°C/120 dakika şartlarında sinterlenmiş numune elde edilmiştir. Sonrasında tüm numunelere biyo-uygunluk deneyleri yapılmıştır. İn-vitro olarak uygulanan farklı testler neticesinde TEK sisteminde üretilen bu malzemelerin biyo-uyumlu olduğunu gösteren ve %102 uyumluluk veren test sonuçları elde edilmiştir. Böylece tüm süreçleri ile yeni üretim sisteminde metalik numune yapısına ulaşılmıştır ve biyo-uyumlu malzemelerin üretilebilirliği deneylerle analiz edilmiştir.
- e. Yeni tasarlanan TEK sisteminde hem düşük sıcaklıkta sinterlenen Mg (600°C) alaşımı hem de yüksek sıcaklıkta sinterlenen (1300°C) paslanmaz çelik alaşımının üretimi tamamlanmıştır. Düşük sıcaklıkta sürenin etkisiyle ve yüksek sıcaklıkta sıcaklığın etkisiyle yapıdaki oksit oranı azalmıştır. Böylece her iki şartta kabul edilebilir mikro yapılar elde edilmiştir.

Sonuç olarak bu tez çalışmasında yeni bir üretim yöntemi geliştirilmiş ve birçok parametresi kayıt altına alınmıştır. Kalıp tasarımı değiştirilerek birçok farklı ürün bu makine ile üretilebilir. İleri malzeme bilimi araştırmaları ile üretilen ürünlerin sektöre faydaları ortaya çıkarılabilirse seri üretim halini alabileceği düşünülmektedir. Bu sistemle basit bir TEK üretim yöntemi literatüre eklenmiştir.

## KAYNAKLAR

1. German, R.M., "Powder metallurgy science", *Metal Powder Indust Feder*, 1 (24): (1984).
2. German, R.M., "Powder injection molding", *Metal Powder Indust Feder*, 1 (10): (1990).
3. German, R.M., K.F. Hens, and S.-T.P. Lin, "Key issues in powder injection molding", *Am Ceram Soc Bull*, 70 (8): 1294 (1991).
4. German, R.M., "Sintering theory and practice", *Wiley*, (1996).
5. Kryachek, V.M., "Injection moulding", *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 43 (7-8): 336 (2004).
6. Setasuwon, P., A. Bunchavimonchet, and S. Danchaivijit, "The effects of binder components in wax/oil systems for metal injection molding", *Journal of Materials Processing Technology*, 196 (1-3): 94-100 (2008).
7. Kamal, M.R., A. Isayev, and S.-J. Liu, "Injection molding", *Hanser*, (2009).
8. Liu, Z.Y., N.H. Loh, S.B. Tor, K.A. Khor, Y. Murakoshi, and R. Maeda, "Binder system for micropowder injection molding", *Materials Letters*, 48 (1): 31-38 (2001).
9. Loh, N.H., S.B. Tor, and K.A. Khor, "Production of metal matrix composite part by powder injection molding", *Journal of Materials Processing Technology*, 108 (3): 398-407 (2001).
10. Herranz, G., A. Várez, J. Torralba, and B. Levenfeld, "Metal injection moulding of bronze using thermoplastic binder based on HDPE", *Powder metallurgy*, 50 (2): 184-188 (2007).
11. Heaney, D., "Handbook of Metal Injection Molding", *Woodhead Publishing*, (2012).
12. Dehghan-Manshadi, A., P. Yu, M. Dargusch, D. StJohn, and M. Qian, "Metal injection moulding of surgical tools, biomaterials and medical devices: A review", *Powder Technology*, 364 189-204 (2020).
13. "Powder injection moulding", <http://www.powderinjectionmoulding.com/> (2021).

14. Pilliar, R.M., *Metallic biomaterials*, in *Biomedical materials*. 2021, Springer. p. 1-47.
15. Rak, Z., "New trends in powder injection moulding", *Powder metallurgy and metal ceramics*, 38 (3-4): 126 (1999).
16. Furuya, H., N. Kogiso, S. Matunaga, and K. Senda. *Applications of magnesium alloys for aerospace structure systems*. in *Materials Science Forum*. 2000. Trans Tech Publ.
17. Nayak, C.V., M. Ramesh, V. Desai, and S.K. Samanta, "Fabrication of stainless steel based composite by metal injection moulding", *Materials Today: Proceedings*, 5 (2): 6805 (2018).
18. Salak, A., "Ferrous Powder Metallurgy, Cambridge Int", *Sci. Pub., Cambridge*, 227-237 (1995).
19. Senthilvelan, T., K. Raghukandan, and A. Venkatraman, "Testing and Quality Standards for Powder Metallurgy Products", *Materials and manufacturing processes*, 18 (1): 105-112 (2003).
20. Lapointe, F., S. Turenne, and B. Julien, "Low viscosity feedstocks for powder injection moulding", *Powder Metallurgy*, 52 (4): 338-344 (2009).
21. Kim, D., H. Park, K. Lee, B. Cha, J. Choi, B. Rhee, and J.A. Tovar, "The Effects of Processing Variables on Gas Penetration in Gas-Assisted Powder Injection Molding (GAPIM)", *Transactions of Materials Processing*, 21 (2): 107-112 (2012).
22. Robinson, S.K. and M.R. Paul, "Debinding and sintering solutions for metals and ceramics", *Metal Powder Report*, 56 (6): 24-34 (2001).
23. Hartwig, T., G. Veltl, F. Petzoldt, H. Kunze, R. Scholl, and B. Kieback, "Powders for metal injection molding", *Journal of the European Ceramic Society*, 18 (9): 1211 (1998).
24. Wolff, M., J. Schaper, M. Suckert, M. Dahms, F. Feyerabend, T. Ebel, R. Willumeit-Römer, and T. Klassen, "Metal injection molding (MIM) of magnesium and its alloys", *Metals*, 6 (5): 118 (2016).
25. Wolff, M., J. Schaper, M. Dahms, T. Ebel, K. Kainer, and T. Klassen, "Magnesium powder injection moulding for biomedical application", *Powder Metallurgy*, 57 (5): 331-340 (2014).
26. Hamidi, M., W. Harun, M. Samykano, S. Ghani, Z. Ghazalli, F. Ahmad, and A.B. Sulong, "A review of biocompatible metal injection moulding process parameters for biomedical applications", *Materials Science and Engineering: C*, 78 1263-1276 (2017).

27. Bhosale, S.B., S. Bhowmik, and A. Ray, "Multi Criteria Decision Making For Selection Of Material Composition For Powder Metallurgy Process", *Materials Today: Proceedings*, 5 (2): 4615-4620 (2018).
28. Poh, L., C. Della, S. Ying, C. Goh, and Y. Li, "Powder distribution on powder injection moulding of ceramic green compacts using thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry", *Powder Technology*, 328 256-263 (2018).
29. Mukund, B.N. and B. Hausnerova, "Variation in particle size fraction to optimize metal injection molding of water atomized 17-4PH stainless steel feedstocks", *Powder Technology*, 368 130-136 (2020).
30. Waalkes, L., J. Langerich, F. Holbe, and C. Emmelmann, "Feasibility study on piston-based feedstock fabrication with Ti-6Al-4 V metal injection molding feedstock", *Additive Manufacturing*, 35 101207 (2020).
31. Mark, J.E., "Polymer Data Handbook", *Oxford University Press*, (2009).
32. B. Cicek, Y.S., Y. Turen, H. Ahlatci, "Applicability of different powder and polymer recipes in a new design powder injection molding system", *Journal of Polymer Engineering*, 41 (4): (2021).
33. Heaney, D.F., "Handbook of metal injection molding", *Woodhead Publishing*, (2018).
34. OH, J.W., C.W. GAL, D. SHIN, J.M. PARK, W.S. YANG, and S.J. PARK, "Powder injection molding process in industrial fields", *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 65 (9): 539-547 (2018).
35. German, R.M., "Progress in titanium metal powder injection molding", *Materials*, 6 (8): 3641-3662 (2013).
36. Riley, A., *Plastics manufacturing processes for packaging materials*, in *Packaging Technology*. 2012, Elsevier. p. 310-360.
37. Wen, J., W. Liu, Z. Xie, C. Lou, and X. Yang, "Effects of PVP incorporation on the properties of injection-molded high-performance ceramics with PEG-based binders", *Ceramics International*, 44 (3): 2718-2726 (2018).
38. Yakun, D., F. Yi, H. Xiaochen, T. Hai, D. Dongdong, T. Pei, X. Meng, Q. Gang, and Z. Xuebin, "Effects of Different Thermoplastic Wax-based Binders on Properties of 316L Stainless Steel Injection Molding Parts", *Rare Metal Materials and Engineering*, 46 (10): 2775-2780 (2017).
39. Duretek, I. and C. Holzer. *Material flow data for numerical simulation of powder injection molding*. in *Journal of Physics: Conference Series*. 2017. IOP Publishing.



40. Miura, H., T. Baba, N. Nagatani, Y. Kawakami, and A. Ishibashi, "Development of high performance ferrous sliding abrasive wear-resistant materials through MIM process", *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 43 (11): 1333-1338 (1996).
41. Arifin, A., A.B. Sulong, N. Muhamad, J. Syarif, and M.I. Ramli, "Powder injection molding of HA/Ti6Al4V composite using palm stearin as based binder for implant material", *Materials & Design*, 65 1028-1034 (2015).
42. Supriadi, S., E. Baek, C. Choi, and B. Lee, "Binder system for STS 316 nanopowder feedstocks in micro-metal injection molding", *Journal of Materials Processing Technology*, 187 270-273 (2007).
43. Hamidi, M., W. Harun, M. Samykan, S. Ghani, Z. Ghazalli, F. Ahmad, and A. Sulong, "A review of biocompatible metal injection moulding process parameters for biomedical applications", *Materials Science and Engineering: C*, 78 1263-1276 (2017).
44. Hausnerova, B., I. Kuritka, and D. Bleyan, "Polyolefin backbone substitution in binders for low temperature powder injection moulding feedstocks", *Molecules*, 19 (3): 2748-2760 (2014).
45. Seerane, M., P. Ndlangamandla, and R. Machaka, "The influence of particle size distribution on the properties of metal-injection-moulded 17-4 PH stainless steel", *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 116 (10): 935-940 (2016).
46. Kim, D., S. Ahn, K.H. Lee, R. Nambiar, S.W. Chung, S.J. Park, and R.M. German, "Gas-assisted powder injection molding: A study about residual wall thickness", *Powder technology*, 239 389-402 (2013).
47. Wei, W.-C.J., R.-Y. Wu, and S.-J. Ho, "Effects of pressure parameters on alumina made by powder injection moulding", *Journal of the European Ceramic Society*, 20 (9): 1301-1310 (2000).
48. Shahbudin, S., M. Othman, S.Y.M. Amin, and M. Ibrahim, "A Review of Metal Injection Molding-Process, Optimization, Defects and Microwave Sintering on WC-Co Cemented Carbide", *Materials Science and Engineering*, 226 012162 (2017).
49. Menon, S.M., R.M. German, J.L. Rose, and K.F. Hens, "Green part characterization and in situ monitoring of powder injection molding using ultrasonic sensors", *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, 2 135 (1995).
50. Li, S.-l., B.-y. Huang, X.-h. Qu, and Y.-m. Li, "Solvent de-binding of water-soluble binder in powder injection moulding", *Transactions of the Nonferrous Metals Society of China*, 9 (3): 578 (1999).

51. Dhara, S.C., "Sintering characteristic of precious metal powders", *Particulate science and technology*, 11 (3-4): 207-227 (1993).
52. Witte, F., H. Ulrich, M. Rudert, and E. Willbold, "Biodegradable magnesium scaffolds: Part 1: appropriate inflammatory response", *Journal of biomedical materials research Part A*, 81 (3): 748-756 (2007).
53. Xu, L., G. Yu, E. Zhang, F. Pan, and K. Yang, "In vivo corrosion behavior of Mg-Mn-Zn alloy for bone implant application", *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 83 (3): 703-711 (2007).
54. Chen, Q. and G.A. Thouas, "Metallic implant biomaterials", *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 87 1-57 (2015).
55. Wolff, M., J. Schaper, M. Dahms, T. Ebel, K. Kainer, and T. Klassen, "Magnesium powder injection moulding for biomedical application", *Powder Metallurgy*, 57 (5): 331 (2014).
56. Zheng, Y., X. Gu, and F. Witte, "Biodegradable metals", *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 77 1-34 (2014).
57. Jia, Z., Z. Guo, Q. Wei, J. Li, L. Zhao, F. Wang, and M. Xia, "Preparation, microstructure and property of zinc-substituted hydroxyapatite/magnesium biocomposite", *Science of Sintering*, 49 (4): 399 (2017).
58. Manivasagam, G., D. Dhinasekaran, and A. Rajamanickam, "Biomedical implants: corrosion and its prevention-a review", *Recent patents on corrosion science*, (2010).
59. Sezer, N., Z. Evis, S.M. Kayhan, A. Tahmasebifar, and M. Koç, "Review of magnesium-based biomaterials and their applications", *Journal of magnesium and alloys*, 6 (1): 23-43 (2018).
60. Agarwal, S., J. Curtin, B. Duffy, and S. Jaiswal, "Biodegradable magnesium alloys for orthopaedic applications: A review on corrosion, biocompatibility and surface modifications", *Materials Science and Engineering: C*, 68 948-963 (2016).
61. Pytko-Polonczyk, J., A. Jakubik, A. Przeklasa-Bierowiec, and B. Muszynska, "Artificial saliva and its use in biological experiments", *J. Physiol. Pharmacol*, 68 (6): 807-813 (2017).
62. Makkar, P., S.K. Sarkar, A.R. Padalhin, B.-G. Moon, Y.S. Lee, and B.T. Lee, "In vitro and in vivo assessment of biomedical Mg–Ca alloys for bone implant applications", *Journal of applied biomaterials & functional materials*, 16 (3): 126 (2018).

63. Nabiyouni, M., T. Brückner, H. Zhou, U. Gbureck, and S.B. Bhaduri, "Magnesium-based bioceramics in orthopedic applications", *Acta biomaterialia*, 66 23 (2018).
64. Avedesian, M.M. and H. Baker, "ASM speciality handbook: magnesium and magnesium alloys", *ASM international*, 274 (1999).
65. Gu, X.-N. and Y.-F. Zheng, "A review on magnesium alloys as biodegradable materials", *Frontiers of Materials Science in China*, 4 (2): 111-115 (2010).
66. Staiger, M.P., A.M. Pietak, J. Huadmai, and G. Dias, "Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: a review", *Biomaterials*, 27 (9): 1728-1734 (2006).
67. Sun, B., Y. Dong, J. Tan, Y. Tian, and J. Ren, "A novel basal precipitate plate derived from a Mg<sub>2</sub>Ca Laves phase in a Mg–Nd–Ca alloy", *Scripta Materialia*, 194 113625 (2021).
68. Sezer, N., Z. Evis, S.M. Kayhan, A. Tahmasebifar, and M. Koc, "Review of magnesium-based biomaterials and their applications", *Journal of magnesium and alloys*, 23 (2018).
69. De Santis, R., V. Guarino, and L. Ambrosio, *Composite biomaterials for bone repair*, in *Bone repair biomaterials*. 2019, Elsevier. p. 273-299.
70. Khanam, R., A. Kumar, A. Nayak, M. Shahid, R. Tripathi, S. Vijayakumar, D. Bhaduri, U. Kumar, S. Mohanty, and P. Panneerselvam, "Metal (loid) s (As, Hg, Se, Pb and Cd) in paddy soil: Bioavailability and potential risk to human health", *Science of The Total Environment*, 134330 (2019).
71. Koç, E., "Corrosion Behaviour of as Cast  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> Phase in 3.5 wt% NaCl Solution", *Acta Physica Polonica A*, 135 (5): 881 (2019).
72. Cengiz, S., A. Uzunoglu, L. Stanciu, M. Tarakci, and Y. Gencer, "Direct fabrication of crystalline hydroxyapatite coating on zirconium by single-step plasma electrolytic oxidation process", *Surface and Coatings Technology*, 301 74-79 (2016).
73. Cengiz, S., A. Uzunoglu, S.M. Huang, L. Stanciu, M. Tarakci, and Y. Gencer, "An in-vitro study: The effect of surface properties on bioactivity of the oxide layer fabricated on Zr substrate by PEO", *Surfaces and Interfaces*, 22 100884 (2021).
74. Fischer, D., Y. Li, B. Ahlemeyer, J. Krieglstein, and T. Kissel, "In vitro cytotoxicity testing of polycations: influence of polymer structure on cell viability and hemolysis", *Biomaterials*, 24 (7): 1121-1131 (2003).

75. Tian, M. and C. Shang, "Mg-based composites for enhanced hydrogen storage performance", *International Journal of Hydrogen Energy*, 44 (1): 338-344 (2019).
76. Kilkenny, C., W. Browne, I.C. Cuthill, M. Emerson, and D.G. Altman, "Animal research: reporting in vivo experiments: the ARRIVE guidelines", *British journal of pharmacology*, 160 (7): 1577-1579 (2010).
77. Zhao, C., C. Jin, H. Gao, L. Wang, H. Liu, and Z. He, "Effect of raw material variability of glipizide on the in vitro dissolution rate and in vivo bioavailability performance: The importance of particle size", *Asian journal of pharmaceutical sciences*, 14 (2): 165-173 (2019).
78. Witte, F., "The history of biodegradable magnesium implants: a review", *Acta Biomaterialia*, 6 (5): 1680-1692 (2010).
79. Zheng, Y., X. Gu, Y. Xi, and D. Chai, "In vitro degradation and cytotoxicity of Mg/Ca composites produced by powder metallurgy", *Acta Biomaterialia*, 6 (5): 1783 (2010).
80. Fang, Q., X. Shi, L. Zhang, Q. Wang, X. Wang, Y. Guo, and B. Zhou, "Effect of titanium dioxide nanoparticles on the bioavailability, metabolism, and toxicity of pentachlorophenol in zebrafish larvae", *Journal of hazardous materials*, 283 897-904 (2015).
81. Jia, H., X. Feng, and Y. Yang, "Effect of grain morphology on the degradation behavior of Mg-4 wt% Zn alloy in Hank's solution", *Materials Science and Engineering: C*, 106 110013 (2020).
82. Nishi, K., M. Antony, P. Mohanan, T. Anilkumar, P. Loiseau, and A. Jayakrishnan, "Amphotericin B-gum arabic conjugates: synthesis, toxicity, bioavailability, and activities against Leishmania and fungi", *Pharmaceutical research*, 24 (5): 971-980 (2007).
83. Kastury, F., E. Smith, and A.L. Juhasz, "A critical review of approaches and limitations of inhalation bioavailability and bioaccessibility of metal (loid) s from ambient particulate matter or dust", *Science of the total environment*, 574 1054-1074 (2017).
84. Hausnerova, B., D. Bleyan, V. Kasparkova, and V. Pata, "Surface adhesion between ceramic injection molding feedstocks and processing tools", *Ceramics International*, 42 (1, Part A): 460-465 (2016).
85. Türen, Y., "Influence of Pressure Type on Powder Injection Moulding of Stainless Steel (316L) Powder", *Hittite Journal of Science and Engineering*, 4 (2): 85 (2017).

86. Hnatkova, E., B. Hausnerova, and P. Filip, "Evaluation of powder loading and flow properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic injection molding feedstocks treated with stearic acid", *Ceramics International*, 45 (16): 20084-20090 (2019).
87. Hayat, M.D., A. Goswami, S. Matthews, T. Li, X. Yuan, and P. Cao, "Modification of PEG/PMMA binder by PVP for titanium metal injection moulding", *Powder Technology*, 315 243 (2017).
88. Oh, J.W., W.S. Lee, and S.J. Park, "Investigation and modeling of binder removal process in nano/micro bimodal powder injection molding", *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 97 (9): 4115-4126 (2018).
89. Lamarre, S.G., V. Demers, and J.-F. Chatelain, "Low-pressure powder injection molding using an innovative injection press concept", *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 91 (5): 2595-2605 (2017).
90. Supriadi, S., B. Suharno, R. Hidayatullah, G. Maulana, and E.R. Baek. *Thermal debinding process of SS 17-4 PH in metal injection molding process with variation of heating rates, temperatures, and holding times*. in *Solid State Phenomena*. 2017. Trans Tech Publ.
91. Mohammadi, M.S., A. Simchi, and C. Gierl, "Phase formation and microstructural evolution during sintering of Al–Zn–Mg–Cu alloys", *Powder metallurgy*, 53 (1): 62-70 (2010).
92. Anderson, K., J. Groza, M. Fendorf, and C. Echer, "Surface oxide debonding in field assisted powder sintering", *Materials Science and Engineering: A*, 270 (2): 278-282 (1999).
93. Nayak, C.V., M. Ramesh, V. Desai, and S.K. Samanta, "Fabrication of stainless steel based composite by metal injection moulding", *Materials Today: Proceedings*, 5 (2): 6805-6814 (2018).
94. Royer, A., T. Barrière, J.-C. Gelin, and L. Hilliou, "Development and characterisation of a biosourced feedstock of superalloy in metal injection moulding process", *Powder Metallurgy*, 60 (2): 105-111 (2017).
95. Wolff, M., J.G. Schaper, M.R. Suckert, M. Dahms, F. Feyerabend, T. Ebel, R. Willumeit-Römer, and T. Klassen, "Metal injection molding (MIM) of magnesium and its alloys", *Metals*, 6 (5): 118 (2016).
96. Hou, X., Q. Ren, Y. Yang, X. Cao, J. Hu, C. Zhang, H. Deng, D. Yu, K. Li, and W. Lan, "Effect of temperature on the electrochemical pitting corrosion behavior of 316L stainless steel in chloride-containing MDEA solution", *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 86 103718 (2021).

97. Qiu, J., A. Wu, Y. Li, Y. Xu, R. Scarlat, and D.D. Macdonald, "Galvanic corrosion of Type 316L stainless steel and Graphite in molten fluoride salt", *Corrosion Science*, 170 108677 (2020).
98. Motegi, T., Y. Tamura, and Y. Sanpei, *Magnesium alloys*. 2008, Google Patents.
99. Choi, J.-P., G.-Y. Lee, J.-I. Song, W.-S. Lee, and J.-S. Lee, "Sintering behavior of 316L stainless steel micro–nanopowder compact fabricated by powder injection molding", *Powder Technology*, 279 196-202 (2015).
100. Wallin, R.F., "A Practical Guide to ISO 10993-12: Sample Preparation and Reference Materials", (1998).
101. Turan, M.E., Y. Sun, Y. Akgul, Y. Turen, and H. Ahlatci, "The effect of GNPs on wear and corrosion behaviors of pure magnesium", *Journal of Alloys and Compounds*, 724 14 (2017).
102. Chowdhury, S., M. Laugier, and J. Henry, "XRD stress analysis of CVD diamond coatings on SiC substrates", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 25 (1): 39-45 (2007).
103. Yilmaz, G., "Structural characterization of glass–ceramics made from fly ash containing SiO<sub>2</sub>–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–CaO and analysis by FT-IR–XRD–SEM methods", *Journal of Molecular Structure*, 1019 37-42 (2012).
104. Huang, S., D. Ma, J. Sheng, E. Agyenim-Boateng, J. Zhao, and J. Zhou, "Effects of laser peening on tensile properties and martensitic transformation of AISI 316L stainless steel in a hydrogen-rich environment", *Materials Science and Engineering: A*, 139543 (2020).
105. Hausnerova, B., V. Kasparikova, and E. Hnátková. *Rheological and thermal performance of newly developed binder systems for ceramic injection molding*. in *AIP Conference Proceedings 1736*. 2016. Naples, Italy.
106. Omar, M., H. Davies, P. Messer, and B. Ellis, "The influence of PMMA content on the properties of 316L stainless steel MIM compact", *Journal of Materials Processing Technology*, 113 (1-3): 477 (2001).
107. Bakan, H., Y. Jumadi, P. Messer, H. Davies, and B. Ellis, "Study of processing parameters for MIM feedstock based on composite PEG-PMMA binder", *Powder metallurgy*, 41 (4): 289 (1998).
108. Porter, M.A., *Effects of binder systems for metal injection moulding*. 2003, Lulea University of Technology: Sweden.

109. Xu, C., J. Zhao, A. Guo, H. Li, G. Dai, and X. Zhang, "Effects of injection velocity on microstructure, porosity and mechanical properties of a rheo-diecast Al-Zn-Mg-Cu aluminum alloy", *Journal of Materials Processing Technology*, 249 167-171 (2017).
110. Yang, W.-W., K.-Y. Yang, M.-C. Wang, and M.-H. Hon, "Solvent debinding mechanism for alumina injection molded compacts with water-soluble binders", *Ceramics international*, 29 (7): 745 (2003).
111. German, R., "Sintering: from Empirical Observations to Scientific Principles", *Elsevier*, (2014).
112. Liu, H., C. Sun, C. Wang, Y. Li, J. Bai, F. Xue, A. Ma, and J. Jiang, "Improving toughness of a Mg<sub>2</sub>Ca-containing Mg-Al-Ca-Mn alloy via refinement and uniform dispersion of Mg<sub>2</sub>Ca particles", *Journal of Materials Science & Technology*, 59 61 (2020).
113. Takeda, H., K. Nakano, N. Tanibata, and M. Nakayama, "Novel Mg-ion conductive oxide of  $\mu$ -cordierite Mg<sub>0.6</sub>Al<sub>1.2</sub>Si<sub>1.8</sub>O<sub>6</sub>", *Science and Technology of Advanced Materials*, 21 (1): 131 (2020).
114. Wolff, M., T. Ebel, and M. Dahms, "Sintering of magnesium", *Advanced Engineering Materials*, 12 (9): 829 (2010).
115. Aşık, E.E. and Ş. Bor, "Fatigue behavior of Ti–6Al–4V foams processed by magnesium space holder technique", *Materials Science and Engineering: A*, 621 157 (2015).
116. Standard, E., *ISO 6507-1: 2007. Metallic materials. Vickers hardness test, in Test method*. 2007.
117. Shongwe, M.B., I.M. Makena, M.M. Ramakokovhu, T. Langa, and P.A. Olubambi, "Sintering behavior and effect of ternary additions on the microstructure and mechanical properties of Ni–Fe-based alloy", *Particulate Science and Technology*, 36 (5): 643-654 (2018).
118. Gulsoy, H.O., S. Pazarlioglu, N. Gulsoy, B. Gundede, and O. Mutlu, "Effect of Zr, Nb and Ti addition on injection molded 316L stainless steel for bio-applications: mechanical, electrochemical and biocompatibility properties", *journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 51 215-224 (2015).
119. Szewczyk-Nykiel, A. and R. Bogucki, "Sinter-bonding of AISI 316L and 17-4 PH stainless steels", *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27 (10): 5271-5279 (2018).
120. Kurgan, N., Y. Sun, B. Cicek, and H. Ahlatci, "Production of 316L stainless steel implant materials by powder metallurgy and investigation of their wear properties", *Chinese science bulletin*, 57 (15): 1873-1878 (2012).

121. Kurgan, N., "Effect of porosity and density on the mechanical and microstructural properties of sintered 316L stainless steel implant materials", *Materials & Design*, 55 235-241 (2014).
122. Çiçek, B. and Y. Sun, "A study on the mechanical and corrosion properties of lead added magnesium alloys", *Materials & Design*, 37 369 (2012).
123. Wallin, R.F. and E. Arscott, "A practical guide to ISO 10993-5: Cytotoxicity", *Medical Device and Diagnostic Industry*, 20 96-98 (1998).
124. Anwar, I.B., A. Santoso, E. Saputra, R. Ismail, J. Jamari, and E. Van der Heide, "Human bone marrow-derived mesenchymal cell reactions to 316L stainless steel: an in vitro study on cell viability and interleukin-6 expression", *Advanced pharmaceutical bulletin*, 7 (2): 335 (2017).
125. Seyfert, U.T., V. Biehl, and J. Schenk, "In vitro hemocompatibility testing of biomaterials according to the ISO 10993-4", *Biomolecular engineering*, 19 (2-6): 91-96 (2002).
126. Salahinejad, E., M.J. Hadianfard, D.D. Macdonald, S. Sharifi-Asl, M. Mozafari, K.J. Walker, A.T. Rad, S.V. Madihally, and L. Tayebi, "In vitro electrochemical corrosion and cell viability studies on nickel-free stainless steel orthopedic implants", *PloS one*, 8 (4): e61633 (2013).
127. Afonso, M.L.d.A., R.F. Jaimes, P.A. Nascente, S.O. Rogero, and S.M. Agostinho, "Surface characterization, electrochemical behaviour and cytotoxicity of UNS S31254 stainless steel for orthopaedic applications", *Materials Letters*, (2015).







## **EK AÇIKLAMALAR A.**

(Doktora tez döneminde hazırlanan ve tez çalışmasından türetilen akademik yayınlar)

# Makale 1.

**Applicability of different powder and polymer recipes in a new design powder injection molding system**

Bunyamin Cicek , Yavuz Sun , Yunus Turen  and Hayrettin Ahlatci 

From the journal Journal of Polymer Engineering  
<https://doi.org/10.1515/polyeng-2020-0263>

Cite this

You currently have no access to view or download this content. Please log in with your institutional or personal account if you should have access to this content through either of these. Showing a limited preview of this publication:

---

DE GRUYTER J Polym Eng 2021; 41(4): 299–309

**Original article**

Bunyamin Cicek\*, Yavuz Sun, Yunus Turen and Hayrettin Ahlatci

## Applicability of different powder and polymer recipes in a new design powder injection molding system

<https://doi.org/10.1515/polyeng-2020-0263> Received October 2, 2020; accepted January 19, 2021; published online February 22, 2021

**Keywords:** design; feedstock; polymer; powder injection molding.

**Abstract:** Production methods are changing day by day with the developing technology. Based on this idea, a new production logic and machine have been developed owing to polymer injection molding (PIM). The

### 1 Introduction

Micro-sized and/or very complex parts, which cannot be

Web of Science Group Master Journal List Search Journals Match Manuscript Downloads Help Center Login Create Free Account

The power of the Web of Science™ on your mobile device, wherever inspiration strikes. Dismiss Learn More

Already have a manuscript? Use our Manuscript Matcher to find the best relevant journals! [Find a Match](#)

### Refine Your Search Results

journal of polymer engineering   Sort By: Relevancy

### Search Results

Found 2,896 results (Page 1) [Share These Results](#)

### Exact Match Found

**JOURNAL OF POLYMER ENGINEERING**

Publisher: WALTER DE GRUYTER GMBH, GENTHINER STRASSE 13, BERLIN, GERMANY, D-10785

ISSN / eISSN: 0334-6447 / 2191-0340

Web of Science Core Collection: Science Citation Index Expanded

Additional Web of Science Indexes: Current Contents Engineering, Computing & Technology | Essential Science Indicators

[Share This Journal](#) [View profile page](#)


\* Requires free login.

Filters

- Web of Science Coverage
- Open Access
- Category
- Country / Region
- Language
- Frequency
- Journal Citation Reports

Makale 2.

INTERNATIONAL  
INSTITUTE



FOR THE SCIENCE  
OF SINTERING

*International Journal*  
**Science of  
SINTERING**


**Dr. Bunyamin CICEK**


We are pleased to inform you that your article "Investigation of microstructural evolution of gas-assisted metal injection molded and sintered Mg-0.5Ca alloy", authors: Bunyamin CICEK, Yavuz SUN, Yunus TUREN, Hayrettin AHLATCI, is accepted for publication in journal *Science of Sintering*, and will be published in 2022.

Sincerely,

Editor in Chief

Prof. Dr. Vladimir Pavlović



 **Master Journal List**    [Search Journals](#)    [Match Manuscript](#)    [Downloads](#)    [Help Center](#)

[Login](#)    [Create Free Account](#)

The power of the Web of Science™ on your mobile device, wherever inspiration strikes.    [Dismiss](#)    [Learn More](#)

Already have a manuscript? Use our Manuscript Matcher to find the best relevant journals!

[Find a Match](#)

Filters [Clear All](#)

- Web of Science Coverage
- Open Access
- Category
- Country / Region
- Language
- Frequency

### Refine Your Search Results

[Search](#)

Sort By: Relevancy

#### Search Results

Found 20,563 results (Page 1)    [Share These Results](#)

#### Exact Match Found

**SCIENCE OF SINTERING** 11111 111111

Publisher: INT INST SCIENCE SINTERING (I I S S) , C/O ITN SANU, KNEZ MIHAILOVA 35/IV, PO BOX 315, BELGRADE, YUGOSLAVIA, 11000

ISSN / eISSN: 0350-820X / 1820-7413

Web of Science Core Collection: Science Citation Index Expanded

Additional Web of Science Indexes: Essential Science Indicators

[Share This Journal](#)    [View profile page](#)

\* Requires free login.

## ÖZGEÇMİŞ

Bünyamin ÇİÇEK; ilk ve orta öğrenimini Çorum'da tamamladı. Lise öğreniminde Bilgisayar Yazılım Bölümü'nden mezun oldu. 2005 yılında Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Karabük Teknik Eğitim Fakültesi Metal Öğretmenliği programında lisans öğrenimine başlayıp, 2009 yılında Karabük Üniversitesi adı altında iyi derece ile mezun oldu. Sonrasında Karabük Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı'nda Yüksek Lisansını 2011 yılında tamamladı. Yüksek Lisans süresince Karabük / Yenice Çok Programlı Lisesi Metal Eğitimi bölümünde ücretli öğretmenlik yaptı. Sonrasında özel sektörde termik santraller ve kaynaklı imalatlar üzerine birçok firmada yönetici seviyesinde çalıştı ve yüksek bütçeli projelerde görev aldı. 2014-2015 yıllarında 1,5 yıl süre ile İstanbul Gedik Üniversitesi'nde Öğretim Görevlisi kadrosunda görev yaptı. Son olarak Mart 2017'den beri Hitit Üniversitesi'nde Öğretim Görevlisi kadrosunda akademisyenlik hayatına devam etmektedir. Bu sürede 3 yıl kadar Hitit Üniversitesi Alaca Avni Çelik Meslek Yüksekokulu'nda Müdür Yardımcılığı görevinde bulunmuştur. 2021 Ağustos tarihi itibarıyla ulusal ve uluslararası dergilerde yayınlanmış 10 adet makalesi ve 130 adet atfı bulunmaktadır. Aynı zamanda 40 adet bildiride de yer almıştır. Evli ve 2 çocuk babasıdır.