T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SEÇİCİ LAZER SİNTERLEME EKLEMELİ İMALAT YÖNTEMİYLE TERMOPLASTİK MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Umut Can CİNGÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Danışman

Doç. Dr. Alptekin KISASÖZ

Eş Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Burçin ÖZBAY KISASÖZ

Temmuz, 2024

T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SEÇİCİ LAZER SİNTERLEME EKLEMELİ İMALAT YÖNTEMİYLE TERMOPLASTİK MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Umut Can CİNGÖZ tarafından hazırlanan tez çalışması 11.07.2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Programı **YÜKSEK LİSANS** olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Alptekin KISASÖZ	Dr. Öğr. Üyesi Burçin ÖZBAY KISASÖZ
Yıldız Teknik Üniversitesi Danışman	Fatih Sultan Vakıf Üniversitesi Eş-Danışman

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Adı SOYADI, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Adı SOYADI, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Doç. Dr. Adı SOYADI, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Dr. Öğr. Üyesi Adı SOYADI, Üye
…….. Üniversitesi _____

Dr. Adı SOYADI, Üye
…….. Üniversitesi _____

Danışmanım Doç. Dr. Alptekin KISASÖZ sorumluluğunda tarafımca hazırlanan "Seçici Lazer Sinterleme Eklemeli İmalat Yöntemiyle Termoplastik Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu" başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Umut Can CİNGÖZ

İmza

Bu çalışma, “Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Proje Koordinatörlüğü’nün FYL-2023-6036” ve “TÜBİTAK Sanayi Yenilik Ağ Mekanizması (SAYEM) 3219504-ÜP 2” numaralı projeleri ile desteklenmiştir.



Aileme

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimimin başlamasından tamamlanmasına kadar tüm süreçlerde destek olan ve yol gösteren, aynı zamanda tez çalışması kapsamında bilgisini sürekli benimle paylaşmış olan değerli hocam Doç. Dr. Alptekin KISASÖZ'e; tez çalışması sürecinde hem yazım hem araştırma hem de yeni ufuklar açmakla beraber iş hayatımda da her zaman beni destekleyen ve tecrübelerini esirgemeyen sayın hocam Dr. Öğr. Üyesi Burçin ÖZBAY KISASÖZ'e; deneysel çalışmalarda ve ihtiyaç olan her anda desteğini hiçbir zaman esirgemeyen iş arkadaşım İbrahim TÜTÜK'e; laboratuvar altyapı ve imkanları ile bu çalışmanın yürütülmesini sağlayan ALUTEAM'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Beraberinde eğitimim, başarılarım ve kişisel gelişimimde, anlayış ve desteklerini hiçbir zaman esirgemeyip bugüne gelmemi sağlayan anne ve babama sonsuz şükranlarımı sunarım.

Umut Can CİNGÖZ

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR **v**
SİMGE LİSTESİ **viii**
KISALTMA LİSTESİ **ix**
ŞEKİL LİSTESİ **x**
TABLO LİSTESİ **xiii**
ÖZET **xiv**
ABSTRACT **xvi**
1 GİRİŞ **1**
1.1 Tezin Amacı 1
1.2 Literatür İncelemesi 2
1.3 Hipotez 21
2 MALZEME VE YÖNTEM **22**
2.1 Malzemeler 22
2.2 Üretim Yöntemi 22
2.3 Karakterizasyon Yöntemi 26
2.3.1 Toz Karakterizasyonları 26
2.3.2 Sinterlenmiş Numune Karakterizasyonları 29
3 DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA **35**
3.1 Toz Analizleri 35
3.1.1 Mikroyapı Analizleri 35
3.1.2 Tane Boyutu Analizleri 36
3.1.3 Termal Analizler 36
3.1.4 Ergiyik Akış İndeksi Analizi 39
3.2 Sinterlenmiş Parça Analizleri 41
3.2.1 Mekanik Test Analizleri 41
3.2.2 Yoğunluk Analizleri 57
3.2.2 Tribolojik Testler 59
4 SONUÇ **68**
KAYNAKÇA **71**

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR **80**

SİMGE LİSTESİ

AO	Aşınma Oranı
ED	Enerji Yoğunluğu
T_m	Ergime Sıcaklığı
V	Kayma Hızı
D	Kayma Mesafesi
T_c	Kristalleşme Sıcaklığı
P	Lazer Gücü
v	Lazer Tarama Hızı
Rz	Maksimum Pürüzlülük Değeri
ΔT	Sinterleme Aralığı
h	Tarama Mesafesi
F	Test Yükü
Ra	Yüzey Pürüzlülüğü

KISALTMA LİSTESİ

ASTM	Amerikan Test ve Malzeme Derneği (American Society for Testing and Materials)
CAD	Bilgisayar Destekli Tasarım (Computer Aid Design)
DSC	Diferansiyel Tarama Mikroskobu
HCM	İçi Boş Seramik Mikroküre (Hollow Ceramic MicroSphere)
PA	Poliamid
PBF	Toz Yataklı Füzyon (Powder Bed Fusion)
PEEK	Polieter Eter Keton
PLA	Polilaktik Asit
PP	Polipropilen
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope)
SLS	Seçici Lazer Sinterleme
TGA	Termogravimetrik Analiz
3B	Üç Boyut

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1.1 Eklemeli imalat teknolojisinin sınıflandırılması 3
Şekil 1.2 Toz yataklı eklemeli imalatın sınıflandırılması 4
Şekil 1.3 SLS üretim yönteminin şematik gösterimi 6
Şekil 1.4 SLS sürecinde rol oynayan parametreler 7
Şekil 1.5 Lazer ile malzeme temasındaki faktörlerin şematik görüntüsü 7
Şekil 1.6 SLS üretimindeki sinterleme penceresi örneği 8
Şekil 1.7 Sektörlere göre katmanlı imalatın kullanımı (%) 9
Şekil 1.8 Polimerlerin sınıflandırılması 10
Şekil 1.9 SLS üretimine uygun ve uygun olmayan mühendislik polimerleri 12
Şekil 1.10 Katmanlı imalattaki malzeme kullanımı (%) 13
Şekil 1.11 Kullanılan termoplastik malzemelerin zaman içerisindeki değişimi 13
Şekil 1.12 PA 11 sentezi 14
Şekil 1.13 Laurolaktamik asidin halka açılması 15
Şekil 2.1 Mekanik karıştırıcı ve lazerin malzemeyi işlemesinin şematik gösterimi 23
Şekil 2.2 EOS FORMIGA P110 polimer eklemeli imalat cihazı ve değirmen 23
Şekil 2.3 Parametre çalışması ve mekanik test numunelerinin üretim hattı plan çizimi 26
Şekil 2.4 SU3500 T2 taramalı elektron mikroskobu 27
Şekil 2.5 TGA-DSC simultane ölçüm cihazı 28
Şekil 2.6 MFI ölçüm cihazı 29
Şekil 2.7 Çekme testi numunesinin teknik resim çizimi 30
Şekil 2.8 Charpy çentik darbe testi numunesinin teknik resim çizimleri 30
Şekil 2.9 Yoğunluk ölçüm cihazı 31
Şekil 2.10 Helios 5CX FIB-SEM cihazı 31
Şekil 2.11 Altın kaplama cihazı 32
Şekil 2.12 2D pürüzlülük ölçüm cihazı 32
Şekil 2.13 Aşınma testi cihazı 33
Şekil 2.15 ZEISS Smartzoom5 dijital mikroskop 34
Şekil 3.1 Toz SEM analizleri a) PA 12 tozunun mikroyapısı, b) PA 11 tozunun mikroyapısı, c) İçi boş seramik mikrokürenin 350x büyütmedeki SEM görüntüsü 35
Şekil 3.2 Partikül boyutu dağılım analizleri a) PA 11, b) PA 12 ve c) HCM 36

Şekil 3.3 a) %10 HCM ve %20 HCM katkılı PA 11'lerin TGA analizi, b ve c) PA 11 ve PA 11 kompozitlerinin ergime ve kristalleşme sıcaklık diyagramları 38

Şekil 3.4 a) %10 HCM ve %20 HCM katkılı PA 12'lerin TGA analizi, b ve c) PA 12 ve PA 12 kompozitlerinin ergime ve kristalleşme sıcaklık diyagramları 39

Şekil 3.5 MFR ve MVR test sonuç değerleri a) PA 11 ve PA 11/HCM kompozitleri ve b) PA 12 ve PA12/HCM kompozitleri 40

Şekil 3.6 Sinterlenmiş PA 11 ve PA 11 kompozit numunelerin çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri 42

Şekil 3.7 Çekme grafiği ve elastik bölge a) katkısız PA 11, b) PA 11-%10 HCM ve c) PA 11-%20 HCM 42

Şekil 3.8 Sinterlenmiş PA 12 ve PA 12/HCM kompozit numunelerin çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri 44

Şekil 3.9 Çekme grafiği ve elastik bölge a) katkısız PA 12, b) PA 12-%10 HCM ve c) PA 12-%20 HCM 44

Şekil 3.10 Kırılma yüzeyi SEM görüntüleri a) katkısız PA 11 1-2 ve b) katkısız PA 11 1-4 45

Şekil 3.11 Kırılma yüzeyi SEM görüntüleri a) katkısız PA 12 1-2 ve b) katkısız PA 12 1-4 46

Şekil 3.12 Kompozit numunelerin kırılma yüzey görüntüleri a) PA 11-%10 HCM 1-2, b) PA 11-%10 HCM 1-4 ve c) 5000x büyütülmüş mikroyapı görüntüleri 48

Şekil 3.13 Kompozit numunelerin kırılma yüzey görüntüleri a) PA 11-%20 HCM 1-2, b) PA 11-%20 HCM 1-4 ve c) 5000x büyütülmüş mikroyapı görüntüleri 49

Şekil 3.14 Kompozit numunelerin kırılma yüzey görüntüleri a-b) PA 12 %10 HCM 1-2, c-d) PA 12 %10 HCM 1-4 katkılı kompozit malzemenin kırılma yüzeyi, e-f) PA 12 %20 HCM 1-2 ve PA 12 %20 HCM 1-4 51

Şekil 3.15 Sinterlenmiş PA 12 ve farklı katkı oranlarındaki kompozit numunelerin eğme testi sonucunda oluşan Eğme Dayanımı ve Elastisite Modülü değerleri 52

Şekil 3.16 Charpy çentik darbe testi parametrelere göre darbe dayanımları a) PA 12 ve %10-%20 HCM katkılı kompozit numuneleri ve b) PA 11 ve %10-%20 HCM katkılı kompozit numuneleri 53

Şekil 3.17 Katkısız poliamidlerin darbe yüzey kesit görüntüleri (a ve b) katkısız PA 11 (1-2) 350x-750x büyütme, (c ve d) katkısız PA 11 (1-4) 350x-750x büyütme ve (e ve f) katkısız PA 12 (1-2) 350x-750x büyütme, (g ve h) katkısız PA 12 (1-4) 350x-750x büyütme 55

Şekil 3.18 SEM darbe yüzey kesit görüntüleri (a-b) PA 11 %10 HCM 1-2 (350x-750x), (c-d) PA 11 %10 HCM 1-4 (350x-750x), (e-f) PA 11 %20 HCM 1-2 (350x-750x), (g-h) PA 11 %20 HCM 1-4 (350x-750x) numuneleri ve aynı sırayla (i-p); %10 ve %20 katkılı PA 12 kompozit numuneleri 56

Şekil 3.19 12 farklı parametre için yoğunluk değerleri a) katkısız PA 11 ve b) katkısız PA 12 57

Şekil 3.20 12 farklı parametre için yoğunluk değerleri a) PA 11 %10 HCM, b) PA 11 %20 HCM, c) PA 12 %10 HCM ve d) PA 12 %20 HCM 58

Şekil 3.21 1-2 ve 1-4 parametreleri için yoğunluk değerleri (a) PA 11 ve PA 11 kompozit numuneleri (b) PA 12 ve PA 12 kompozit numuneleri 58

Şekil 3.22 Spesifik aşınma oranları (a) katkısız PA 11 ve PA 11/HCM kompozit numuneleri ve (b) katkısız PA 12 ve PA 12/HCM kompozit numuneleri 60

Şekil 3.23 Aşınma yüzeyi SEM görüntüsü ve 3B profilleri görüntüsü; (a) PA 11 1-2, (b) PA 11 1-4, (c) PA 12 1-2 ve (d) PA 12 1-4 63

Şekil 3.24 Aşınma yüzeyi SEM görüntüsü ve 3B profilleri görüntüsü; (a) PA 11 %10HCM 1-2, (b) PA 11 %10HCM 1-4, (c) PA 11 %20HCM 1-2 ve (d) PA 11 %20HCM 1-4 64

Şekil 3.25 Aşınma yüzeyi SEM görüntüsü ve 3B profilleri görüntüsü; (a) PA 12 %10HCM 1-2, (b) PA 12 %10HCM 1-4, (c) PA 12 %20HCM 1-2 ve (d) PA 12 %20HCM 1-4 65

Şekil 3.26 Aşınma yüzeyi topografisi, dijital mikroskop görüntüsü ve 2B profil görüntüsü (a) PA 11 1-2, (b) PA 11 1-4, (c) PA 11 %10HCM 1-2, (d) PA 11 %10HCM 1-4, (e) PA 11 %20HCM 1-2 ve (d) PA 11 %20HCM 1-4 66

Şekil 3.27 Aşınma yüzeyi topografisi, dijital mikroskop görüntüsü ve 2B profil görüntüsü (a) PA 12 1-2, (b) PA 12 1-4, (c) PA 12 %10HCM 1-2, (d) PA 12 %10HCM 1-4, (e) PA 12 %20HCM 1-2 ve (d) PA 12 %20HCM 1-4 67

TABLO LİSTESİ

Tablo 1.1 Toz yataklı eklemeli imalat sınıfının genel özellikleri 5

Tablo 1.2 Termoplastik malzemelerin genel özellikleri 12

Tablo 2.1 İçi boş seramik mikroküre kimyasal bileşimi (%ağ.) 22

Tablo 2.2 Fiziksel ve mekanik test numunelerinin üretimi için kullanılan üretim paremetreleri 38

Tablo 2.3 Parametre çalışması için kullanılan 12 farklı üretim parametresi.....24

Tablo 2.4 Çekme numunesi boyutlandırılması 30

Tablo 2.5 Aşınma testinde kullanılan aşındırıcın özellikleri 33

Tablo 3.1 Katkısız polimer tozların ve katkı ilave edilmiş polimer tozların ergime ve kristalleşme sıcaklıkları.....38

ÖZET

Seçici Lazer Sinterleme Eklemeli İmalat Yöntemiyle Termoplastik Matrisli Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu

Umut Can CİNGÖZ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Doç. Dr. Alptekin KISASÖZ

Eş-Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Burçin ÖZBAY KISASÖZ

Seçici Lazer Sinterleme (SLS) yöntemi, termoplastik polimerlerin ve polimer kompozit malzemelerin eklemeli üretim için umut verici bir tekniktir. Poliamid ailesi, SLS için en yaygın kullanılan matris malzemesi olarak bilinmektedir. Polimer matrisin fiziksel, mekanik ve tribolojik özelliklerini geliştirmek için çeşitli katkı maddeleri kullanılmaktadır. Bu çalışmada, PA 11 ve PA 12 matrisli kompozitler, %10 ve %20 içi boş seramik mikroküre takviyesi ile SLS yöntemi kullanılarak üretilmiştir. İçi boşluklu yapıya sahip ve mikron boyutlarındaki katkıların ilavesiyle elde edilen kompozitlerde hafiflik, mekanik ve tribolojik özelliklerin değişimi incelenmiştir. Seramik mikroküre katkılı kompozit numuneler özellikle hafiflik sağlamak amaçlı geliştirilmiştir. Ayrıca, mekanik özelliklerden de fazla ödün verilmemiştir. Üretim öncesinde, polimer matrisler ve seramik katkı maddeleri kuru karıştırma yöntemi kullanılarak döner tamburda karıştırılmıştır. Daha sonra, toz karışımının termal özelliklerini karakterize etmek için Diferansiyel

Tarama Mikroskobu (DSC) ve Termogravimetrik Analiz (TGA) yoluyla termal analiz yapılmıştır. Üretim parametreleri SLS üretiminde çok önemli bir rol oynamaktadır. Katkısız PA 11 ve PA 12 ile kompozit karışımlar SLS yöntemiyle farklı lazer gücü, lazer tarama hızı ve lazer tarama mesafesi gibi parametrelerle üretilmiştir ve farklı enerji değerlerinin fiziksel, mekanik ve tribolojik özellikler üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Sinterlenmiş numunelere çekme, darbe, üç nokta eğme ve aşınma testleri uygulanmış ve mekanik özellikleri incelemek amacıyla çekme ve darbe testi numunelerinin kırılma yüzeyleri incelenmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda, 12 farklı parametre içinden mekanik testler için 2 parametre seçilmiştir. Poliamid yapıya ilave edilen katkılarla yoğunluk değerlerinde %10'a kadar bir azalma tespit edilmiştir. Bununla birlikte elde edilen yoğunluk azalması mekanik dayanımda belirgin bir düşüşe neden olmamıştır. Ayrıca katkı ve enerji yoğunluğu arttıkça uzama değerlerinde ve elastisite modülünde artış sağlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Eklemeli imalat, seçici lazer sinterleme, polimer kompozit, mekanik ve tribolojik özellikler.

ABSTRACT

Fabrication and Characterization of Thermoplastic Composites by Selective Lazer Sintering Additive Manufacturing Method

Umut Can CİNGÖZ

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Master of Science Thesis

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Alptekin KISASÖZ

Co-supervisor: Assist. Prof. Dr. Burçin ÖZBAY KISASÖZ

Selective Laser Sintering (SLS) holds promise as a technique for additively manufacturing thermoplastic polymers and polymer composite materials. The polyamide family is widely recognized as a primary matrix material for SLS, with various additives used to enhance the physical, mechanical, and tribological properties of the polymer matrix. In the context of this study, composites featuring PA 11 and PA 12 matrices were produced using the SLS method with 10% and 20% hollow ceramic microsphere reinforcement. The investigation focused on the changes in lightweight, mechanical, and tribological properties resulting from the addition of micron-sized additives with a hollow structure. This study also involved the development of ceramic microsphere-doped composite specimens specifically aimed at lightweighting, with minimal compromise to mechanical properties. Prior to production, the polymer matrices and ceramic additives were blended in a rotary drum using a dry mixing method. Subsequently, thermal analysis utilizing Differential Scanning Microscopy (DSC) and Thermogravimetric Analysis (TGA) was carried out to characterize the thermal properties of the powder blend.

Furthermore, the influence of production parameters, including laser power, laser scanning speed, and laser scanning distance, on physical, mechanical, and tribological properties was investigated through the production of composite blends with undoped PA 11 and PA 12 using SLS with varying energy values. A series of tests including tensile, impact, three-point bending, and abrasion tests were conducted on the sintered specimens to assess their mechanical properties. The fracture surfaces of the tensile and impact test specimens were then examined. Through the experimental studies, two parameters were chosen for mechanical testing out of twelve different parameters. It was observed that the addition of additives to the polyamide structure resulted in a reduction of up to 10% in density values, without causing a significant decrease in mechanical strength. Moreover, an increase in doping and energy density led to higher elongation values and modulus of elasticity.

Keywords: Additive manufacturing, selective laser sintering, polymer composite, physical properties, mechanical and tribological properties.

1
GİRİŞ

Bu çalışma kapsamında katkısız poliamid 11 (PA 11) ve katkısız poliamid 12 (PA 12) polimer tozlarına, seramik katkı yapılarak kompozit malzemeler üretilmiştir. Seçici lazer sinterleme (SLS) yöntemiyle üretilmiş malzemelerin fiziksel, mekanik ve tribolojik özelliklerini belirlemek için testler yapılmıştır. Bu çalışmanın ilk bölümünde çalışmanın amacı, hipotezi ve literatürdeki örnek çalışmalar ve gelişmeler incelenmiştir. İkinci bölümde, katkısız poliamidlerin ve kompozitlerin üretim yöntemiyle, fiziksel, mekanik ve tribolojik özelliklerin analizi için kullanılan yöntemler tanıtılmıştır. Üçüncü bölümde ise yapılan testlerden elde edilen sonuçlar ve analizler açıklanmıştır.

1.1 Tezin Amacı

Tez kapsamında seçici lazer sinterleme (SLS) eklemeli imalat yöntemiyle polimerlerin ve farklı oranda katkı malzemeleri eklenerek hazırlanan polimerik kompozit malzemelerin proses parametrelerinin belirlenip, üretimlerinin ve karakterizasyonlarının yapılması hedeflenmiştir. Çalışmanın temel amacı öncelikli olarak hafifletilmiş polimer kompozit yapılar üretmek olmakla birlikte, polimer matrise ilave edilen katkıların sinterlenmiş parçanın fiziksel, mekanik ve geometrik özelliklerine olan etkilerini incelemektir. Bir diğer deyişle katkı türünün, miktarının ve katkı malzemesi içeriğinin elde edilen kompozit yapı üzerindeki etkilerinin araştırılmasıdır. Bununla birlikte mekanik özelliklerdeki artışla birlikte, hafiflik özelliğinin de bozulmamasını sağlayacak en uygun parametrelerin belirlenmesi amaçlanmıştır.

Malzeme özellikleri ve son ürün kalitesi açısından, seçici lazer sinterleme teknolojisinde göz önünde bulundurulması gereken ana noktalar, üretimde hammadde olarak kullanılan tozların özellikleri ve üretim parametreleridir. Yapılan literatür taramasına göre, bu alanda çalışmalar olmasına rağmen, sonuçların birçok katkı maddesi ve kombinasyonlarının kullanımı ile birlikte nasıl gelişeceği henüz bilinmemektedir. Dolayısıyla, bu alanın yeni araştırma çalışmaları için uygun olduğu öngörülmüştür. Yeni tip polimer kompozit malzemeler geliştirmek ve bu

teknolojiyle mevcut olanları daha iyi hale getirmek ülkemiz stratejik hedefleri için de büyük önem taşımaktadır. Eklemeli imalat teknolojisi ve bu teknoloji ile üretilen ürünler havacılık ve otomotiv gibi sektörler dışında polimer yapısına yapılacak olan farklı katkılar ile birlikte tıptan elektrik elektroniğe kadar çeşitli alanlardaki sektörlerde kullanım ve uygulama potansiyeline sahiptir.

Her geçen gün hızla değişip gelişmekte olan bu teknoloji üzerine çalışmak ülkemizin sivil ve askeri endüstrisi açısından oldukça büyük önem taşımaktadır. Son yıllarda hızla gelişmeye devam eden toz yataklı eklemeli imalat metotlarından biri olan seçici lazer sinterleme yöntemiyle polimer ve polimer kompozit malzeme geliştirme çalışmaları ulusal ve uluslararası düzeyde oldukça kritik bir öneme sahiptir. Hali hazırda SLS yönteminde kullanılmakta olan polimer malzemelere ek olarak polimer yapıya eklenen katkı malzemeleriyle birlikte hem kullanılan polimer miktarının azaltılması hem de fiziksel ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesi önemli bir araştırma konusudur. Bu teknoloji ile üretilen ürünler hakkında araştırılması gereken en önemli konulardan biri üretilen ürünlerin özelliklerinin geliştirilip nasıl daha iyi hale getirilebileceğidir. Bu bağlamda mikron boyutunda içi boş seramik küreler farklı özelliklerdeki seramik küreler katkı maddeleri ve/veya bunların kombinasyonları gibi farklı tipte katkı maddelerinin kullanılması hedeflenmektedir. Bununla birlikte hafifletmenin yanı sıra SLS prosesinde kullanılabilmek üzere geliştirilen polimerlerin ve polimerik kompozit yapıların optimum parametrelerin elde edilmesi ve geliştirilmesi oldukça önemlidir. Taranan literatür çalışması kısmında da belirtildiği üzere bu alanda SLS eklemeli imalat yöntemi özelinde yapılmış çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Ancak üretilen parçaların mekanik ve tribolojik özelliklerini gösteren çıktıların sınırlı olduğu görülmüştür. Öte yandan seçici lazer sinterleme yöntemi ile üretilen malzemelerin geometrik parça doğruluğu ve bunun nasıl sağlanabileceği de sonuç ürünlerin endüstriyel uygulamalara adaptasyonu açısından önem teşkil etmektedir. Bu doğrultuda SLS üretim yönteminde üretilen ürünler için yüzey pürüzlülüğü ve boyut hassasiyeti de önemle üzerinde durulması hedeflenen konulardandır.

1.2 Literatür İncelemesi

Eklemeli imalat geleneksel üretim yöntemlerine göre farklı özelliklerin elde edilmesini sağlayan ve günümüzde yaygınlaşan bir imalat yöntemidir. Eklemeli

imalat içerisinde birçok farklı yöntem bulunmaktadır. Literatürde bu yöntemlerle ilgili çok farklı sınıflandırmalar mevcuttur [1]. Eklemeli imalat, malzemelerin birbirleriyle katman katmana eklenmesiyle üç boyutlu (3B) parçalar oluşturan bir üretim yöntemidir. Eklemeli imalatı tanımlamada farklı terimlerde kullanılmaktadır; doğrudan dijital üretim, serbest form üretimi, hızlı prototipleme, tabaka eklemeli imalat bunlardan birkaçıdır. Eklemeli imalat prosesinde parça üretimi için önce CAD dosyasında çizimi yapılır, sonrasında üç boyutlu üretime uygun formata getirilir. Eklemeli imalatta katı ya da sıvı haldeki polimer hammaddelerin kullanıldığı farklı yöntemler de geliştirilmiştir [2], [3], [4].

3B yazıcı sistemlerindeki proses farklılıkları, kullanılan makine ve malzemelere bağlı olarak Amerikan Test ve Malzeme Derneği (ASTM) tarafından, 2010 yılında 7 başlık altında toplanmıştır ve bu gruplar Şekil 1.1'de gösterilmiştir [5].

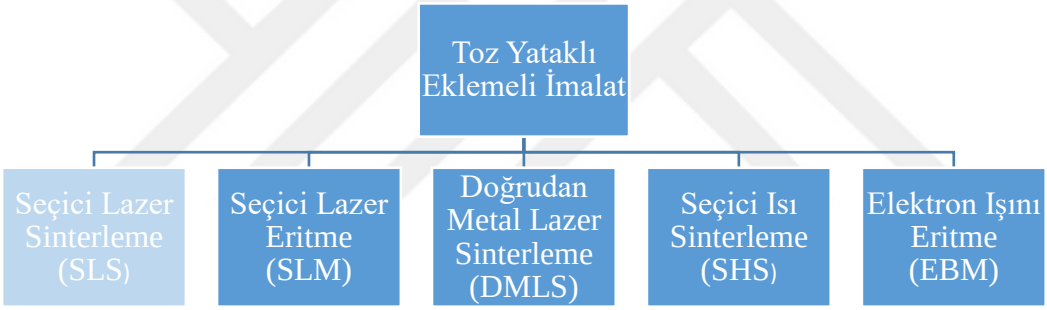


Şekil 1.1 Eklemeli imalat teknolojisinin sınıflandırılması [6]

Eklemeli imalat teknolojisi günümüzdeki en kritik mühendislik teknolojilerinden birisidir. İlk kez 1984 yılında Dr. Charless Hull tarafından geliştirilen üç boyutlu yazıcı sistemi, 2006 yılına kadar sadece hızlı prototipleme için kullanılmıştır [7]. Eklemeli imalat çok eski zamanlardan itibaren konuşulmuş olmasına rağmen pratik olarak uygulanması 1987 yıllında olmuştur. 1987'de Stereolitografi (SL) ile birlikte plastik işleme tekniğinin ticarileşmesiyle başlamıştır. Bu yöntem aynı zamanda dünyada üretime geçilen ilk yöntem olmuştur. 1990'lı yıllara geçildiğinde eklemeli

üretim tanınırlığının artmasıyla birlikte Kaynaştırıcı Biriktirme Modeli (Fused Deposition Modelling-FDM), Katı Zemin Kürleme (Solid Ground Curing-SGC) ve Katmanlı Malzeme Üretimi (Laminated Object Manufacturing-LOM) gibi çok sayıda farklı üretim yöntemleri de ticarileşmiştir ve bu yöntemlerin arkasından da SLS metodu ortaya çıkmıştır. İlerleyen dönemlerde, EOS firmasının 1994'te çıkartmış olduğu Direkt Lazer Sinterleme (DMLS) teknolojisinin kullanıldığı M160 daha sonrasında, 1995'te M250 makinesini piyasaya çıkartmışlardır [8], [9].

Toz yatak füzyonu (PBF) süreci, toz malzemelerin katman katmana birbirlerine eklenmesiyle, istenen numunelerin 3B katı CAD model verileri kullanılarak nihai parçalar elde etmek için kullanılan üretim yöntemidir. Bu işlem sırasında, toz tanelerinin füzyonu ve eritilmesi için ısı enerjisi kaynağı olarak lazer veya elektron ışını kullanır. Isı kaynağı olarak PBF prosesinde en çok lazer ışınları kullanılır. PBF kategorileri Şekil 1.2'de verilmiştir.



Şekil 1.2 Toz yataklı eklemeli imalatın sınıflandırılması [10]

Lazer ile sinterleme işlemi, polimer lazer sinterleme işlemi ve metal lazer sinterleme işlemi olarak sınıflandırılmıştır. Neredeyse tüm PBF yöntemleri, tozların önceki katmanların üzerine yayılmasını içerir. Bu bir silindir veya bıçak mekanizması ile yapılır. PBF teknikleri tozların yayılmasıyla başlar ve lazer ışını, tozların birleşmesini ve katılaşmasını sağlar. Bu yöntemler, daha küçük ışın boyutu nedeniyle küçük ölçekli üretim için doğru ve iyi yüzey kalitesine sahip parçalar üretebilmektedir [11]. Tablo 1.1'de toz yataklı eklemeli imalat sisteminin genel özellikleri verilmiştir.

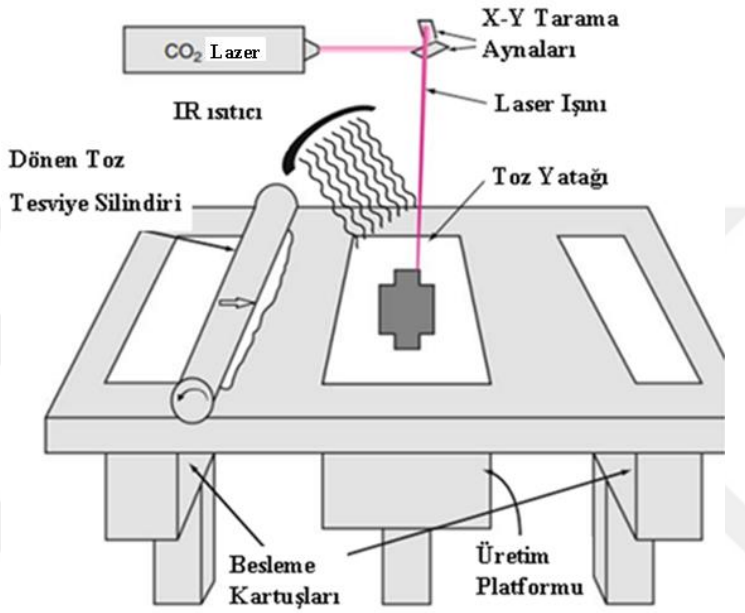
Tablo 1.1 Toz yataklı eklemeli imalat sınıfının genel özellikleri [11]

	Toz Yataklı Eklemeli İmalat
Teknoloji	SLS, SLM
Prensip	Sinterleme
Güç Kaynağı	Lazer demeti
Katkı	Toz, kısa fiber
Üstünlükleri	Geniş malzeme seçenekleri, yüksek mekanik performans, destek yapısına gerek yok
Eksiklikleri	Yetersiz sinterleme (ergime), büzülme veya kıvrılma

Toz yataklı eklemeli imalat yöntemlerinden birisi olan lazer sinterleme yöntemi mekanik özellikler, ısıl stabilizasyon, bileşen hassasiyeti ve uzun vadeli stabilite gibi endüstri standardı kriterleri göz önünde bulundurulduğunda son yıllardaki en nitelikli eklemeli imalat yöntemlerinden biridir. Malzemelerin entegrasyonu, tozun ergimesi, destek malzemeye ihtiyaç duyulmaması ve bunu takiben ergiyiğin istenilen şekle kristalizasyonu ile gerçekleşen bir ısıl prosestir [12]. Seçici lazer sinterleme (SLS) veya seçici lazer ışını eritme (SLBM), yönlendirilmiş ısıtmayla üretimi sağlayan bir PBF tekniğidir [13]. Eklemeli imalat kategorisi altında SLS ticarileştirilen ilk teknik olmasıyla birlikte en popüler PBF haline gelmiştir [14]. İlk olarak, Carl Deckard 1989 yılında SLS yöntemini geliştirmiştir ve patenti Teksas Üniversitesi'ne aittir. Manriquez-Frayre ve Brouell metalik malzemelerin katmanlı imalatını 1990 yılında bu yöntemi kullanarak hayata geçirmiştir. [15], [16], [17], [18].

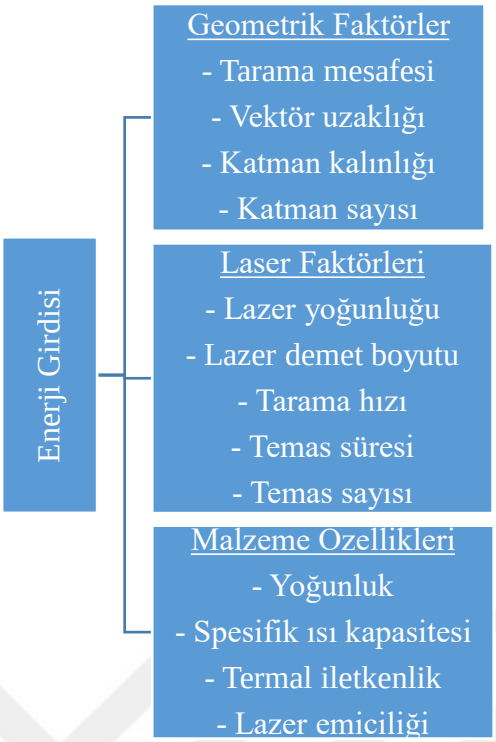
Bu yöntemde, CO_2 veya Nd-YAG lazer (neodymium-doped yttrium aluminum garnet), fiber ve diyot gibi güce dayalı bir ısıtma kaynağı, ergimiş tozdan yapılmış katı bir nesne oluşturan bir toz metal veya termoplastik yatağına seçici olarak hedeflenir [16]. Hazne genellikle sinterleme işlemi uygulanmadan önce toz malzemenin ergime noktasının hemen altındaki bir sıcaklığa ısıtılır. X-Y ekseninde hareket eden yüksek güçlü bir lazer ışını, toz malzemeleri kısmen ergitmek için önceden ısıtılmış toz ile baskı alanına yönlendirilir. Kısmen ergimiş malzemeler

birbirine bağlanır ve bir tabaka oluşturur [19]. Baskı alanının pistonu (dikey) aşağı hareket ederken, toz haznesi pistonu yukarı hareket ederek tesviye tamburu aracılığıyla baskı yüzeyine yeni bir toz tabakasının uygulanmasını sağlar. Tüm nesne baskı odası içinde oluşturulduğunda baskı tamamlanır. Son şekli elde etmek için fazla toz silkelenir [20]. SLS'nin baskı kalitesi, lazerin gücüne ve tarama hızına, toz malzemenin tane boyutuna ve katman kalınlığına bağlıdır [21]. Şekil 1.3'te SLS tekniğinin farklı şematik gösterimleri yer almaktadır.



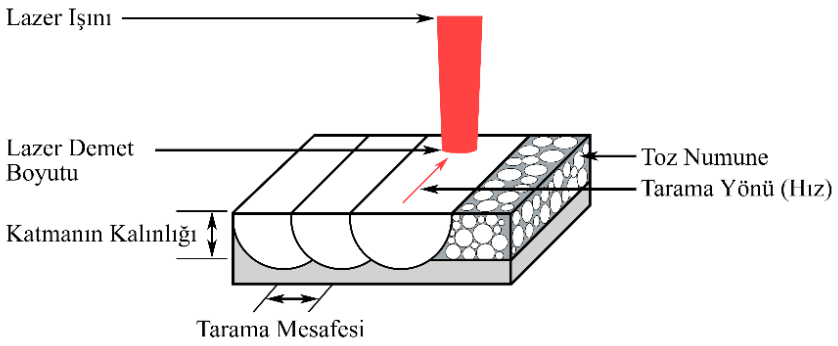
Şekil 1.3 SLS üretim yönteminin şematik gösterimi [22]

SLS yöntemini etkileyen ve çalışmayı karmaşık hale getiren birçok parametre bulunmaktadır. Ana etkenler Şekil 1.4'te gösterilmektedir. SLS yöntemini daha karmaşık hale getiren temel süreçler vardır. Bunlar, lazerin üretilmesi ve odaklanması, ısı transferi, malzemelerin katıdan sıvıya faz dönüşümü, yüzey geriliminin etkisi ve kimyasal etkiyi kapsamaktadır. Bu nedenle, yüzey kalitesi, mekanik dayanım, boyutsal doğruluk ve diğer fiziksel özelliklerini son üründe elde etmek için SLS parametrelerinin uygun şekilde seçilmiş olması önemlidir. SLS yöntemi birkaç parametreden etkilense de kritik parametrelerin çok azı nihai bileşenin özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bu kritik parametrelerin sonuçlarını belirlemek için son üründeki boyutsal, mekanik, termal, metalürjik ve fiziksel özelliklerin analiz edilmesi gereklidir.



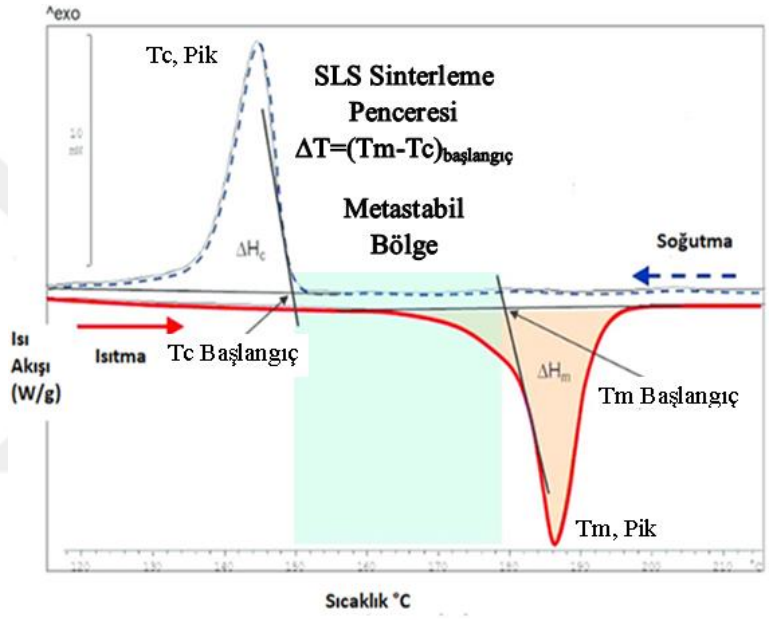
Şekil 1.4 SLS sürecinde rol oynayan parametreler [11]

Bu özellikleri inceleyerek, SLS tekniği ile üretilen nihai bileşenin özelliklerini kontrol etmek mümkündür. Lazer yoluyla aktarılan enerji, lazer ve tozun etkileşimi ve toz yatağı temel SLS prensibine atfedilen ana faktörlerdir. Toz ve substrat (sinterlenmiş kısım) arasındaki bağ ve ergimiş toz stabilitesi ayrıca polimer tozlarının yüzeyinde iletilen enerjiye de bağlıdır. SLS'deki üretim faktörleri; lazer faktörleri, geometrik faktörler ve malzeme özellikleri olarak sınıflandırılabilir ve bu parametrelerin optimal bir kombinasyonu, mükemmel bir parça oluşturma sürecini sağlar. SLS'de parça oluşturma sürecini etkileyen faktörler Şekil 1.5'te gösterilmiştir [23], [24].



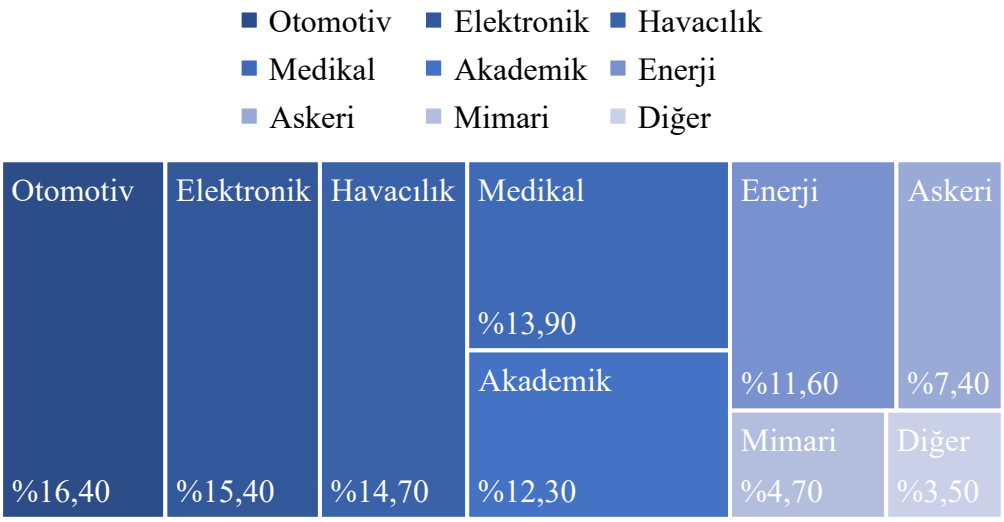
Şekil 1.5 Lazer ile malzeme temasındaki faktörlerin şematik görüntüsü [25]

Lazer sinterleme işlemindeki sinterleme penceresi, polimer tozunun lazer sinterleme (LS) işleminde kullanılabilirliği için en önemli kriterlerden biridir. Sinterleme penceresi, kristalizasyon sıcaklığının başlangıç noktası (Tc başlangıç) ile ergime sıcaklığının başlangıç noktası (Tm başlangıç) arasındaki alanı kapsar. Tozların diferansiyel taramalı kalorimetresi (DSC), proses sırasında seçilebilecek sıcaklıkların belirlenmesine yardımcı olmaktadır [26], [27]. Şekil 1.6'da DSC termogramı üzerinden örnek bir sinterleme penceresi alanı gösterilmiştir. Polimer tozları, ergime ve kritalleşme eğrileri arasında uygun bir fark olduğu sürece SLS /SLM gibi lazer esaslı yöntemlerle uygun şekilde üretim gerçekleştirilebilir.



Şekil 1.6 SLS üretimindeki sinterleme penceresi örneği [12]

Günümüzde de eklemeli imalat teknolojisinin kullanımı artmaya ve gelişmeye devam etmektedir. Son on yılda, plastik hammaddeleri katmanlı üretim sektörlerinde ilgi görmeye başlamıştır. Katmanlı üretim için malzeme ve ekipmanların geliştirilmesi ve son kullanıcı ürünleri yaratma şansı, bu büyümenin ana itici güçleridir. Sektörün hammadde ihtiyacı, talep seviyesiyle birlikte artmaktadır. Sektör henüz ayrı bir üretim alt dalı haline gelmediğinden, tam potansiyeli henüz bilinmemektedir. Katmanlı imalat teknolojisini kullanan çok sayıda sektör bulunmaktadır; Şekil 1.7'de sektörlere göre katmanlı imalat yönteminin kullanım yoğunluğu gösterilmiştir.



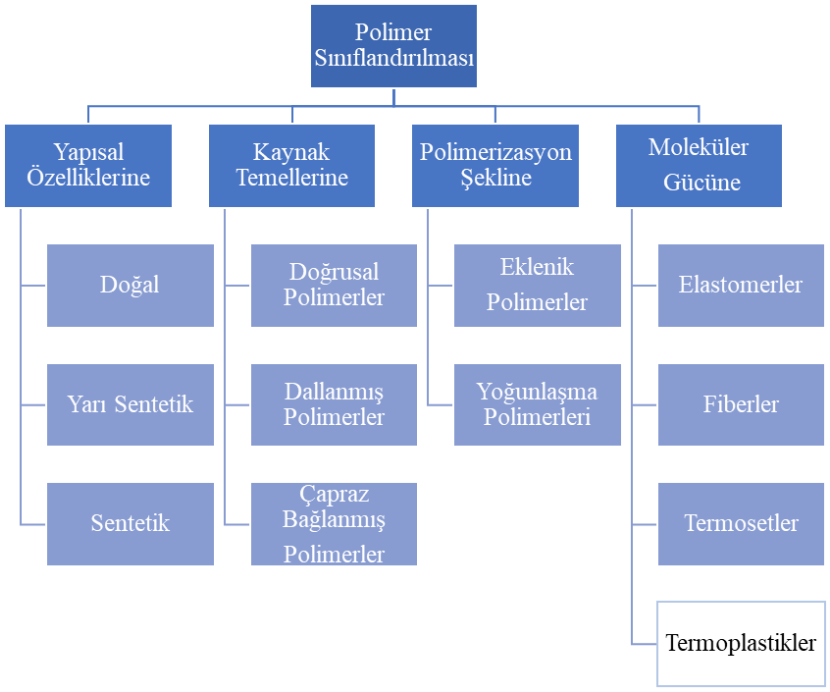
Şekil 1.7 Sektörlere göre katmanlı imalatın kullanımı (%) [37]

SLS yöntemi için günümüzde en yaygın ve etkin olarak kullanılan malzeme grubu termoplastik malzemelerden poliamid ailesidir. Poliamid ailesinden en çok PA 12 tercih edilmektedir. Eklemeli imalat sektöründeki gelişmelerle birlikte, polikarbonat (PC), akrilonitril-bütadien-stiren (ABS), poli(fenilen sülfon) (PPSU), polieter eter keton (PEEK), PC-ABS karışımları, polilaktik asit (PLA), polipropilen (PP), termoplastik poliüretan (TPU), polistiren (PS), ultraviyole (UV) ile sertleşen reçineler, vakslar, köpük ve toz şeklindeki polimerler, karbon fiber, alüminyum katkılı PA, paslanmaz çelik, alüminyum, bakır, demir, nikel ve kobalt bazlı alaşımlar, seramik tozları, silika, kum, grafit, Al_2O_3, alçı vb. malzemeler kullanılmaktadır [28]. Poliamid malzemeler SLS yöntemiyle üretilerek, biyomedikal, otomotiv ve havacılık endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. PA, SLS yöntemi için mükemmel özelliklere sahiptir. PA tozu, SLS yönteminde kullanılan polimer tozların neredeyse tamamına hakimdir. Bunun en büyük sebebi, PA tozunun özellikle ergime başlangıcı ile kristalleşme arasındaki nispeten büyük sıcaklık aralığıdır [29]. Ergimeye başlama sıcaklıkları PA 12 için 172-182 °C iken PA 11 için bu değerler 203 °C'dir. Kristalleşmeye başlama sıcaklıkları ise PA 12 ve PA 11 için sırasıyla 138 °C ve 158 °C'dir. Bu değerler ile poliamid ailesi, SLS yöntemi için uygun çalışma aralıklarını sağlamakta ve sıklıkla tercih edilmektedir.

Malzemeler elektriksel iletkenlik, şeffaflık, mukavemet, ısıya dayanıklılık gibi özelliklerinden dolayı insan yaşamının birçok alanında önemli bir rol oynamaktadır. Bir ürünün olası kullanımları, öncelikle tasarım biçiminden ziyade,

kullanılan malzemelere göre belirlenir. Son yıllarda polimerik malzemeler, ürün performansı üzerinde önemli bir etkiye sahip olarak geliştirme alanında kapsamlı araştırma ve uygulamaya konu olmuştur [30]. Polimerler, sıradan günlük ürünlerden karmaşık endüstriyel ürünlere kadar çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır [31]. Polimerik malzemeleri hafiflik, esneklik, korozyon direnci, şeffaflık ve işlenme kolaylığı gibi özel özellikleri onları geleneksel malzemelerden ayırmaktadır [32]. Polimerler ilk kez 1833'te J.J. Berzelius tarafından tanıtılmıştır [33]. Bir polimerin yapısı uzun moleküllerden ve zincirli makromoleküllerden oluşur [31]. Polimerler iyi bilinen plastik ve kauçuk malzemelerdir ve temel olarak hidrojen, karbon ve diğer metalik olmayan elementlerden oluşan organik bileşiklerden oluşur [34]. Polimerler tipik olarak antistatik maddeler, bağlayıcılar, katkı maddeleri, alev geciktiriciler, yağlayıcılar, pigmentler, plastikleştiriciler, sertleştiriciler ve stabilizatörler gibi kategorilere giren çeşitli katkı maddeleri içerir.

Şekil 1.8'de gösterildiği gibi polimerler 4 ana gruba ayrılır, moleküler yapılarına göre sınıflanan polimerler, endüstriyel uygulama açısından daha önemlidir. Bu grup; elastomerler, elyaflar, termoplastikler ve termoset plastikler olmak üzere 4 farklı kategoriden oluşmaktadır [31]. Bu çalışmada da termoplastik malzemelerden birisi olan poliamid ve farklı oranlarda katkılar eklenmiş poliamid kompozitlerle çalışılmıştır.



Şekil 1.8 Polimerlerin sınıflandırılması [35]

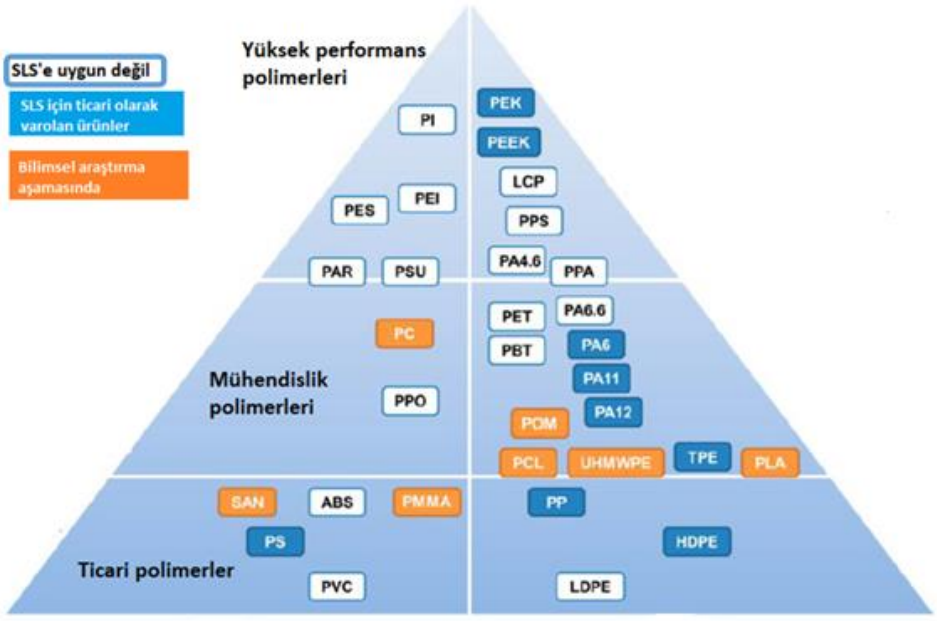
Termoplastik polimerler ısıtıldığında yumuşayan veya ergiyen polimerlerdir. Bu polimerler sıcaklık arttığında ergiyebilir. Termoplastik polimerleri oluşturan makromoleküller, zayıf van der Waals kuvvetleri tarafından bir arada tutulur. Isıtıldığında termoplastik polimerlerdeki moleküller arası kuvvetler önemli ölçüde azalır, bu da malzemeyi daha yumuşak ve daha esnek hale getirir. Yüksek sıcaklıklarda viskoz bir sıvı haline gelir ve soğutulduğunda tekrar katılaşır. Bu döngü birçok kez tekrarlanabilir, bu da termoplastik polimerleri geri dönüşüm açısından avantajlı hale getirir. Ancak birkaç kez ısıtılıp soğutulduktan sonra termoplastik polimerlerin özellikleri bozulur [32], [36].

Termoplastik malzemeler, polimerlerin dizilişine göre iki gruba ayrılabilir; kristal yapılar ve amorf yapılar. Kristal yapılarda polimerler düzenli, amorf yapılarda ise polimerler rastgele dizilmişlerdir [37], [38]. Örneğin poliamidler gibi polimerler yüksek derecede kristalliğe sahip olabilir. Ancak termoplastiklerin yapısal karmaşıklığı nedeniyle mükemmel kristal yapı elde etmek mümkün değildir, bu nedenle termoplastiklere bazen yarı kristal adı da verilir [39]. Polimer kristalizasyonu, imalat sırasındaki termal işlemlerden güçlü bir şekilde etkilenir ve bu da daha yoğun polimer topaklaşmasına neden olur. Kristal yapının polimerlerin mekanik özellikleri üzerinde güçlü bir etkisi vardır [40]. Kristalin polimerlerin ayrıntılı özellikleri Tablo 1.2'de özetlenmiştir. Genel olarak SLS toz yataklı katmanlı üretim yöntemleri, metal, seramik ve polimer tozlarının kompozit karışımlarını içeren geniş bir ürün yelpazesi sağlamaktadır. Bu malzemeler polimerleri ve polimer bazlı kompozitleri içerir ve iyi baskı kalitesi ve sinterleme sırasında azaltılmış enerji tüketimi gibi avantajlar sunar. Bu alanda poliamid grubundan malzemeler (PA 12, PA 11, PA 6) ile poliüretan elastomerlerden (TPU) ve termoplastik polimerlerden yapılan malzemeler incelenmekte olup bunların arasında en yaygın olanı kompozit tozlardır. Şekil 1.9, eklemeli imalatta kullanılan polimer besleme stoklarını ve SLS toz yataklı eklemeli üretim teknolojisine uygun olanları listelemektedir [29], [41].

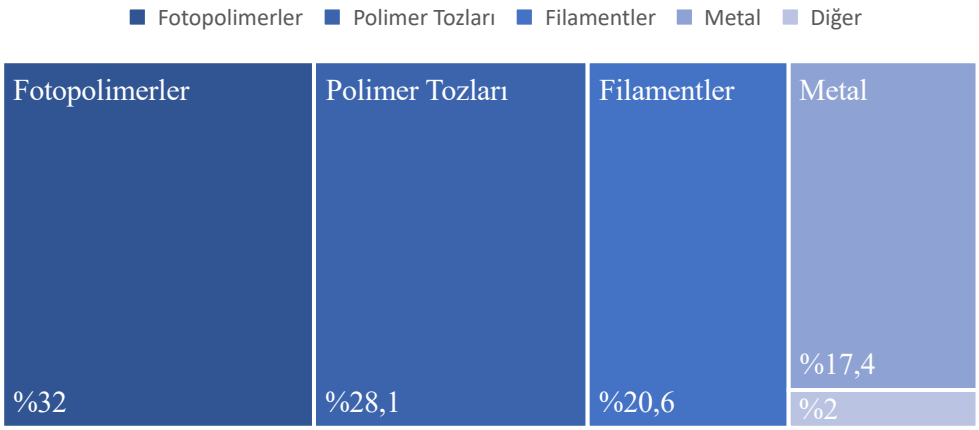
Tablo 1.2 Termoplastik malzemelerin genel özellikleri [41]

Özellikler	Değer
Sertlik	Yüksek
Sürtünme katsayısı	Düşük
Darbe direnci	Yüksek
Takviye elemanı ekleyebilirliği	Yüksek
Sürtünme direnci	Yüksek

Bu teknolojinin bir parçası olarak, katmanlı toz yataklı üretim sistemlerinde açık ara en yaygın olarak kullanılan hammadde PA ailesidir. Öncelikle PA 12, ardından PA 11 ve PA 6 SLS sisteminde kullanılan yarı kristal termoplastik polimerlerdir. Poliamidlerin popülaritesiyle birlikte, termoplastik polimer (öncelikle PA 12, ardından PA 11 ve PA 6), fotopolimerler, metaller ve filamentler de eklemeli imalatta kullanılmaktadır. Şekil 1.10, katmanlı imalatta kullanılan malzemelerin yüzdesini göstermektedir.

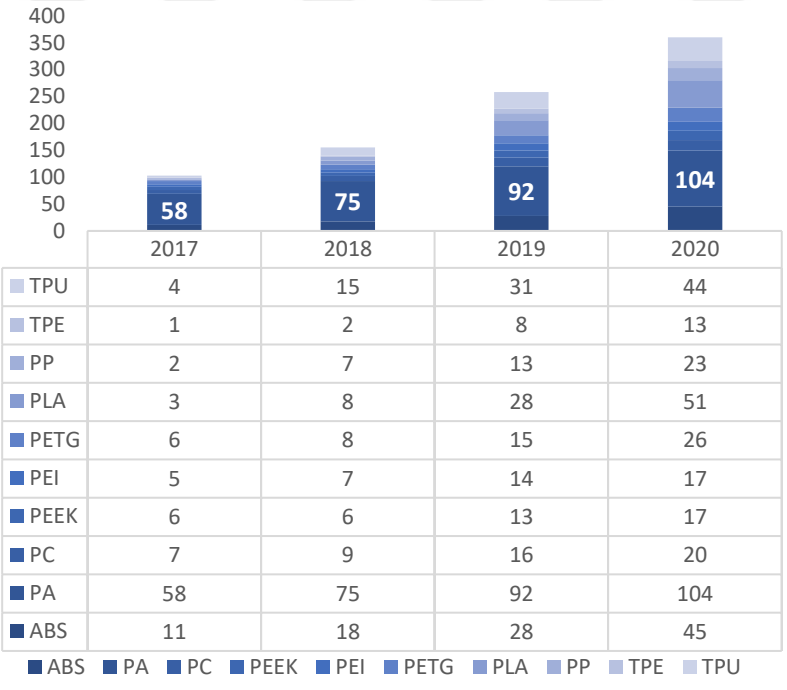


Şekil 1.9 SLS üretimine uygun ve uygun olmayan mühendislik polimerleri [37]



Şekil 1.10 Katmanlı imalattaki malzeme kullanımı (%) [42]

Poliamid ürünler, PBF prosesinin yaygın kullanımı nedeniyle katmanlı imalat pazarına hakimdir. Toz yataklı ergitme teknolojisini kullanan makinelerin girdisi poliamid tozu olup, PA 6, PA 11 ve PA 12 en sık kullanılan tozlardandır. Şekil 1.11, katmanlı üretimde kullanan termoplastik şirketlerinin sayısının zaman içinde nasıl değiştiğini göstermektedir.



	2017	2018	2019	2020
TPU	4	15	31	44
TPE	1	2	8	13
PP	2	7	13	23
PLA	3	8	28	51
PETG	6	8	15	26
PEI	5	7	14	17
PEEK	6	6	13	17
PC	7	9	16	20
PA	58	75	92	104
ABS	11	18	28	45

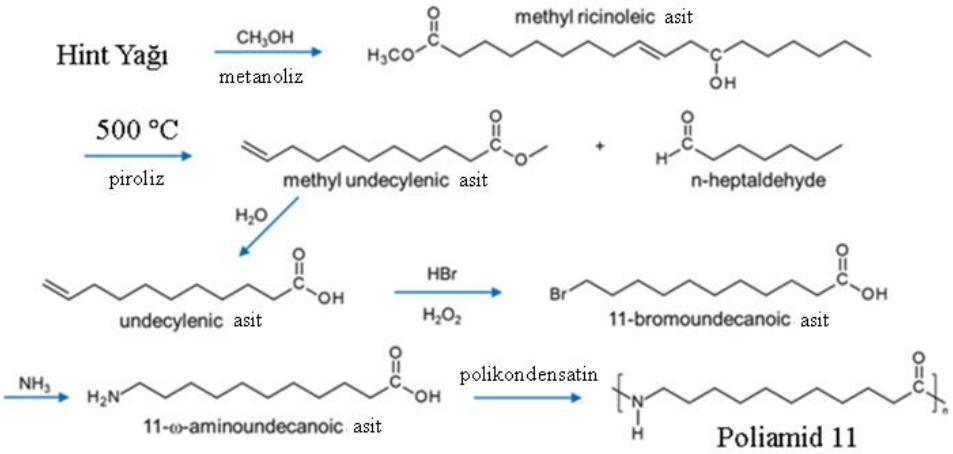
Şekil 1.11 Termoplastik kullanan şirketlerin zaman içerisindeki değişimi [43]

Naylon olarak da bilinen poliamid (PA), neredeyse bir yüzyıldır sanayide kullanılmaktadır. Naylon-6, naylon-12 ve naylon-6,12 gibi isimlendirmeler sentetik PA'ların çeşitli yapılarını tanımlamak için kullanılır. PA, iyi mekanik özelliklere ve

yüksek kimyasal stabiliteye sahip, biyouyumlu bir malzemedir [44]. PA düşük yoğunluklu bir malzeme olmasına rağmen (1 g/cm3), mükemmel bükülme ve yorulma mukavemeti onu havacılık endüstrisinde önemli bir rol oynayabilecek bir malzeme haline getirmiştir [45].

Poliamid gerilim çatlamasına karşı daha az hassastır ve mükemmel kuru veya soğuk darbe direncine sahiptir. Bu, onu hızlı prototipleme için arzu edilen bir malzeme ve SLS'de en yaygın kullanılan malzeme haline getirir. Toz katmanlı eklemeli imalat sistemlerinde amid gruplarının birleşiminden oluşan yarı kristal termoplastik malzemelerde kullanılmaktadır. Bu hem amorf hem de kristal yapıları içerir [46]. Poliamid 11'i oluşması, hint yağının %85-90'ını oluşturan risinoleik asit ile başlar. Risinoleik asit ilk önce metanol ile transesterifikasyon reaksiyonuna girmesi sonucu metil risinoleat oluşturur. Sonrasında heptaldehit ve metil undesilenat kazanmak için parçalanır. Bunlar, risinoleik asidin ilk transesterifikasyonunda tekrardan kullanılan metanol ve hidrojen bromüre eklenen undesilenik asit elde etmek için hidrolize tabi tutulur. Hidrolizden sonra, hidrojen bromür daha sonra amonyakla nükleofilik sübstitüsyona uğrayarak 11-aminoundekanoik asit oluşturur ve bu asit PA 11 halinde polimerize edilir [47]. Poliamid 11'in kimyasal yapısı (1.1) eşitliğinde ve sentezi Şekil 1.12'de verilmiştir.

$$[NH\ (CH2)10\ CO]n \tag{1.1}$$



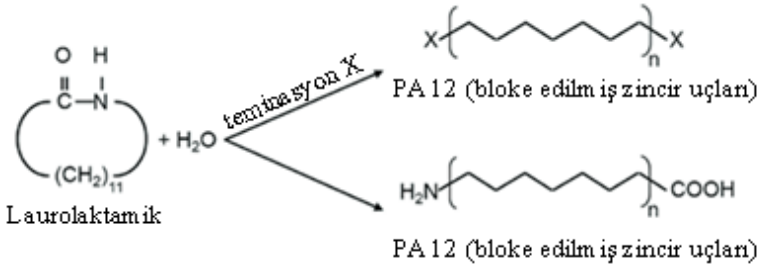
Şekil 1.12 PA 11 sentezi [47]

Tipik olarak poliamid 12'nin ticari üretimindeki başlangıç malzemesi laurolaktamdır. PA 12'nin kimyasal yapısı (1.2) eşitliğinde verilmiştir. Poliamid 12'nin ticari üretimi laurolaktamik asidin halka açılması polimerizasyonuna

dayanmaktadır ((1.3) eşitliği ve Şekil 1.13). Amino asitler veya naylon tuzları katalizör olarak kullanılabilir ve bu maddeler halka açma reaktifleri görevi görür. Poliamid 12 ayrıca susuz alkali katalizörler kullanılarak anyonik bir polimerizasyon mekanizmasıyla da sentezlenir [46].

$$[NH\ (CH2)11\ CO]n \tag{1.2}$$

$$n[(CH2)11CONH]\ \rightarrow\ -[(CH2)11CONH]n- \tag{1.3}$$



Şekil 1.13 Laurolaktamik asidin halka açılması [48]

Literatürde SLS yöntemiyle üretilen poliamid ve kompozitleriyle ilgili çalışmalara yer verilmiştir. PA malzemesinde SLS üretiminde artan sıcaklıkla birlikte PA tozunun kristalizasyonunun geciktiği görülmüştür [49]. SLS üretiminde poliamid 12 örneklerinin geometrisi ve yoğunluğu, ardışık lazer ışını geçişleri arasındaki mesafenin arttırılmasıyla üretim süresinin önemli ölçüde azaltılabileceği görülmüştür. Ayrıca, çift taraflı tarama sırasında lazer gücünün azaltılmasının, sinterlenen parçanın özelliklerini iyileştirebileceği ve uygun lazer parametreleriyle üretim süresinden üç kat tasarruf sağlanabileceği görülmüştür [50]. SLS parametreleri son ürünün tam yoğunlukta ve gözeneksiz elde edilmesi için de çok önemli bir faktördür. Diğer üretim yöntemleriyle kıyaslandığında Van Hooreweder ve arkadaşı yaptıkları parametre çalışması sonucunda enjeksiyon kalıplama yöntemi ve SLS yönteminin aynı yorulma özellikleri gösterdiğini tespit etmişlerdir [27]. Malzeme özellikleri kritik parametrelerden birisi olan enerji yoğunluğu (Energy Density (ED)) seviyesiyle incelendiğinde, düşük ED seviyelerinde parçaların gözenekli, zayıf ve anizotropik olduğu, ancak ED seviyesi arttıkça daha izotropik, kompakt ve daha güçlü hale geldiği görülmüştür. Gözenekli bir yapı gerekmedikçe 0,012 J/mm² ED seviyesinin altında parça üretilmemesi gerektiği de tespit edilmiştir [51].

Polimer matris içerisinde katkı malzemeleri çeşitli nedenlerden dolayı kullanılmaktadır. Bunlar arasında maliyetin azaltılması, gelişmiş işleme ve yoğunluk kontrolü, optik etkiler, termal iletkenlik, termal genleşme kontrolü, elektriksel özellikler, manyetik özellikler, alev geciktiricilik, sertlik ve yırtılma gibi geliştirilmiş mekanik özellikler yer alır. Her katkı maddesi türü, tane boyutuna, şekline ve yüzey kimyasına göre değişen farklı özelliklere sahiptir. Maliyetten tane morfolojisine kadar karakteristik özelliklere etki etmektedir. Tanelerin spesifik yüzey alanı ve paketleme oranı önemli hususlardır. Katkı içeriği aynı zamanda kompozit malzemelerin özelliklerini belirleyen önemli bir faktördür. Kompozit malzemelerin özellikleri büyük ölçüde arayüzün mekanik yükleri matristen takviyeye aktarma yeteneğine bağlıdır. Başlangıçta polimer matrise yapılan katkılarının temel amacı, düşük maliyetli katkılar kullanarak malzeme maliyetlerini azaltmaktı. Günümüzde, güçlendirilmiş polimer kompozitler, fiziksel, mekanik ve tribolojik özelliklere yüksek taleplerin olduğu bilim ve mühendisliğin çeşitli alanlarında kullanılması beklenen türlerden biridir. Polimer malzemeler, orijinal hallerinde, düşük mukavemet, sertlik ve düşük çalışma sıcaklıkları gibi, uygulamalarını ciddi şekilde sınırlayan birtakım dezavantajlara sahiptir. Bu özellikleri geliştirmek için literatürde polimerleri çeşitli katkı maddeleri ile güçlendirmeye ve bunları kompozit malzemelerini oluşturmak için kullanmaya çalışılmıştır [52].

Takviye ilavesi, SLS ile üretilen numunelerin mekanik özelliklerini iyileştirmek için etkili bir yöntemdir ve bu amaçla PA tozlar birçok farklı malzeme ile katkılandırılmıştır [53]. Bunlar arasında karbon fiber (Carbon Fiber (CF)), cam boncuklar (Glass Beads (GBs)) ve seramik takviyeler, SLS ile PA kompozitlerinin üretimi için araştırılan tipik takviye türleridir [54], [55], [56], [57], [58]. CF takviyeli PA kompozitlerine odaklanan çalışmalarda, CF'ler ve PA 12 matrisi arasında iyi bir bağlanma elde edildiği görülmüştür. SLS ile imal edilen CF takviyeli PA 12 numunelerinin eğme mukavemeti ve eğme modülü, SLS ile imal edilen katkısız PA 12 numunelerine göre büyük ölçüde artmıştır [59]. Karbon nanotüpler (Carbon Nanotube (CNT)) içeren PA 12 tozları ile birlikte kullanıldığında SLS işleminin lazer ısıtmasının sinterleme penceresi katkısız PA 12 tozlarına göre daha geniş ve daha derin olduğu görülmüştür [60].

GB takviyeli PA 12 kompozitlerine odaklanan temsili çalışmalarda, yüksek lazer gücü, düşük tarama hızı ve düşük tarama aralığı sayesinde yüksek toz yatağı sıcaklığının SLS ile üretilen GB takviyeli PA 12 numunelerin çekme mukavemetini artırmak için uygun olduğu görülmüştür. Bununla birlikte, elde edilen çekme mukavemeti 39.12 MPa olmuştur [57], [61]. PA 12 yapısına katkı olarak cam küre eklenerek kompozit malzemenin mekanik özelliklerinin arttırmaya yönelik çalışmalar literatürde yer almıştır. Poliamid yapısına katılan cam küreler ile birlikte polimerin yığın modülünün arttığı ve katkı maddesinin yapı içerisinde artmasıyla birlikte kristalleşme sıcaklığının da arttığı görülmüştür [62]. Poliamid yapısına yapılmış olan cam küre katkısıyla birlikte katkısız poliamide göre daha yüksek çekme mukavemeti ve modülü kazanıldığı görülmüştür. Yine aynı katkı ile poliamid kompozitinin katkısız poliamid yapısına göre daha düşük bir darbe dayanımı göstermiştir [63]. Literatürde kompozit yapı için de parametre çalışmaları yer almaktadır. Bu çalışmalarda, matematiksel istatistik programı ANOVA kullanılarak cam küre katkılı poliamid 12 kompoziti için optimum teorik üretim sıcaklığı 178 °C, 32 W lazer gücü ve 0,17 mm tarama aralığı kullanıldığında en iyi sonuçların elde edildiği bulunmuştur [64]. Katkısız PA ile cam küre ve katkılı PA kompozitlerinin birbiriyle karşılaştırmaları da literatürdeki başka bir araştırma konusudur. SLS yöntemiyle üretilmiş olan katkısız ve cam küre katkılı PA malzemelerin farklı sıcaklıklardaki (-50 °C, 23 °C, 50 °C) kırılma ve çekme mukavemetleri kıyaslandığında, içi dolu cam küreler ile PA 12 arasındaki bağ zayıf bir arayüzey bağına sahip olduğundan, cam katkılı PA 12 kompoziti katkısız PA 12'den daha düşük kırılma mukavemet göstermiştir. Sıcaklık düştükçe de elastik modül de artma ve çekme mukavemeti değerinde de artış görülmüştür [65]. Ayrıca cam küre katkısının farklı oranlarda eklenmesiyle poliamid kompozitlerin mekanik özellikleri üzerine çalışılmıştır. Cam yüzdesinin artmasının sertlikte bir artışa yol açtığını, bununla birlikte hem çekme dayanımında hem de kopma uzamasında bir azalma olduğunu göstermiştir [66]. Cam küre katkısı dışında PA yapısına yapılmış olan nano-silika katkısıyla çekme mukavemeti, çekme modülü ve darbe mukavemeti, katkısız PA 12 SLS numunelerinden sırasıyla %20,9, %39,4 ve %9,54 daha yüksektir ve kopma uzaması yaklaşık %3,65 oranında azalmaktadır [67]. Polimer malzemeye bir diğer nano katkı ise çok duvarlı karbon nanotüp (Multi Wall Carbon Nanotubes (MWCNTs)) eklenerek mekanik dayanımı iyileştirilmiştir.

Ağırlıkça %0,5 PA 11/MWCNT için çekme modülü ve eğme modülünün sırasıyla %20 ve %34,8 oranında arttığı bulunmuştur [68].

Genel olarak, bu geçmiş çalışmalar PA matrislere takviyenin SLS ile üretilen PA numunelerin mekanik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermektedir. Öte yandan birkaç araştırmada da takviye ile PA 12 matrisi arasındaki arayüzey özelliklerinin önemli bir faktör olduğunu bulunmuştur. Örneğin, Jansson ve Pejryd SLS ile üretilen CF takviyeli PA 12 kompozitlerinde iç tabakalı yapı oluşumunun kompozitlerin çekme özellikleri üzerinde önemli bir etkisi olduğunu bulmuşlardır [69].

Son dönemde literatürde poliamid ve kompozitleri için fiziksel ve mekanik davranışları dışında tribolojik özellikleri üzerine de yoğunlaşılmıştır. SLS yönteminde ekstra montaja gerek kalmadan son parça gruplarının tek bir üretim adımında üretilebilmesine rağmen, eksik kalan faktör parçaların tribolojik özellikleridir. Farklı üretim parametreleriyle SLS yönteminde istenilen fiziksel ve mekanik özellikler sağlansa bile son ürününde istenilen tribolojik özelliklerinin elde edilmesi son zamanlarda çalışılan kritik bir konudur. SLS üretimin eksikliklerinden birisi olan tribolojik özelliklerin geliştirilmesi önemli bir araştırma konusudur. Araştırmacılar farklı üretim parametreleri ile optimum tribolojik, fiziksel ve mekanik özellikleri elde etmeye çalışmışlardır. Seçici lazer sinterleme ile üretilen polimerlerin aşınma mekanizmalarındaki eklemeli imalatın etkisini ortaya çıkartmak için farklı yönlerde ürünler üretilmiştir. Termoplastik poliüretan (TPU) ve poliamid 12'nin aşınma mekanizmaları üzerine çalışmalar yapılmıştır. Aşınma sonucunda, PA 12 için çizik izlerinden alınmış mikroyapı analizleri sonuncunda yapının plastik deformasyon altında abrazif aşınma uğradığı ve TPU için ise yorulma aşınması ile katmanlar arasında bir makro-delaminasyona uğradığı görülmüştür. Ayrıca farklı yönlerde üretilen numuneler arasındaki farkların çok küçük ve yetersiz olduğunu göstermişlerdir [70]. Öte yandan yapı yöneliminin tribolojik özellikler üzerinde etkisi olduğu görülmüştür. Yük yönüne paralel katman yöneliminin en uzun fazda çalışma ve en düşük aşınmayla sonuçlanmıştır. 45 ve 90° yöneliminin ise kısmen daha uzun fazda çalışmaya yol açtığını ve 1,5 μm Rz'de daha yüksek aşınmaya yol açtığı görülmüştür. Ayrıca disk hareketine bağlı olarak 45º'lik yönelimde daha çok anizotropik aşınmanın meydana geldiğini gözlemlenmiştir [71]. Aynı zamanda literatürde üretim hattındaki yapı yönüyle

ilgili de çalışmalar yapılmıştır. Üretim hattının üç farklı yönünde (X, Y ve Z) üretilmiş olan aşınma numuneleri üzerinde yapılmış çalışmalar, Y ekseni boyunca yönlendirilen PA 12 numunelerinin COF, sürtünme ısısı ve spesifik aşınma oranının X ve Z eksenleri boyunca yönlendirilenlerden önemli ölçüde daha küçük olduğunu göstermiştir. Ayrıca, kararlı durum aşınma aşamasında, X ve Z eksenleri boyunca yönlendirilen PA 12 numunelerinin aşındırıcı aşınma, yapışkan aşınma ve bazen yüzey yorgunluğu aşınmasının bir kombinasyonunu yaşadığını görülmüştür [72].

Literatürde katkısız polimer yapıları dışında polimer yapısına çeşitli katkılar yapılarak SLS yöntemiyle üretilmiş olan kompozit malzemelerin tribolojik özelliklerini iyileştirme çalışmaları da yapılmıştır. Polimer yapısına eklenmiş MoS_2 ile üretilen kompozitlerin tribolojik ve mekanik özellikleri üzerine çalışmışlardır. MoS_2 katkılı maddesinin PA 12 matrisine dahil edilmesiyle darbe özelliklerinin iyileştirildiğini göstermiştir. Lazer sinterlenmiş PA 12/MoS_2'nin sürtünme katsayısı ve aşınma oranı da önemli ölçüde azaldığını ve aşınmış yüzeyler katkılı PA 12 için daha hafif ve aşınma derinliğinin de daha az olduğu görülmüştür. Bu katı yağlayıcının eklenmesi, düz bilye üzerinde doğrusal ileri geri aşınma testi sırasında sürtünme katsayısını (COF) ve aşınma oranını sırasıyla %56,7 ve %41,7 oranında azaltmıştır [73]. Katı yağlayıcı ilavesinin, katkısız PA 12 ile karşılaştırıldığında mekanik performanslarından ödün vermeden, elde edilen kompozitlerin sürtünme ve aşınma özelliklerini önemli ölçüde etkilediğini tespit edilmiştir. PA 12/MoS_2 kompozitinin oluşturulmasıyla birlikte yapıya eklenmiş olan MoS_2 ile birlikte sürtünme katsayısı ve spesifik aşınma oranının sırasıyla %50 ve %78'e kadar azaltılabileceği görülmüştür [74]. Katı yağlayıcı dışında polimer matrise nano katkılar yapılarak tribolojik özelliklerin iyileştirilmesine çalışılmıştır. Polimer matrise farklı oranlarda çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNTs) katkısı eklenerek aşınma özelliklerini iyileştirmeye çalışılmıştır. PA 11/MWCNT ağırlıkça %0,5 için aşınma oranı 10 N'de %44 ve 5 N'de %22 azaldığını görülmüştür. Bu nedenle, MWCNT katkı maddelerinin PA 11 ile birleştirilmesi tribolojik özellikleri önemli ölçüde geliştirmiştir [68]. Karbon fiberler takviyesi de poliamidin tribolojik özelliklerinin geliştirilmesinde kullanılmıştır. Grafit katkılı CFR-PA 12'nin kararlı durum COF, temas sıcaklığı ve aşınma modelinin yönelimden bağımsız olduğunu ve temas sıcaklığının amorf PA 12 bölgelerinin camsı geçiş sıcaklığının çok altında bir asimptota yaklaşmasının muhtemel olduğunu ve böylece matris yumuşaması

olasılığını ortadan kaldırdığını tespit edilmiştir. Z yönelimli numunenin en yüksek aşınma direnciyle birlikte en düşük sürtünme kaynaklı gürültü seviyesini sergilediğini göstermiştir. Tribo yüzeylerin SEM'iyle, aşındırıcı aşınmanın baskın aşınma modeli olduğu bulunmuştur [75]. Ayrıca, CF/PA 12'nin hem COF hem de temas sıcaklığının yönelimden bağımsız olduğunu ve katkısız PA 12'den daha düşük olduğunu ortaya koymuştur. Ayrıca, katkısız PA 12 ile karşılaştırıldığında, CF/PA 12'nin %25 daha küçük COF ve %15-40 daha yüksek aşınma direncine sahip olduğu tespit etmişlerdir. Ayrıca, tribo yüzeylerin SEM görüntüleriyle, yapışkan aşınmanın katkısız PA 12 yüzeyine hâkim olduğunu, CF/PA 12'de ise hem plastik hem de aşındırıcı aşınma modellerinin bir arada bulunduğunu görülmüştür [76].

Poliamid yapısına silisyum katkılarıyla tribolojik özellikler üzerine etkisi araştırılmıştır. PA 12'ye %10 ağırlıkta silisyum karbür (SiC) eklendikten sonra sürtünme katsayısını yaklaşık %10, spesifik aşınma oranında %20 azalma sağladığı görülmüştür. Aşınmış yüzeydeki deforme olmuş asperitlerin (kalıntı) daha fazla teğetsel yüke dayanabildiği görülmüştür ve daha düşük spesifik aşınma oranına neden olmuştur. Sürtünme testlerinden sonra yüzeydeki SiC partiküllerinin içeriğinin azaldığı tespit edilmiştir. SEM analizleriyle aşınma mekanizmalarının aşındırıcı ve yorulma kaynaklı olduğu görülmüştür [77]. Katkısız PA 12, mikron-SiC ve nano-SiC ve SiO_2 tane takviyeli PA 12 kompozitlerinin deniz suyu ile yağlanmış koşullar altındaki tribolojik davranışları incelenmiştir. Mikron ve nano-SiC partiküllerinin ve nano-SiO_2 partiküllerinin eklenmesinin deniz suyu adsorpsiyonunu ve temas açısını azaltabileceğini ve sertliği artırabileceğini gözlemlenmiştir. Deniz suyu koşulları altında, mikro SiC partiküllerinin eklenmesi sürtünme katsayısını ve aşınma kaybını azaltabilirken, nano-SiC ve SiO_2 partiküllerinin eklenmesi ilgili değerleri artırdığını kanıtlanmıştır [78]. Seramik katkılarda poliamid matrisin geliştirilmesi için önemli bir seçenektir. Seramik takviyeli PA 12 matris kompozitlerin aşınma testinin yükü arttıkça aşınma oranının da arttığı ve kompozit malzemelerin üretiminde enerji yoğunluğunun değeri aşınmayı olumsuz etkilediğini görülmüştür [79]. Öte yandan SLS sonrası numunenin özellikleri oryantasyona bağlı olduğundan, kuru kayma modunda çelik diske karşı direnen cam katkılı PA kompozitinin sürtünme ve aşınma özelliklerini araştırılmıştır. Yapı katmanlarının kayma düzlemine göre yöneliminin, baskın

aşınma modelini ve aşınma oranını belirleyen bir parametre olduğunu ortaya koyulmuştur. Buna göre, yapı katmanlarının kayma düzlemine paralel veya eğimli olduğu durumlarda, aşındırıcı aşınma baskın olmuş ve aşınma oranı, plastik aşınmanın baskın olduğu dik yapı katmanlarına sahip numunelerden %48 daha yüksek olduğunu tespit edilmiştir [80].

1.3 Hipotez

Bu çalışmada, seçici lazer sinterleme eklemeli imalat üretim yöntemi kullanılarak PA 11 ve PA 12 polimer matrisli kompozitlerin içi boş seramik mikroküre takviyesi ile üretilmesi amaçlanmıştır. Literatürde çok fazla örnek çalışmaya rastlanmayan SLS yöntemiyle üretilmiş içi boş seramik mikroküre katkısıyla hafifletilmiş polimer kompozit yapısı geliştirilmesi, kullanım yerine göre daha düşük ve hafif malzemenin yanı sıra mekanik özelliklerini de koruyan yapıların üretilmesi hedeflenmiştir. Fiziksel ve mekanik özelliklerin istenen şekilde eldesinin yanı sıra, SLS üretim yönteminde kullanılan parametre değerlerinin değiştirilmesiyle optimum üretim koşullarını elde etmek için parametre çalışmaları yapılmıştır. Böylece SLS yöntemi için kritik öneme sahip olan enerji yoğunluğu değerleri değiştirilerek istenen özellikleri sağlayan optimum parametrelerin elde edilmesi için çalışılmıştır. Çalışmanın hipotezi SLS yönteminde kullanılacak olan içi boş seramik mikroküreler yardımıyla PA 11 ve PA 12 polimerlerin mekanik özelliklerinin, hafiflik ile birlikte geliştirilmesi ve böylece özgül dayanım gibi özelliklerin artırılmasıdır. Üretilen malzemenin mekanik özelliklerinden fazla ödün vermeden daha hafif üretebilmek, son yıllarda dünya çapında da oldukça büyük ilgi odağı olan bir konudur. Örneğin üretilmesi hedeflenen kompozitlerin en önemli kullanım alanlarından biri olan otomotiv endüstrisinde hafifletme ile düşük yakıt tüketimi sağlanarak, CO_2 emisyonunun azaltmaktadır.

2
MALZEME VE YÖNTEM

2.1 Malzemeler

Polimer matris olarak PA 11 (BASF Ultrasint® PA 11) ve PA 12 (PA2200, EOS GmbH) kullanılmıştır. Ayrıca katkı maddesi olarak ELMINAS Firmasının içi boş seramik mikroküreleri (Hollow Ceramic Microspheres (HCM 100)) (ELMINAS-SPHERES® THERMO – W) kullanılmıştır. Tablo 2.1'de katkı malzemesinin kimyasal bileşimini göstermektedir. PA 11, PA 12 ve HCM 100 tozunun ortalama tane boyutları sırasıyla 60 ± 20 µm, 60 ± 15 µm ve 100 ± 9 µm'dir.

Tablo 2.1 İçi boş seramik mikroküre kimyasal bileşimi (%ağ.)

İçi Boş Seramik Mikroküre (HCM 100) Kimyasal Bileşim	**%ağ.**
SiO_2	61 ± 5
Al_2O_3	35 ± 2
Fe_2O_3	<2
TiO_2	<1,5

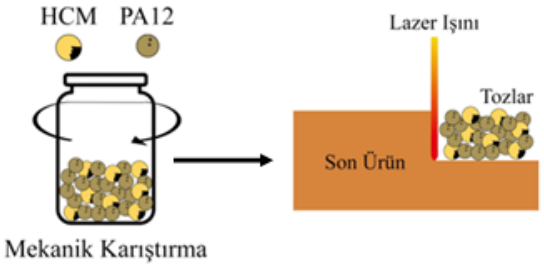
2.2 Üretim Yöntemi

Seçici lazer sinterleme (SLS) ile numune üretimi ALUTEAM bünyesindeki EOS Firmasının FORMIGA P 110 Velocis cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.1'de lazer tipi CO_2 ve lazer gücü 30 W olan P 110 cihazı ve döner karıştırıcı verilmiştir. Ayrıca cihazın boyutları 1320x1067x2204 mm^3'tür. Kompozitlerin hazırlanmasında kuru mekanik karıştırma yöntemi kullanılmış ve kompozit karışımlar döner tamburla hazırlanmıştır. 60 ila 120 mikronluk katman yüksekliğine sahip SLS cihazı kullanılarak; PA 11 ve PA 12 matrisli, HCM takviyeli kompozit malzemeler üretilmiştir. Takviye oranı ağırlıkça %10 ve %20 olarak belirlenmiştir. Ayrıca SLS üretim sürecindeki parametreler değiştirilerek,

takviye oranıyla birlikte üretim parametrelerinin de malzeme özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Şekil 2.2'de mekanik dönen kuru karıştırıcı ile son ürün oluşumundaki imalatın şematik hali gösterilmiştir.



Şekil 2.1 EOS FORMIGA P110 polimer eklemeli imalat cihazı ve dönen karıştırıcı



Şekil 2.2 Mekanik karıştırıcı ve lazerin malzemeyi işlemesinin şematik gösterimi

ISO ve ASTM uluslararası test standartlarına göre katkısız PA 11 ve PA 12 ile PA 11 ve PA 12 matrisli kompozitlerin çekme, eğme ve çentik darbe numuneleri üretilmiştir. Tablo 2.2'de mekanik test numunelerinin üretimi için kullanılan üretim parametreleri verilmiştir. Ayrıca parametre çalışmaları sonucunda. Enerji yoğunluğunun (ED) hesaplanması (2.1) eşitliğinde gösterilmiştir. Enerji yoğunluğu (J/mm^2), lazer gücü (W), lazer tarama hızı (mm/s) ve tarama mesafesi (mm) sırasıyla, ED, P, v ve h değişkenleriyle temsil edilir. ED değerinin hesaplamasında katman kalınlığı dikkate alındığında ED birimi J/mm^3 olacaktır. HCM ile takviye

edilmiş PA 11 ve PA 12 polimerleri, 0,0300 ve 0,0500 J/mm^2 arasında farklı enerji yoğunluklarında ve tarama mesafelerinde SLS yöntemi kullanılarak oluşturulmuştur. Parametre çalışması için numunelerin tarama mesafeleri sırasıyla 0,25 mm seçilmiştir. Her parametrenin lazer gücü 21 W olarak belirlenmiştir. Tüm parametre denemelerinden sonra mekanik test numuneleri optimum sıcaklık ve optimum işleme parametreleri ile üretilmiştir. Katkısız PA 11 üretimi için sıcaklık 185 °C ve PA 11-10 HCM ve PA 11-20 HCM kompozit numuneleri için optimum işleme sıcaklığı 183 °C olarak seçilmiştir. PA 11-10 HCM ve PA 11- 20 HCM sırasıyla HCM katkılı PA 11 kompozit yapılarının ağırlıkça %10 ve %20'sini temsil etmektedir. Üretim de katkısız PA 12 için üretim odası ve çıkarma odası sıcaklıkları sırasıyla 170 °C ve 152 °C olarak seçilmiştir. PA 12-10 HCM ve PA 12-20 HCM kompozit yapıları için optimum işleme sıcaklığı 173 °C seçilmiştir. PA 12-10 HCM ve PA 12- 20 HCM sırasıyla HCM katkılı PA 12 kompozit yapılarının ağırlıkça %10 ve %20'sini temsil etmektedir.

$$ED = \frac{P}{v * h} \tag{2.1}$$

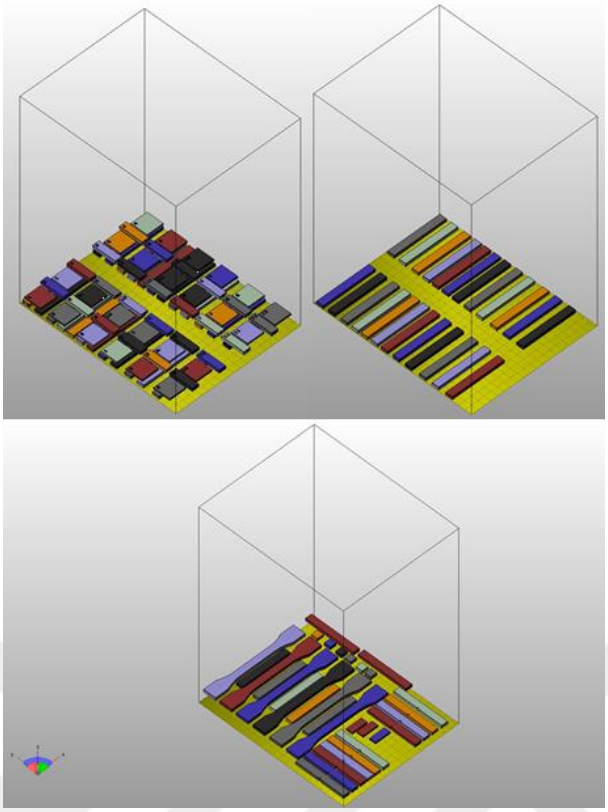
Tablo 2.2 Fiziksel ve mekanik test numunelerin üretimi için kullanılan üretim parametreleri

Numune Adı	**Lazer Gücü (W)**	**Tarama Hızı (mm/s)**	**Tarama Aralığı (mm)**	**Enerji Yoğunluğu (J/mm^2)**
1-2	21	2800	0,25	0,0300
1-4	21	1680	0,25	0,0500

Tablo 2.3'te parametre çalışmaları için seçilmiş olan 12 farklı parametre denemesinin değerleri verilmiştir. Şekil 2.3'te ise mekanik test numunelerinin üretimi için tasarlanan numunelerinin üretim hattına yerleşimi gösterilmiştir.

Tablo 2.3 Parametre çalışması için kullanılan 12 farklı üretim parametresi

Numune Adı	**Lazer Gücü (W)**	**Tarama Hızı (mm/s)**	**Tarama Aralığı (mm)**	**Enerji Yoğunluğu (J/mm^2)**
1	21	4665	0,15	0,0300
2	21	3500	0,20	0,0300
3	21	2800	0,25	0,0300
4	22	4885	0,15	0,0300
5	22	3670	0,20	0,0300
6	22	2935	0,25	0,0300
7	21	2800	0,15	0,0500
8	21	2100	0,20	0,0500
9	21	1680	0,25	0,0500
10	22	2935	0,15	0,0500
11	22	2200	0,20	0,0500
12	22	1760	0,25	0,0500



Şekil 2.3 Parametre çalışması ve mekanik test numunelerinin üretim hattı plan çizimi

2.3 Karakterizasyon Yöntemi

Bu çalışma iki farklı karakterizasyon kategorisini kapsamaktadır: Seçici lazer sinterleme işleminden önce gerçekleştirilen toz karakterizasyonu ve SLS işleminden sonra gerçekleştirilen sinterlenmiş parça karakterizasyonları.

2.3.1 Toz Karakterizasyonları

2.3.1.1 Partikül Boyutu Analizi

Partikül boyutu analizleri PA 11, PA 12 ve katkı malzemesi olarak kullanılan içi boş seramik mikroküre (HCM) tozları için yapılmıştır. Testlerin tamamı SOCAR ARGE bünyesinde geliştirilen IMCUBE partikül boyutu dağılımı cihazıyla gerçekleştirilmiştir.

2.3.1.2 Mikroyapı Analizi

ALUTEAM'de bulunan Hitachi SU3500 T2 SEM (taramalı elektron mikroskobu) ile SLS işleminden önce tozların mikroyapısı incelenmiştir. Hem katkısız polimer tozlarının yapısı hem de katkı olarak kullanılmış içi boş seramik mikrokürelerinin

yapısı analiz edilmiştir. Şekil 2.4'te analiz için kullanılmış olan SEM cihazı gösterilmektedir.

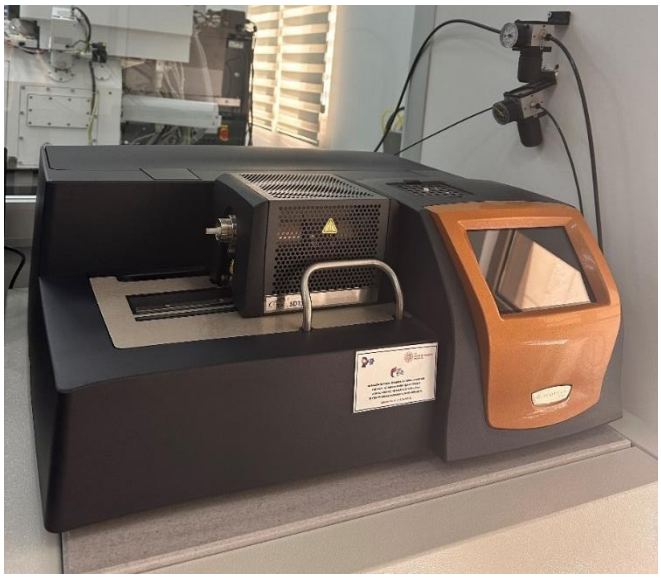


Şekil 2.4 SU3500 T2 taramalı elektron mikroskobu

2.3.1.3 Termal Analiz

Tozun karakterizasyonu için ALUTEAM'de bulunan TA Instruments marka SDT-650 simultane termal analiz (TGA, DSC) cihazı kullanılmıştır. PA 11, PA 12 ve HCM 100 katkılı polimer matrisli kompozit tozlarının ergime ve kristalleşme sıcaklıklarını ve çeşitli kombinasyonlarını belirlemek için DSC analiziyle (DIN EN ISO 11,357 (ISO 11357-1:2016, 03.11.) sinterleme pencereleri belirlenmiştir. TGA analizi, oda sıcaklığından 800 °C'ye kadar 20 °C/dk ısıtılarak, DSC analizleri 300 °C'ye kadar 10 °C/dk ısıtılarak, sonrasında 5 °C/dk ile 50 °C'ye kadar soğutularak gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme penceresi aralığının belirlenmesi için kristalleşme sıcaklıkları ve ergime sıcaklıkları DSC analizi kullanılarak tespit edilmiştir. Sinterleme penceresi aralığı hesaplanarak ideal lazer işleme parametrelerini ve işleme sıcaklığı aralığını belirlenmesinde DSC eğrileri kullanılmıştır. Şekil 2.5'te TGA ve DSC termogramları için kullanılmış olan TA Instruments cihazı gösterilmiştir.



Şekil 2.5 TGA-DSC simultane ölçüm cihazı

2.3.1.4 Ergiyik Akış İndeksi Analizi

Ergiyik akış indeksi analizinin yapılması için MFI cihazı kullanılarak malzemelerin akış davranışları incelenmiştir. Temel bir polimer malzemenin akışını belirlemek için kullanılan MFI cihazı Şekil 2.6'da gösterilmiştir. Cihaz test yükü, piston çubuğu, temizleme çubukları, tungsten karbürden oluşan kılcal kalıp ve enjektörden oluşmaktadır. Testten önce cihazın temizliği yapılır. Bu işlem temizleme çubukları ve temizleme bezi kullanılarak yapılmıştır. Temizleme bittikten sonra, belirlenen miktardaki toz sisteme yüklenmiş. Her kesim işleminden sonra numune hassas tartıyla tartılarak sisteme girilmiştir. Ergiyik akış oranı ve ergiyik akış hacim oranı cihaz tarafından otomatik olarak hesaplanır. İşlenmemiş bir PA 12'nin MFI değeri yaklaşık 40-50 g/10 dk arasındadır. Toz üretim işlemlerinde kullanıldıkça bu değer de düşmektedir. MFI değeri PA 12 için 18 g/10 dk'nın altına düştüğü zaman artık toz kullanılamaz hale gelmektedir. MFI kullanımı kolay bir analiz yöntemidir. Bu nedenle lazer sinterleme işlemine maruz kalmış polimerlerde sıklıkla kullanılır. Elde edilen sonuçlar kullanılacak polimer tozunun kalitesini ve reolojik özelliklerini vermektedir. MFI test sonucunda oluşturulacak değerler (2.2) eşitliği yardımıyla bulunmuştur.

$$MFI = \frac{600 x Polimerin\ Kütlesi}{Polimerin\ Çıkış\ Zamanı} \tag{2.2}$$



Şekil 2.6 MFI ölçüm cihazı

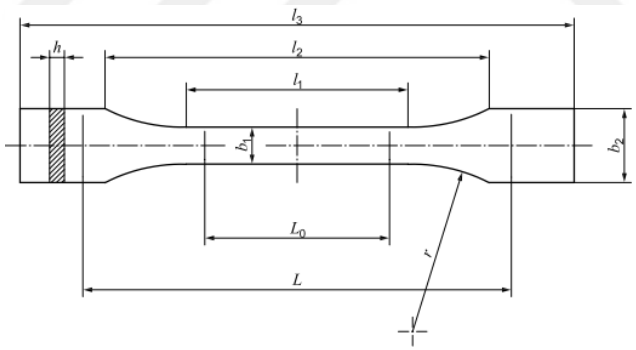
2.3.2 Sinterlenmiş Numune Karakterizasyonları

2.3.2.1 Mekanik Testler

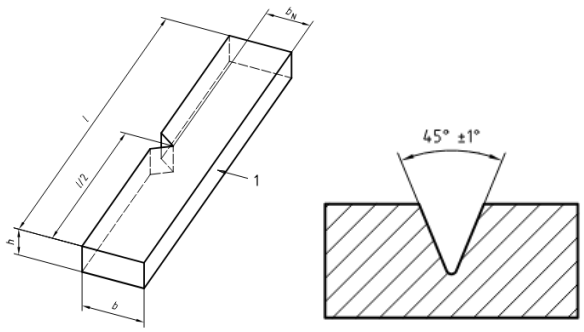
Toz karakterizasyonlarından sonraki aşama SLS yöntemiyle üretilmiş numunelerin analizidir. Bunun için farklı parametrelerle üretilen malzemelerin özelliklerini belirlemek amacıyla çekme testi 5 mm/dk hızla ve ISO 527-2:2012/1B standardına göre, üç nokta eğme testi 2 mm/dk hızla ve ISO 178:2019 standardına uygun olarak, Charpy çentik darbe testi ise ISO 179-1:2020; ISO 180:2019 standardına uygun olarak yapılmıştır. Çekme ve eğme deneyleri her bir parametre için 5 tekrarlı, çentik darbe deneyi ise her bir parametre için 8 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Çekme ve çentik darbe testi numunelerinin teknik resim çizimleri sırasıyla Şekil 2.7 ile Şekil 2.8'de verilmiştir. Ayrıca, çekme numunesi için spesifik boyutlandırma Tablo 2.4'te gösterilmiştir.

Tablo 2.4 Çekme numunesi boyutlandırılması

	Örnek Türü	**1B (mm)**
l_3	Tüm uzunluk	≥150
l_1	Dar paralel kenarlı kısmın uzunluğu	60 ± 0,5
r	Radyus	60 ± 0,5
l_2	Geniş paralel kenarlı kısımlar arasındaki mesafe	108 ± 1,6
b_2	Uçlarda genişlik	20 ± 0,2
b_1	Dar kısımda genişlik	10 ± 0,2
h	Tercih edilen kalınlık	4 ± 0,2
l_0	Gösterge uzunluğu (tercih edilen)	50 ± 0,5
l	Çeneler arasındaki ilk mesafe	115 ± 1



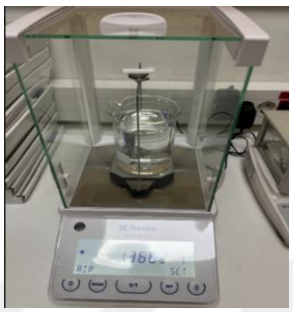
Şekil 2.7 Çekme testi numunesinin teknik resim çizimi



Şekil 2.8 Charpy çentik darbe testi numunesinin teknik resim çizimleri

2.3.2.2 Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenmiş numunelerde yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümleri Archimedes prensibine göre gerçekleştirilmiş ve ölçümlerde Şekil 2.9'da verilmiş olan Precisa XB 220A yoğunluk ölçüm kitine sahip olan hassas terazi kullanılmıştır. Farklı parametreler ile üretilmiş olan katkısız PA 11 ve PA 12 numuneleriyle farklı yüzdelerde katkılandırılmış kompozit numunelerin yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.9 Yoğunluk ölçüm cihazı

2.3.2.3 Mikroyapı Analizi

Sinterlenmiş numunelerin SLS ile üretimi ardından yapılan mekanik testler sonrasında kırılma yüzeyleri incelenmiştir. Kırılma yüzeyi incelemelerinde Şekil 2.10'da verilen Helios 5CX model taramalı elektron mikroskobu (FiB-SEM) kullanılmıştır. Katkısız polimer malzemeler ile polimer matrisli kompozitlerin FİB-SEM analizi öncesinde, her bir numune 2 mbar basınç ve 2 dakika süreyle altın kaplanmış ve numune üzerinde bakır tel ile iletkenlik köprüsü kurulmuştur. Kaplamanın yapılmış olduğu cihaz Şekil 2.11'de verilmiştir.



Şekil 2.10 Helios 5CX FIB-SEM cihazı

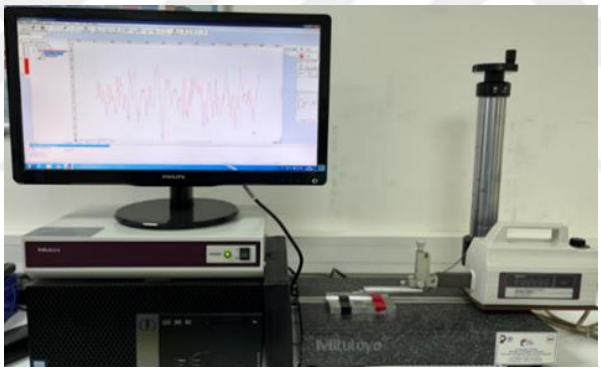


Şekil 2.11 Altın kaplama cihazı

2.3.2.4 Tribolojik Testler

- **Yüzey Pürüzlülüğü**

Çalışma içerisinde, sinterlenmiş numunelerin üretim sonrasında optimum olan parametreler seçilerek validasyon çalışmalarına yapılmıştır. Aşağıda Şekil 2.12'de optimizasyon çalışmalarında öncelikli olarak yapılan 2D yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı gösterilmiştir.



Şekil 2.12 2D pürüzlülük ölçüm cihazı

- **Aşınma Testi**

Aşınma testleri Türkyus marka aşınma cihazı (Şekil 2.13) yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Aşındırıcı olarak 6 mm çapındaki Al_2O_3 top kullanılmıştır. Numuneler 70 mm/sn aşınma hızında, 3 N yük ile gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri düşük ve yüksek enerji yoğunluğuyla üretilmiş olan tüm numunelere uygulanmıştır. Aşınma testlerinin tamamı 140 m kayma mesafesinde gerçekleştirilmiştir. Testler PA 11, PA 12 ve içi boş seramik katkılı kompozit numuneler için iki farklı parametrede üretilmiş aşınma numuneleri üzerinden gerçekleştirilmiştir. Kullanılan aşındırıcının özellikleri Tablo 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.13 Aşınma testi cihazı

Tablo 2.5 Aşınma testinde kullanılan aşındırıcın özellikleri

Özellikler	**Değer**
Saflık	%99,5
Çap	6 mm
Yoğunluk	3,86 g/cm^3
Sertlik	1410 HV

Aşınma testleri ASTM G99-17 standardına göre uygulanmış ve spesifik aşınma oranı aşağıdaki (2.3) eşitliği yardımıyla hesaplanmıştır.

$$Spesifik\ Aşınma\ Oranı\ (AO) = \frac{V}{D\ x\ F} \tag{2.3}$$

AO aşınma oranını, D kayma mesafesini (m) ve F ise test yükünü (N) temsil etmektedir. Aşınma testi sonucunda, özellikle aşınma davranışını incelemek amacıyla numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri alınmış ve aşınma mekanizmaları bu görüntüler üzerinden irdelenmiştir.

Şekil 2.14'te ZEISS Smartzoom 5 cihazı ile aşınma yüzeylerinin morfolojik yapısı, topografisini ve 3 boyutlu profilleri incelenmiştir. Ayrıca aşınma izlerinin derinlik ve genişlik analizleri tespit edilmiştir.



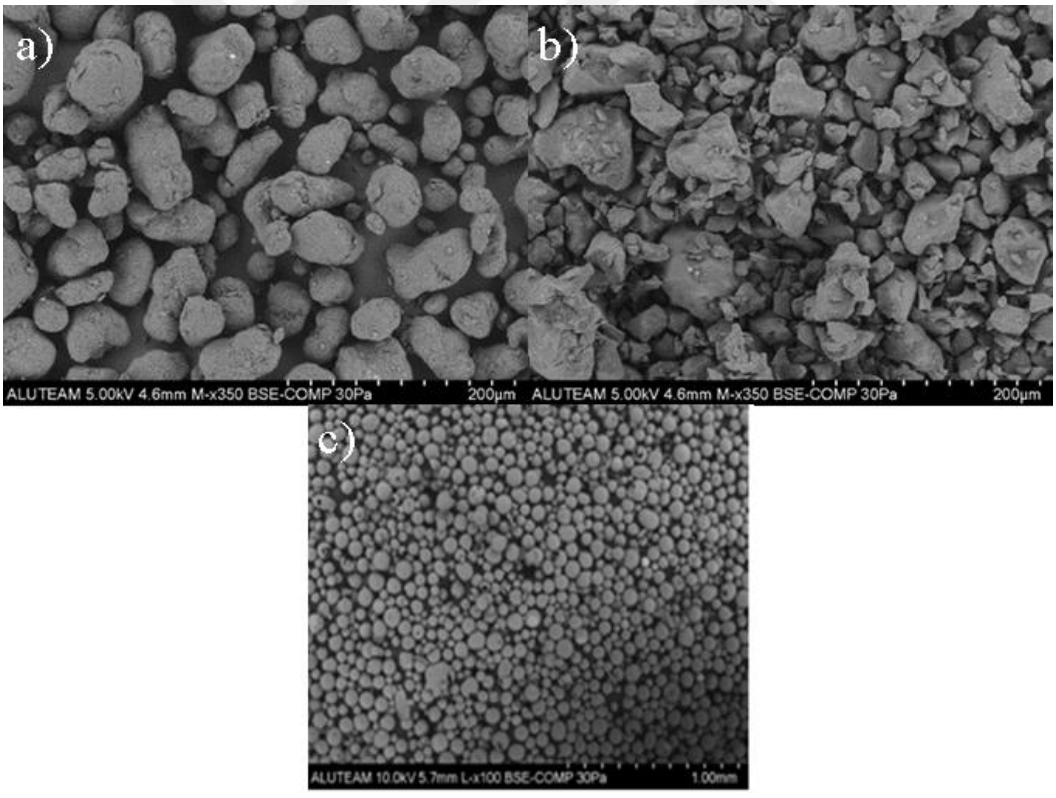
Şekil 2.14 ZEISS Smartzoom5 dijital mikroskop

3
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1 Toz Analizleri

3.1.1 Mikroyapı Analizleri

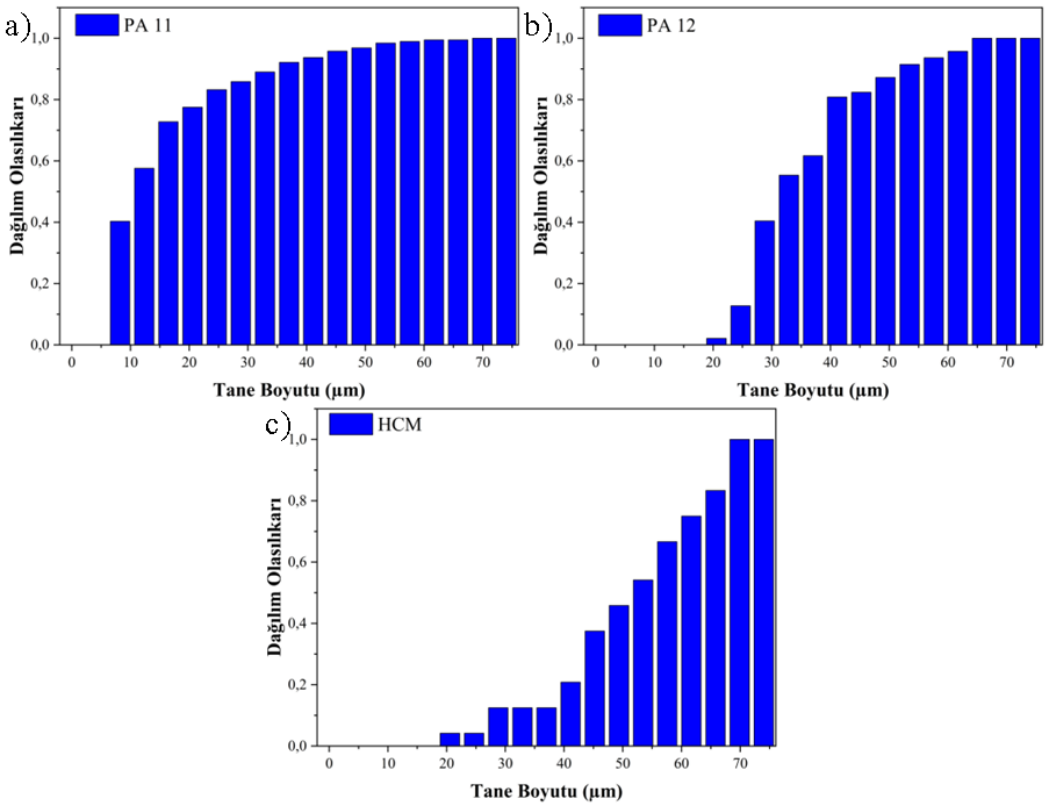
PA 11, PA 12 ve HCM tozlarının morfolojisi Şekil 3.1a ve c'de gösterilmiştir. Katkısız poliamid tozları düzensiz küresel bir şekle ve pürüzlü bir yüzeye sahiptir. Fakat Şekil 3.1c'de HCM'nin mikroyapısına baktığımızda daha pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu ve bu mikroyapı görüntüsüyle birlikte HCM tozlarının küresel ve boyutsal olarak homojene yakın dağılım gösterdikleri görülmüştür. SLS yöntemi minimum kesme akışı ve basınca sahip bir katmanlı üretim yöntemi olduğu için kompozit tozların yapı çerisinde homojen bir şekilde dağılmasını sağlanmıştır.



Şekil 3.1 Toz SEM analizleri a) PA 12 tozunun mikroyapısı, b) PA 11 tozunun mikroyapısı, c) İçi boş seramik mikrokürenin görüntüsü

3.1.2 Toz Boyutu Analizleri

SOCAR bünyesindeki IMCUBE partikül boyutu ile yapılmış partikül boyut dağılımları Şekil 3.2'teki gibidir. Şekil 3.2, PA 11, PA 12 ve HCM tozunun tane boyutu dağılımlarını göstermektedir. Partikül boyutu ve dağılımları incelendiğinde PA 11'nin 10 µm ile 70 µm arasında, PA 12'nin ise 25 µm ile 70 µm arasında boyutsal dağılıma sahip olduğu tespit edilmiştir. HCM tozunun ise 25 µm ile 70 µm arasında dağıldığı belirlenmiştir



Şekil 3.2 Partikül boyutu dağılım analizleri a) PA 11, b) PA 12 ve c) HCM

3.1.3 Termal Analizler

Sinterleme penceresi aralıkları, tüm karışımlar ile PA 11 ve PA 12'nin kendisi için kristalleşme ve ergime sıcaklıklarını tespit etmek amacıyla DSC analizleriyle (DIN EN ISO 11,357) belirlenmiştir. Yaklaşık 5 mg ağırlığındaki numuneler, ergime davranışını incelemek için 10 °C/dk ısıtma hızıyla 300 °C'ye ısıtılmıştır. Ardından katkısız polimer ve polimer kompozit karışımlarının kristalleşme davranışını gözlemlemek için 5 °C/dk hızıyla (azot atmosferi altında) oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Ayrıca, ergime ve kristalleşme başlangıç noktaları arasındaki sıcaklık farkı olan ΔT değerleri (2.4) eşitliğiyle hesaplanmış ve Tablo 3.1'de

verilmiştir. Bu değer, katkısız PA 11 ve PA 12 ile diğer tüm karışımlar için yaklaşık olarak aynıdır. Sonuçlar, PA 11 ve kompozitleri için 45-44,47 °C olduğu görülürken; PA 12 ve kompozitleri için 39,92-42,95 °C civarında değişmiştir. T_m piki ve T_m başlangıç değerleri, katkı maddesi içeriği arttığında düşük bir miktarda artmıştır. Ayrıca, T_c piki ve T_c başlangıç sıcaklıkları, HCM içeriği arttıkça, özellikle %20 HCM ilavesinde belirgin bir şekilde artmıştır.

$$\Delta T = Tm(başlangıç) - Tc(başlangıç) \tag{2.4}$$

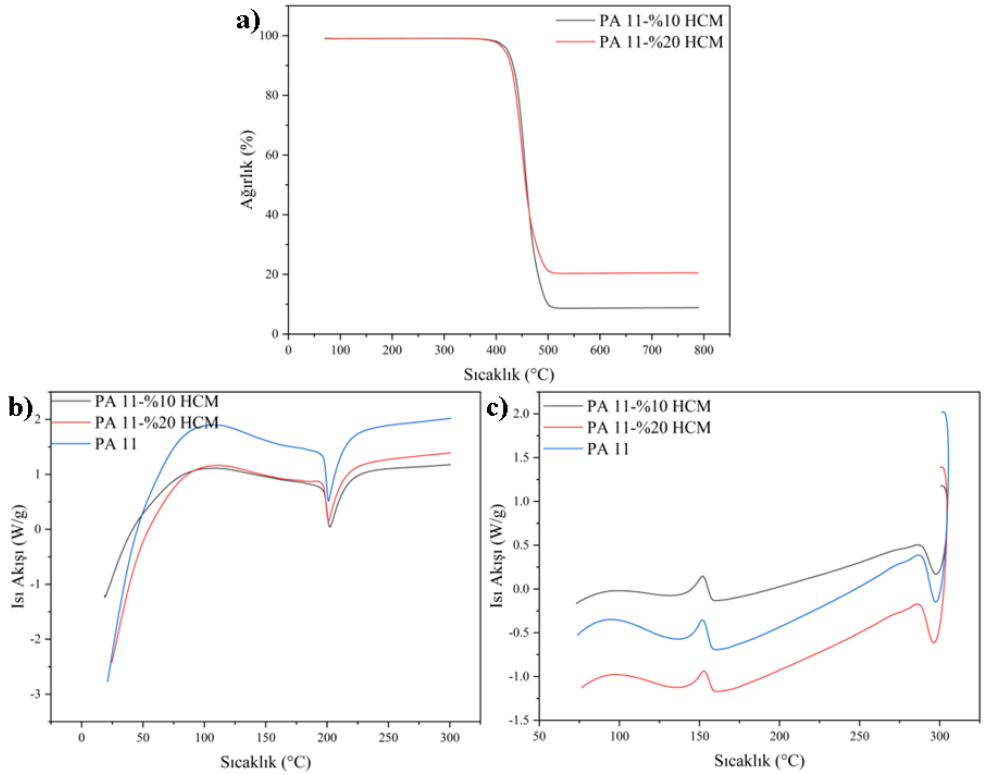
Tablo 3.1, katkısız PA 11, PA 12 ve tüm HCM katkılı karışımları için ergime (T_m piki) ve kristalleşme (T_c piki) sıcaklıklarını ve ergime (T_m başlangıcı) ve kristalleşme (T_c başlangıcı) başlangıç noktalarını göstermektedir.

Hazırlanan karışımların homojenliğini belirlemek için termogravimetrik analiz (TGA) testi yapılmıştır. TGA termogramları PA 11-%10 HCM, PA 11-%20 HCM, PA 12-%10 HCM ve PA 12-%20 HCM için TA Instruments SDT 650 termal analiz cihazı ile elde edilmiştir. TGA analizi 20 °C/dk ısıtma hızında 800 °C'ye kadar gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.3'te katkısız PA 11 ve PA 11 kompozitlerinin TGA ve DSC eğrileri ve Şekil 3.4'te katkısız PA 12 ve PA 12 kompozitlerinin TGA ve DSC eğrileri verilmiştir. Şekil 3.3a ve Şekil 3.4a'daki TGA termogramlarında siyah olarak gösterilen eğriler %10'luk katkılı yapıyı gösterirken, kırmızı renkteki eğriler %20'lik katkıyla üretilen yapılarını göstermektedir.

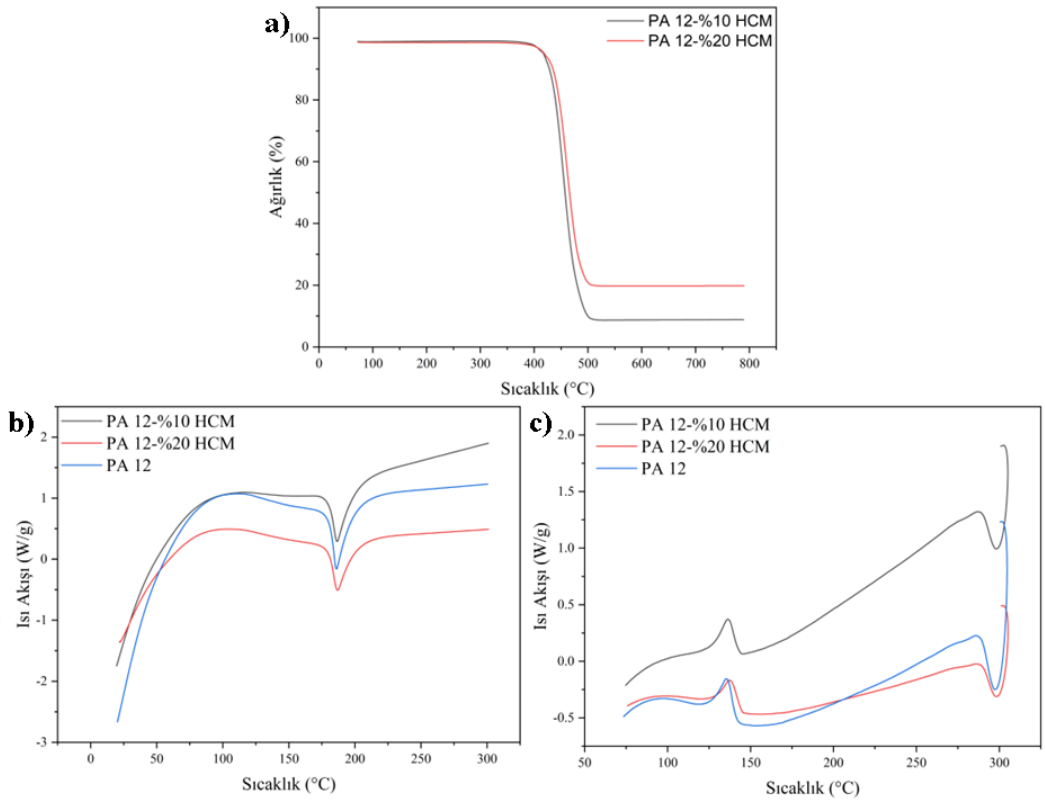
DSC sonuçlarına göre, kristalleşme sıcaklığının HCM ilavesi ve polimer matrisindeki artan HCM miktarıyla arttığı görülmüştür. Seramik küre katkıları çekirdek görevi görerek kristalleşme sıcaklığının daha yüksek sıcaklıklara ulaşmasına neden olmuştur. Bu nedenle, HCM katkılı kompozit numunelere daha yüksek enerji yoğunluğu değerleri ve üretim sıcaklıkları uygulamak gerekmiştir.

Tablo 3.1 Katkısız polimer tozların ve katkı ilave edilmiş polimer tozların ergime ve kristalleşme sıcaklıkları

Numune	$T_{m(başlangıç)}$ °C	$T_{c(başlangıç)}$ °C	$T_{m(pik)}$ °C	$T_{c(pik)}$ °C	ΔT °C
PA 11	197,07	152,07	201,23	156,95	45,00
PA 11-%10 HCM	196,76	152,07	201,23	157,09	44,69
PA 11-%20 HCM	197,08	152,61	202,33	157,72	44,47
PA 12	180,07	140,95	186,06	135,77	39,12
PA 12-%10 HCM	179,36	136,41	186,59	142,61	42,95
PA 12-%20 HCM	179,47	137,75	186,88	144,33	41,72



Şekil 3.3 a) %10 HCM ve %20 HCM katkılı PA 11'lerin TGA eğrisi, b ve c) PA 11 ve PA 11 kompozitlerinin ergime ve kristalleşme eğrileri

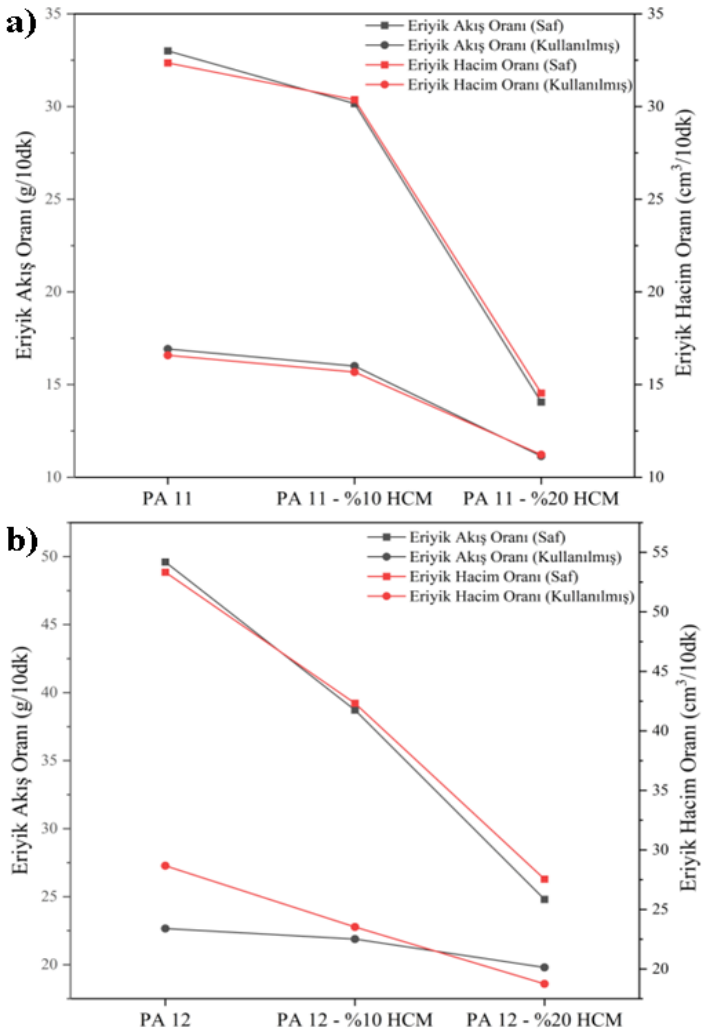


Şekil 3.4 a) %10 HCM ve %20 HCM katkılı PA 12'lerin TGA eğrisi, b ve c) PA 12 ve PA 12 kompozitlerinin ergime ve kristalleşme eğrileri

3.1.4 Ergiyik Akış İndeksi Analizi

SLS parametrelerini düzenlemek, üretim süreci boyunca güvenilir, yüksek kaliteli SLS numuneleri elde etmek için bir sistem sağlamak amacıyla hem sinterlenmiş hem de sinterlenmemiş tozun termal ve fiziksel özellikleri incelenmiştir. Sinterlenmemiş tozun yüksek sıcaklıklara ve uzun ısıtma sürelerine maruz kalması, hem katkısız PA 11 ve PA 12 hem de farklı oranlarda HCM katkısıyla oluşan kompozit yapıların ısıl olarak yaşlanmasında veya bozulmasında en etkili unsurlardır. MFI testleri hem üretim öncesi katkısız PA 11 ve PA 12 tozlarına hem de %10 ve %20 katkılı karışım tozlarına uygulanmıştır. Üretim sonrasında ısıya maruz kalmış tozlarla tekrar MFI testi gerçekleştirilmiştir. PA 11 ve kompozitleri için MFI sıcaklığı 220 °C ve piston ağırlığı 2,16 kg olarak seçilmiştir. PA 12 ve kompozitleri için ise MFI sıcaklığı 230 °C ve piston ağırlığı 2,16 kg seçilmiştir. Tüm testler için kesme süre aralığı standartlara göre 15 sn ve yükleme esnasındaki toz ağırlığı 6 gr olarak seçilmiştir. Tüm toz numuneleri MFI işleminden önce etüv fırında 70 °C'de 3 saat tutulmuş ve oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Yapılan testler sonucunda polimer tozuna yapılan seramik katkı ile birlikte MFI değerlerinin

de azaldığı görülmüştür. Şekil 3.5a'da, PA 11 ve HCM katkılı karışımı için üretim öncesi ve üretim sonrasında ısı maruz kalmış tozun ergiyik akış ve hacim oranları verilmiştir. Şekil 3.5b'de, PA 12 ve HCM katkılı karışımı için üretim öncesi ve üretim sonrasında ısı maruz kalmış tozun ergiyik akış ve hacim oranları verilmiştir. Hem ergiyik akış oranı hem de ergiyik hacim oranı katkı oranı artıkça beklendiği gibi azalmıştır. Ayrıca SLS işleminde kullanılan tozlara da MFI analizi uygulanmıştır. SLS işleminde tozlar 180 °C'ye ısıtılmış ve 180 dakika boyunca işlem görmüştür. İşlem görmüş tozların analiz sonuçları incelendiğinde MFI değerinin en çok katkısız PA 11 ve PA 12 numunelerinde düştüğü gözlemlenmiştir. Seramik katkının yüksek sıcaklık özelliklerinin poliamide göre daha yüksek olması nedeniyle; kompozit yapının aynı sıcaklık ve süre için viskozitenin daha kararlı olmasını sağlamıştır.



Şekil 3.5 MFR ve MVR test sonuç değerleri a) PA 11 ve PA 11/HCM kompozitleri ve b) PA 12 ve PA12/HCM kompozitleri

3.2 Sinterlenmiş Parça Analizleri

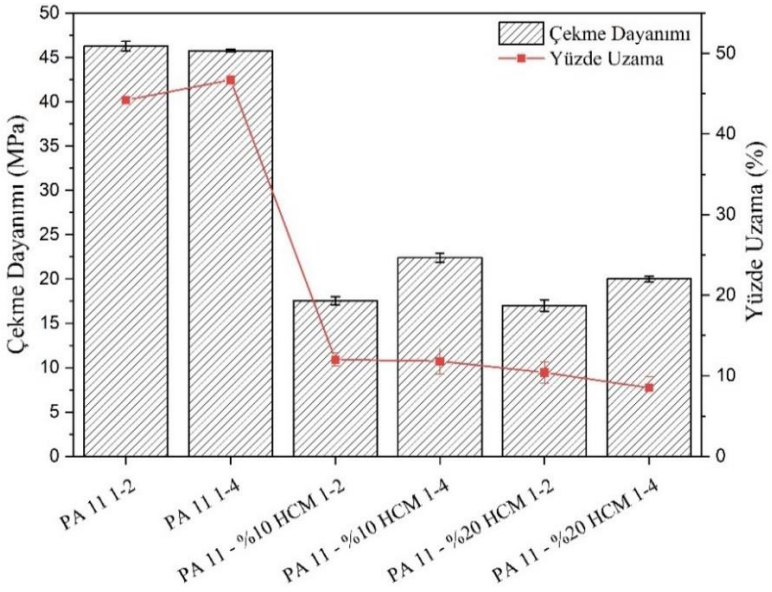
3.2.1 Mekanik Test Analizleri

Bu çalışmada, SLS katmanlı üretim yöntemi ile yoğunluğu azaltılmış HCM katkılı PA 11 ve PA 12 polimer kompozitlerinin üretilmiş ve üretilen sinterlenmiş numunelerin fiziksel ve mekanik özellikleri belirlenmiştir. SLS yönteminin üretim parametrelerini optimize etmek için farklı üretim koşulları ve değişken üretim parametreleri ayrıntılı olarak incelenmiştir. Daha sonra, fiziksel ve mekanik test numuneleri, malzeme ve yöntem bölümde verilen optimize edilmiş değerlerle üretilmiştir.

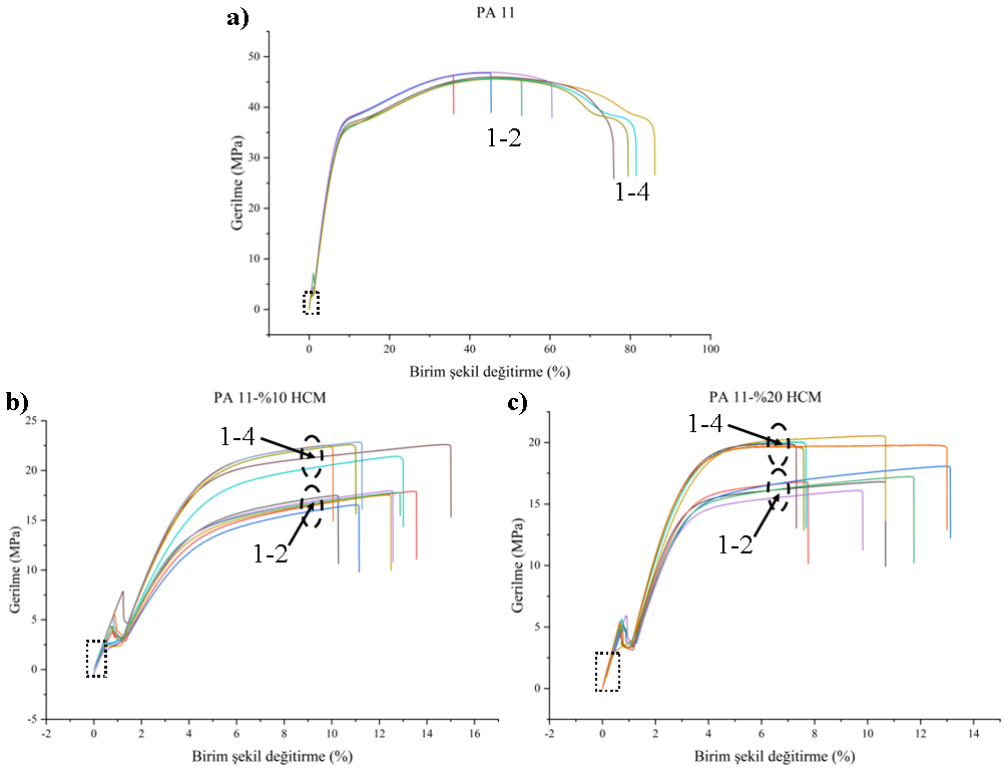
3.2.1.1 Çekme Testi

Sinterlenmiş PA 11 ve PA 11 kompozitlerin çekme testi sonuçları mekanik Şekil 3.6 ve Şekil 3.7'de gösterilmiştir. Katkısız PA 11 numuneleri için 1-2 ve 1-4 parametrelerinde çekme gerilmeleri sırasıyla 46,26 MPa ve 45,77 MPa olarak bulunmuştur. HCM katkısı yapılmış PA 11 numuneleri için çekme dayanımlarında oldukça yüksek bir düşüş görülmüştür. Katkısız PA 11 numunelerine göre %10-%20 HCM katkısı yapılmış PA 11 numuneleri, düşük ED değerleri için %60 azalırken, yüksek ED değerlerinde çekme gerilmesi %50 azalmıştır. Yüzde uzama değerleri ise çekme dayanımıyla birlikte azalmıştır. Katkısız PA 11 numunelere HCM katkı yapıldıkça uzama oranında %70-80'e kadar düşüş tespit edilmiştir. Katkısız PA 11 1-4 numunesi için %46 olan uzama oranı, %10 HCM katkısında %11,8 ve %20 HCM katkısıyla da %8,5'a kadar düşmüştür. Hem çekme dayanımı hem de yüzde uzaması için katkı oranı arttıkça düşüş artmış, fakat kompozit numuneler için ED değeri arttıkça mekanik değerlerdeki düşüş azalmıştır. Çekme dayanımındaki düşüşün sebebi kırılma yüzeylerinden alınmış olan mikroyapı görüntüleri ile detaylı olarak analiz edilmiştir. PA 11 numuneleri için Şekil 3.7'de verilmiş çekme diyagramlarına bakıldığında, katkısız PA 11'deki her iki parametre için çekme dayanımında gözle görülür bir değişikliğe rastlanmamıştır. Fakat HCM katkılı numunelerin çekme diyagramında, yüksek ED (1-4) parametresinde üretilmiş kompozit numunelerin çekme dayanımın daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu farkın ortaya çıkmasının ana sebebi, artan enerji yoğunluğuyla katkı maddesi olan seramik mikroküreleri polimer matrise bağlanmasının artması olduğu ifade edilebilir. Böylece arayüzey boşlukları azalarak dayanımın da buna

bağlı olarak arttığı görülmüştür. Yine kompozit numunelerden alınmış kırılma yüzeylerindeki mikroyapıyla, ED farkından doğan sinterlenme boşluk yüzeyleri tespit edilmiştir.

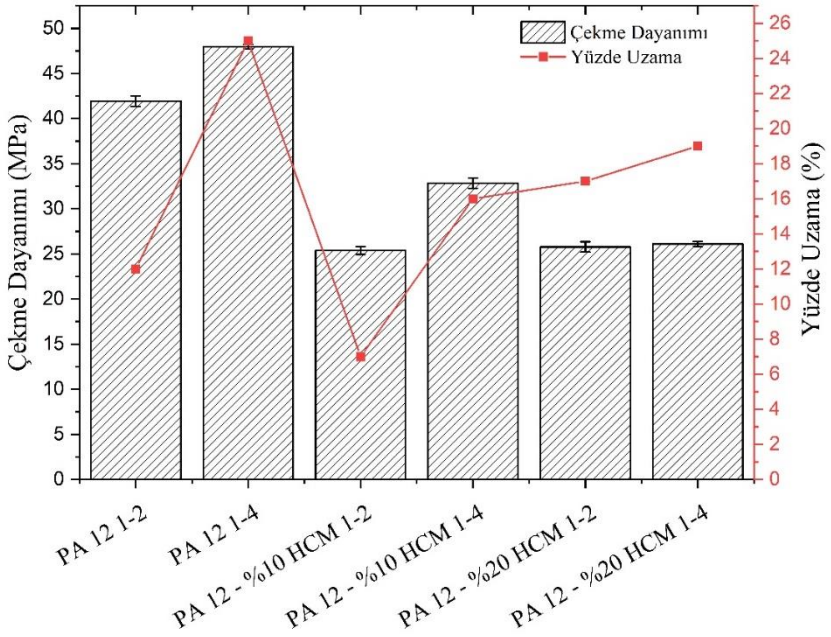


Şekil 3.6 Sinterlenmiş PA 11 ve PA 11 kompozit numunelerin çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri

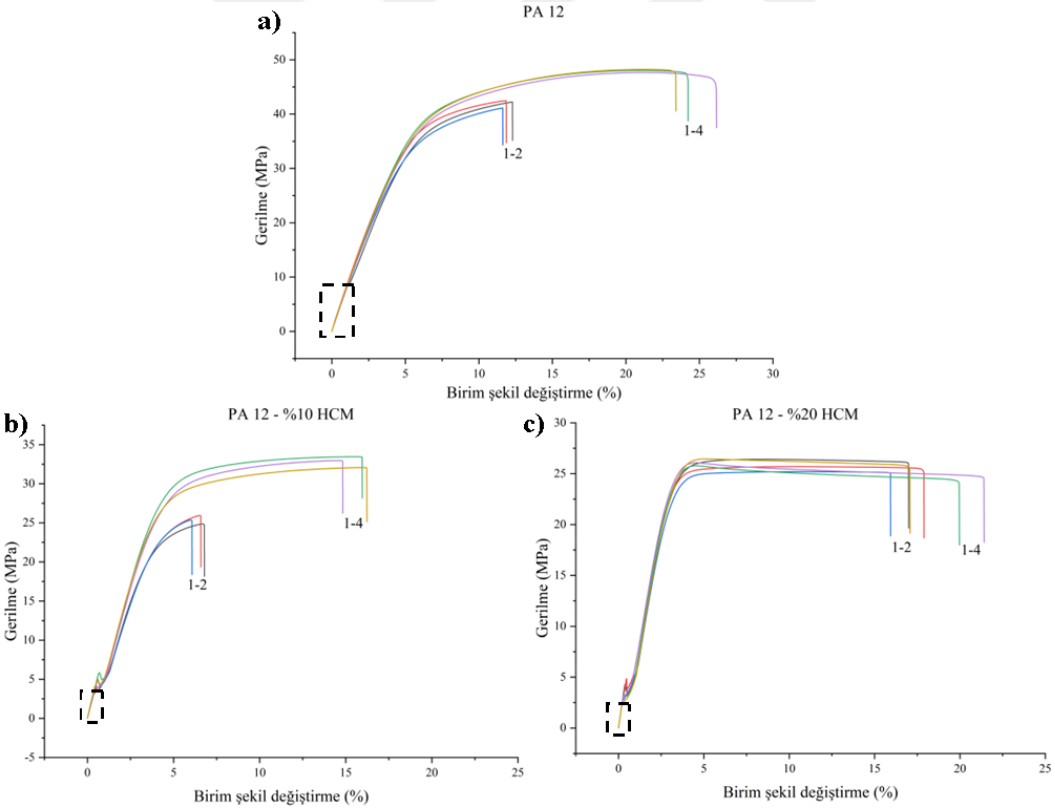


Şekil 3.7 Çekme grafiği ve elastik bölge a) katkısız PA 11, b) PA 11-%10 HCM ve c) PA 11-%20 HCM

Sinterlenmiş katkısız PA 12 ve PA 12/HCM kompozit numunelerin mekanik özellikleri Şekil 3.8'de gösterilmektedir. Yüksek enerji yoğunluğunda üretilmiş katkısız PA 12 numuneleri (1-4) için çekme dayanımı 48,07 MPa olarak bulunmuştur. HCM katkılı PA 12 kompoziti içinse bu değer 1-2 ve 1-4 parametreleri için sırasıyla 25 MPa ve 33 MPa olarak bulunmuştur. Katkısız PA 12 için 1-2 ve 1-4 parametrelerinde yüzde uzama değerleri sırasıyla, %12 ve %25 bulunmuştur. Üretim parametreleri için seçilmiş olan daha yüksek enerji yoğunluğu değerlerinde (1-4 parametresi), azalan enerji yoğunluğuna göre daha yüksek uzamaya sahip olduğu bulunmuştur. PA 12'ye %10 HCM ilavesiyle çekme dayanımında bir düşüş olmasına rağmen, birim şekil değiştirme polimer matrise eklenen HCM miktarı ile artmıştır. Çekme numunelerinden alınmış olan kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleriyle birlikte daha detaylı analizleri yapılmıştır. Üretim parametresinin daha yüksek değeri (1-4) kullanılarak, HCM katkısı %20 yapıldığında, %19'la kompozit numuneler arasındaki en yüksek uzamaya ulaşılmıştır. Şekil 3.9a'da, katkısız PA 12'nin farklı parametrelerdeki çekme grafiği, b'de %10 HCM katkılı PA 12'nin ve c'de %20 HCM katkılı PA 12'nin çekme grafiklerinin grafikleri verilmiştir. Çekme grafiklerine bakıldığında Şekil 3.8'deki sonuçlardan anlaşıldığı üzere birim şekil değiştirmenin enerji yoğunluğu parametresinin artmasıyla yükseldiği görülmüştür. Yine çekme grafikleri üzerinden bakıldığında en az dayanımı %20'lik HCM katkılı yapının gösterdiğini ve kendi içerisinde enerji yoğunluğu parametresinin değişmesiyle birlikte dayanım değerinde gözle görülür bir değişiklik sağlanmadığı gözlenmiştir.

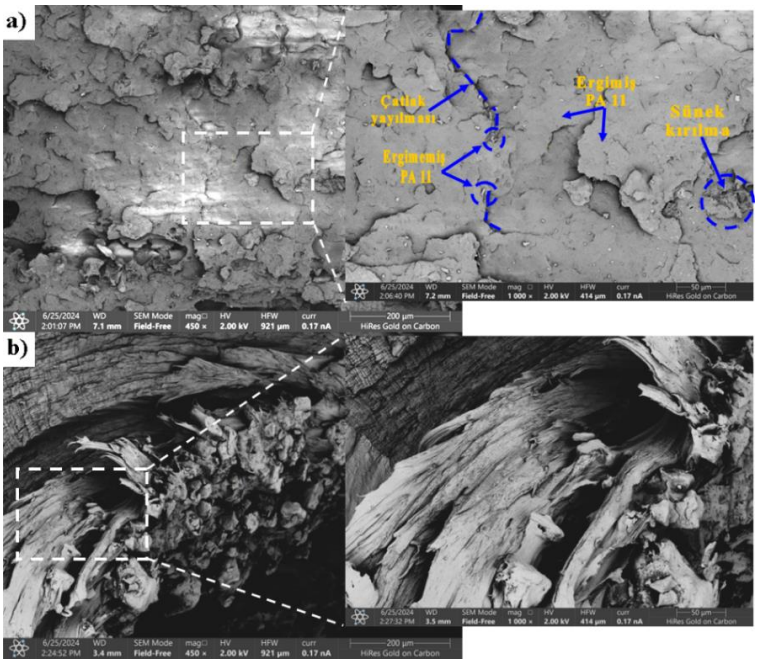


Şekil 3.8 Sinterlenmiş PA 12 ve PA 12/HCM kompozit numunelerin çekme dayanımı ve yüzde uzama değerleri



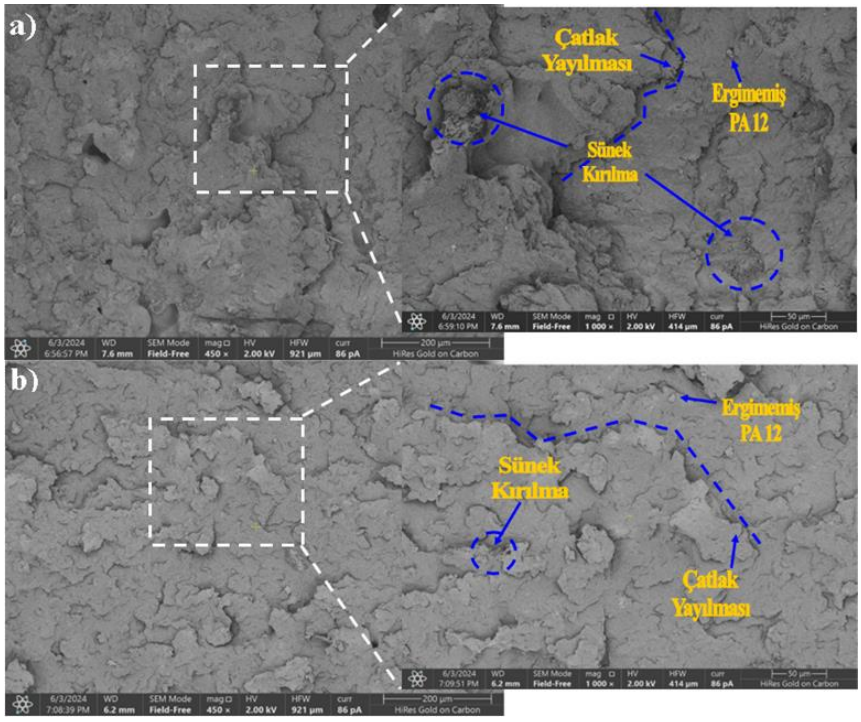
Şekil 3.9 Çekme grafiği ve elastik bölge a) katkısız PA 12, b) PA 12-%10 HCM ve c) PA 12-%20 HCM

Şekil 3.10'da SLS yöntemiyle üretilmiş PA 11 numunelerinin yüzeylerinin SEM görüntüleri verilmiştir. PA 11 1-2 parametresiyle üretilen numunenin mikroyapısında görüldüğü üzere ergimiş polimer matris yapısı içerisinde, ergimemiş PA 11 taneleri tespit edilmiştir. Şekil 3.10a'daki kırılma yüzeyinde, kırılma yüzeyine dik konumlanmış gevrek kırılma eğilimini gösteren çatlak oluşumları tespit edilmiştir. Özellikle polimer yapı içerisinde ergimemiş tozların varlığı, gevrek kırılma davranışının oluşumuna neden olmuştur. Ayrıca PA 11 1-2 numunesinde az da olsa sünek kırılma davranışını işaret eden kırılmalar da tespit edilmiştir. Şekil 3.10a'da, PA 11 1-2 yapısındaki ergimiş ve ergimemiş PA 11'nin farklı mekanik özelliklere sahip olduğu görülmüştür. Bu farklılıkla birlikte mikroyapı incelendiğinde PA 11 matrisindeki çatlak başlangıcının ergimemiş PA 11 tanelerinin matrise bağlantı noktasından başladığı ve buradan çatlağın yayıldığı gözlemlenmiştir. Şekil 3.10b'de PA 11 1-4 numunesi verilmiştir. 1-4 parametresiyle üretilmiş olan PA 11 numunesi için kırılma yüzeyinin mikroyapısı incelendiğinde mikroyapının tamamında çatlak büyümesi sırasında meydana gelen aşırı plastik deformasyon görülmüştür. SLS yönteminde kullanılan 1-4 parametresinin daha yüksek enerji yoğunluğuna sahip olması, PA 11 1-2 numunesinde ergimeyen tozların ergimesine neden olmuştur. Böylece gevrek kırılmayı tetikleyen yapı ortadan kaldırılarak PA11 1-4 numunesi plastik deformasyon göstererek sünek kırılmıştır.



Şekil 3.10 SEM görüntüleri a) katkısız PA 11 1-2 ve b) katkısız PA 11 1-4

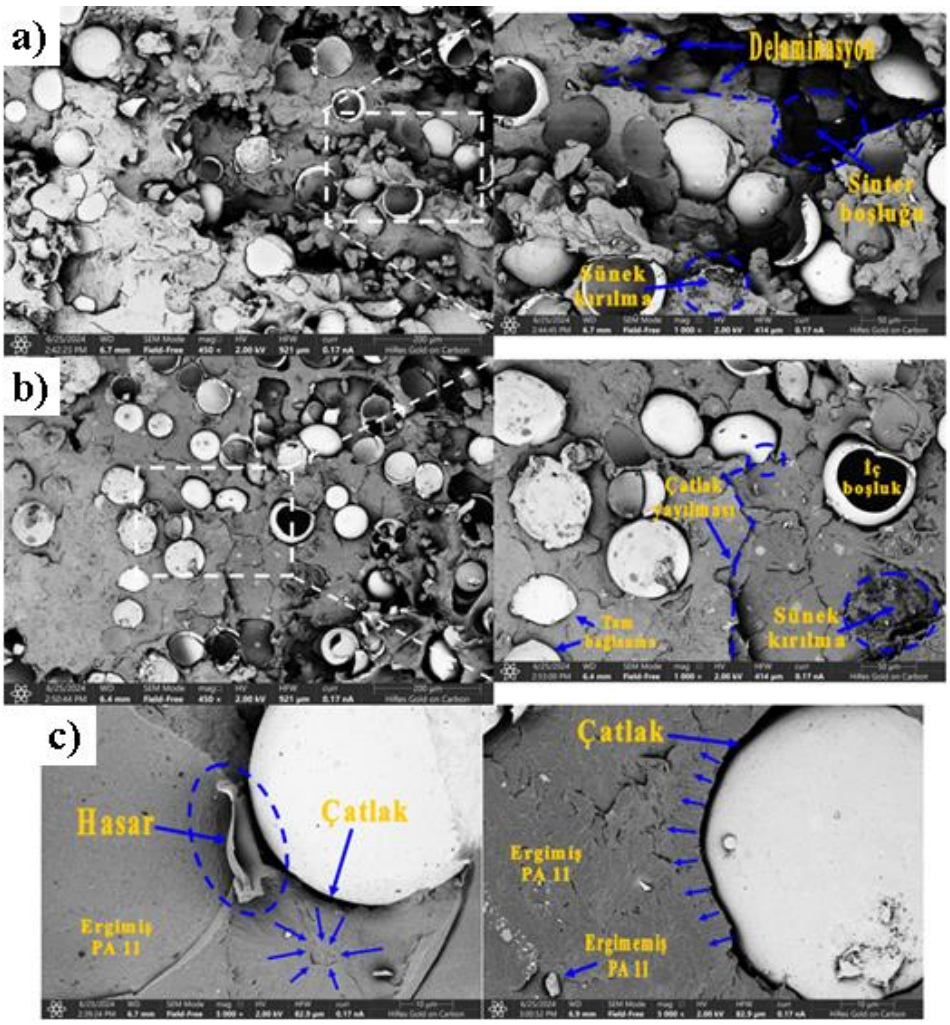
Şekil 3.11'de SLS yöntemiyle üretilmiş PA 12 numunelerinin yüzeylerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Her iki enerji yoğunluğu değeri için de yapı içerisinde ergimemiş tozların varlığı belirlenmiştir. Ancak enerji yoğunluğunun artmasıyla ergimemiş tozların azaldığı gözlemlenmiştir. PA 11'e benzer olarak enerji yoğunluğundaki artış yapıdaki ergimeyi de arttırmıştır. Şekil 3.11'de, SLS ile üretilen her iki numunenin de belirgin deformasyon olmaksızın gevrek kırılma özellikleri sergilediği görülmüştür. Ayrıca, kırılma yüzeylerinin tümü gerilme yönüne dik konumlanmıştır. Şekil 3.11a ve b, katkısız PA 12 numunesindeki çatlakların, çekme testi sırasında ergimiş PA 12 matrisi ile ergimemiş PA 12 tanelerinin arasındaki arayüzlerde oluştuğu ve buradan yayıldığı görülmüştür. Şekil 3.11'de her iki parametre için de sünek kırılma olarak işaretlenen bölgelerde çatlak büyümesi sırasında arayüzlerde meydana gelen plastik deformasyon görülmüştür. Bu, ergimiş PA 12 matrisinin ve ergimemiş PA 12 tanelerinin önemli ölçüde farklı mekanik özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Buna ek olarak, Şekil 3.11a ve b SLS yöntemiyle elde edilen katkısız PA 12 numunesinin gözeneksiz ve yoğun bir yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 3.11a ve b, katkısız PA 12 numunesinde çekme yüklemesi sırasındaki kırılmanın iki aşamaya ayrılabileceği belirlenmiştir. Bunlar, çatlağın oluşumu ve kararlı büyümesi ile hızlı bir çatlak yayılma aşamasıdır.



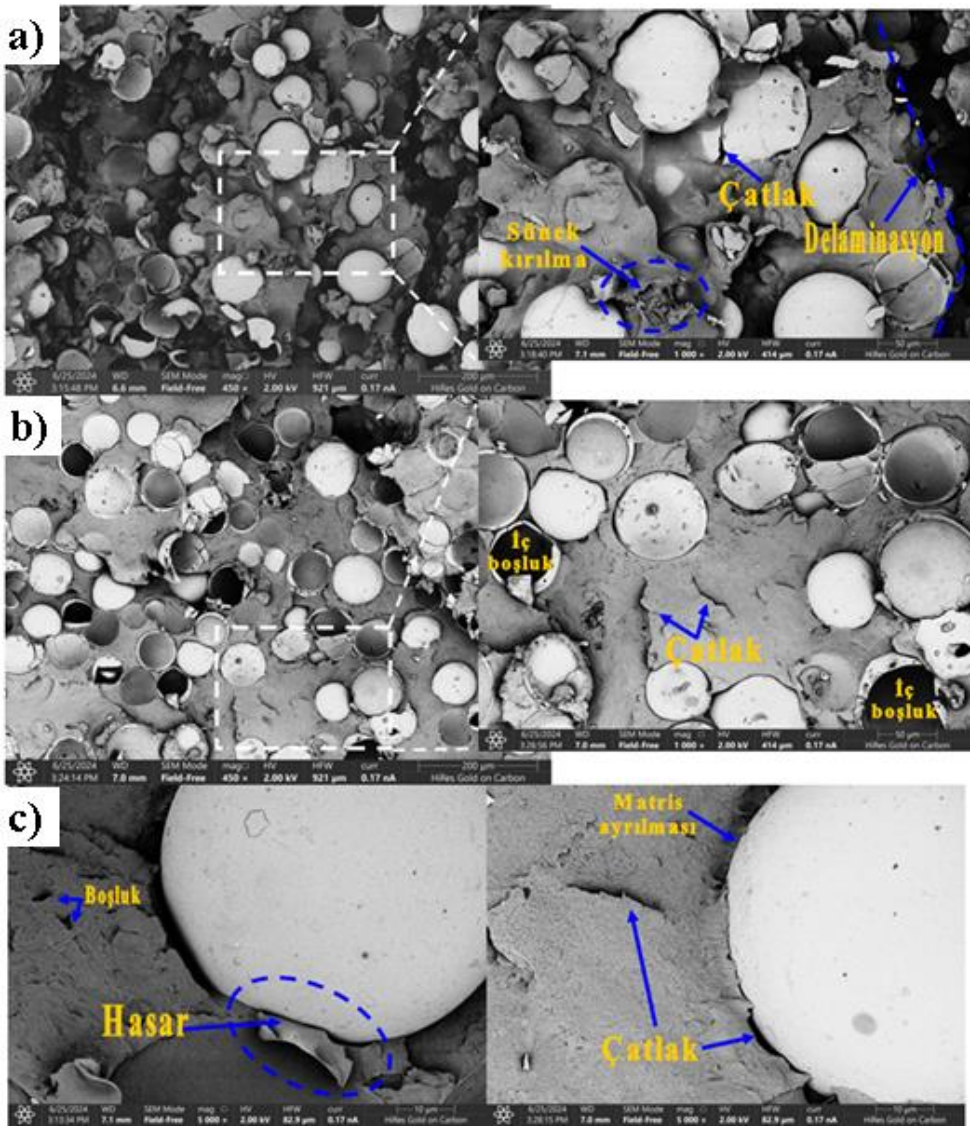
Şekil 3.11 SEM görüntüleri a) katkısız PA 12 1-2 ve b) katkısız PA 12 1-4

Şekil 3.12 ve Şekil 3.13 sırasıyla farklı parametre değerlerinde üretilmiş olan %10 HCM ve %20 HCM katkılı PA 11 numunelerinin kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.12a'da PA 11-%10 HCM 1-2 numunesinin kırılma yüzeyi verilmiştir. Burada SLS üretimi sırasında düşük ED parametresinin (0,0300 J/mm^2) kullanılmasıyla birlikte mikroyapı içerisinde sinter boşlukları gözlemlenmiştir. Şekil 3.12b'de aynı numunenin 0,0500 J/mm^2 ED değeri kullanılarak üretilen 1-4 numunesinin mikroyapısı verilmiştir. 1-2 parametresine göre yüksek ED değeri seçilmesiyle polimer matris sinterlenmesi ve HCM katkısının yapıya bağlantısı artmıştır. Şekil 3.6'da verilmiş olan çekme dayanımı değerlerine paralel olarak 1-2 parametresiyle üretilen kompozit numunelerin çekme dayanımı değerlerindeki düşüşün hem mikroyapı içindeki sinter boşlukları hem de partikül/matris bağlantısının görece 1-4 parametresine göre zayıf olmasından kaynaklandığı tespit edilmiştir. Aynı %10 katkıyla üretilen PA 11 numunelerinde gözlemlendiği gibi Şekil 3.13'teki 1-2 düşük ED parametresiyle üretilen PA 11 kompozit numunelerinin mikroyapılarında belirgin kırılma ve iç gözenekler görülmüştür. Bu da Şekil 3.6'daki PA 11-%20 1-2 kompozit yapısındaki çekme gerilmesindeki düşüşün sebebi olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca hem %10 hem de %20 HCM katkılı 1-2 parametresiyle üretilmiş mikroyapılarda içi boş seramik mikroküreleri polimer matris içerisinde tutunamayıp, matrisle daha zayıf bağlantı yaptığı tespit edilmiştir. Bunun da çekme dayanımı ve birim şekil değiştirmedeki düşüşün sebeplerinden biri olduğu görülmüştür. 1-2 parametresinin aksine 0,0500 J/mm^2 üretilmiş olan kompozit numunelerde (1-4 parametresi) bu durum görülmemiştir. Partikül/matris bağlantısı daha sağlam gerçekleşmiş ve yapı içerisindeki sinter boşluğu da azalmıştır. Böylece çekme dayanımı değerleri 1-2 parametresine göre daha yüksek elde edilmiştir. PA 11 kompozit numunelerinde içi boş seramik mikroküre katkıları, katkısız PA 11'lerdeki ergimemiş PA 11 tanelerin çatlak oluşumundaki rolünü üstlenmişlerdir. Kompozit numuneler katkısız PA 11'den farklı bir kırılma mekanizmasını temsil etmiştir. Bunun nedeni, HCM'lerin ve PA 11 matrisinin arayüzlerindeki bağlanma mukavemeti çok küçüktür ve çatlaklar arayüzlerden yayılmıştır, bu da HCM'ler ve PA 11 matrisi arasında ayrılmalara neden olmuştur. Şekil 3.12c ve Şekil 3.13c'de her iki orandaki katkının da 5000x büyütülmüş görüntüleri verilmiştir. Burada seramik mikroküreler ile polimer matris arayüzeyi kırılmadan önce önemli bir plastik deformasyona uğramış

ve matristen ayrılmıştır. Plastik deformasyonun ise 0,0500 J/mm^2 ED'de, 0,0300 J/mm^2 ED değerine göre daha az olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 3.12 Kompozit numunelerin kırılma yüzey görüntüleri a) PA 11-%10 HCM 1-2, b) PA 11-%10 HCM 1-4 ve c) 5000x büyütülmüş mikroyapı görüntüleri

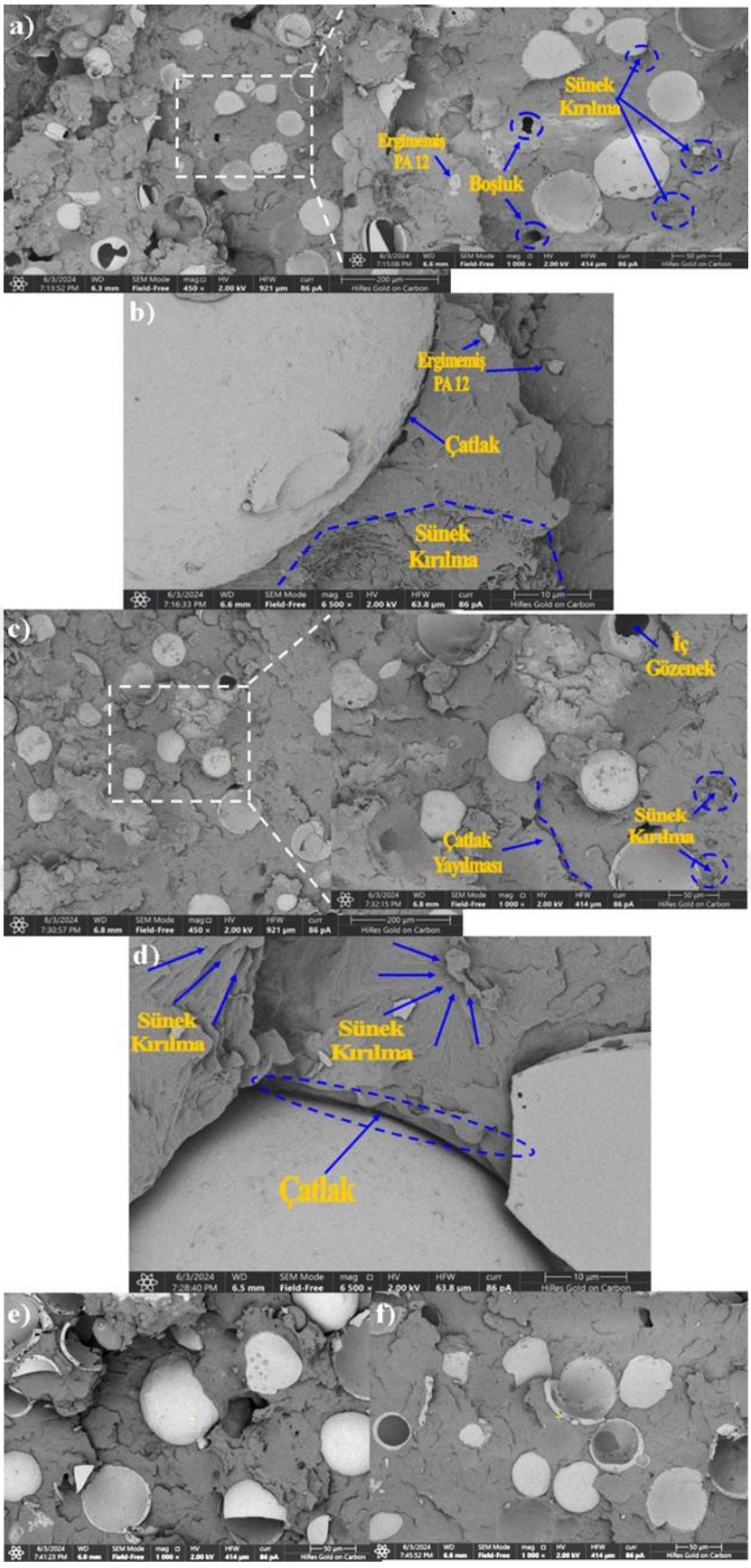


Şekil 3.13 Kompozit numunelerin kırılma yüzey görüntüleri a) PA 11-%20 HCM 1-2, b) PA 11-%20 HCM 1-4 ve c) 5000x büyütülmüş mikroyapı görüntüleri

Şekil 3.14a ve b'de %10 HCM katkısıyla düşük enerji yoğunluğunda (1-2) üretilen PA 12 kompozit numunesinin, Şekil 3.14c ve d'de %10 HCM katkıyla yüksek enerji yoğunluğunda (1-4) üretilen PA 12 kompozit numunesinin, Şekil 3.14e ve f'de aynı şekilde düşük ve yüksek enerji yoğunluğunda %20 HCM katkıyla üretilen PA 12 kompozit mikroyapıları verilmiştir. Şekil 3.14'te polimer matris içerisine dağılmış olan içi boş seramik mikrokürenin çekme testi sırasındaki kırılma davranışı verilmiştir. İçi boş seramik mikroküre katkıları, katkısız PA 12 numunesinin çatlak oluşum bölgesinde ergimemiş PA 12 tanelerinin oynadığı role eşdeğer bir rol oynamıştır (Şekil 3.14b ve d). Ancak bu durumda HCM yüzeyleri pürüzsüz olması nedeniyle PA 12 ile nispeten birleşmesinin zorlaştığı görülmüştür.

Bu nedenle, PA 12/HCM numunelerinde, HCM'ler ciddi bir gerilme konsantrasyonu etkisine yol açan küresel boşluklar olarak rol oynamıştır. Bu da arayüzler boyunca HCM yapılarından başlayan ilk çatlaklara ve PA 12 matrisinde çatlak büyümesine neden olmuştur. Şekil 3.14b ve d'de gösterildiği gibi, bir HCM etrafındaki PA 12 matrisi kırılmadan önce önemli plastik deformasyona uğramıştır. Bu durum katkısız PA 12 numunesinin ergimiş PA 12 matrisinde gözlenen deformasyona benzerlik göstermiştir (Şekil 3.11a). Kompozit numuneler katkısız PA 12'den farklı bir kırılma davranışı sergilemiştir. Çünkü HCM'lerin ve PA 12 matrisinin arayüzlerindeki bağlanma mukavemeti çok küçüktür. Çatlakların arayüzeyde çekirdeklenip, büyümüş olması HCM'ler ile PA 12 matrisi arasında ayrılmaya neden olmuştur. Buna bağlı olarak, uygulanan gerilim sadece PA 12 matrisine etki eder ve HCM'ler arasında bulunan PA 12 matrisi içinde bir gerilim konsantrasyonunun gelişmesine yol açmıştır. Bunun sonucu olarak da PA 12 matrisi içinde hızlı çatlak ilerlemesi gerçekleşmiştir. Bu nedenle, HCM'ler ve ergimiş PA 12 matrisi arasındaki arayüzeylerin çatlak büyümesinde esas rolü oynamış olduğunu ifade edilebilir. Seramik partiküllerin varlığı ve polimer matris ile HCM arayüzeyi oluşumu çekme dayanımı değerlerini düşürmüştür. Seramik esaslı katkının yapı içinde bulunması ve seramiklerin çekme yüklemeleri altında düşük dayanım göstermesi, malzemenin davranışını olumsuz etkilemiştir. Bununla birlikte ED'nin artışının poliamid partiküllerinin füzyonunu artırdığı ve gözenekliliği azalttığı Şekil 3.14'teki SEM görüntüleriyle desteklenmiştir. Böylece daha yüksek mekanik özelliklere sahip ve daha yoğun bir yapı üretilmesi mümkün olmuştur.

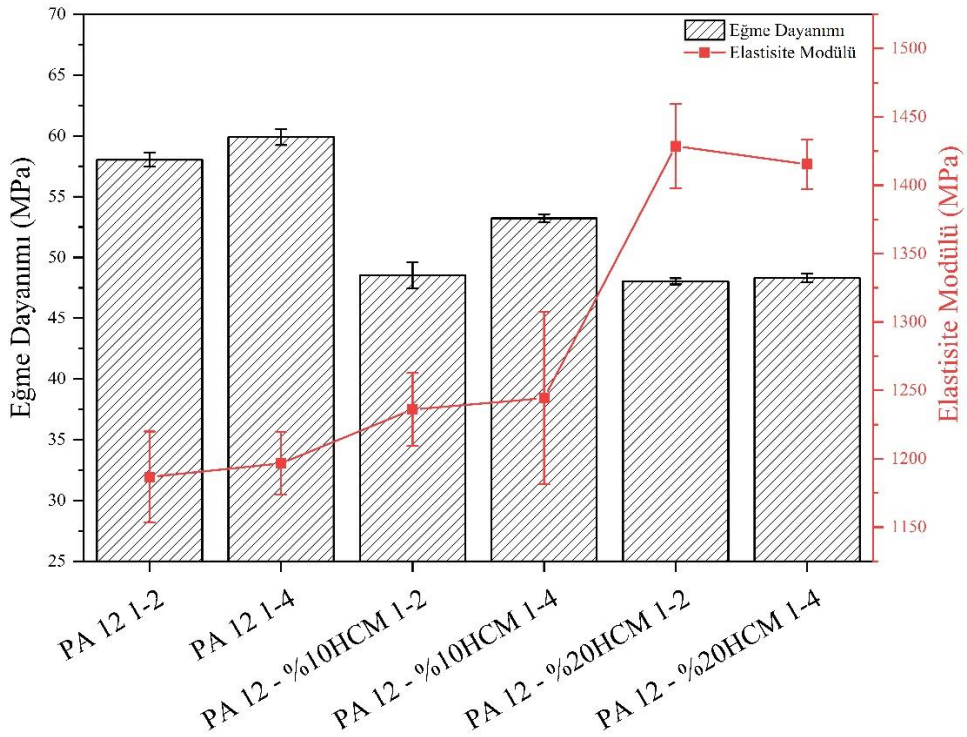
PA 11 ve PA 12 özelinde mekanik özelliklere bakıldığında, PA 12 polimerinin yapısında PA 11'e göre fazladan bir tane karbon atomu bulunmaktadır. Bu sayede PA 12 zincir yapısının hareket kabiliyeti PA 11'den daha fazladır. Bu da ergimenin PA 12'de daha kolay olmasını sağlamaktadır. Ayrıca yapıdaki bu hareketlilik kompozit numunelerinde katkı malzemesinin yapıya katılmasını kolaylaştırmıştır. Bu etkiyle birlikte içi boş seramik mikroküre yapıları PA 12 matrisine daha sağlam yapışma özelliği göstermiştir. Böylece PA 12 numunelerinden elde edilen mekanik özellik değerleri PA 11 numunelerine göre daha iyi özellikler gösterdiği ifade edilebilir.



Şekil 3.14 SEM görüntüleri a-b) PA 12 %10 HCM 1-2, c-d) PA 12 %10 HCM 1-4, e-f) PA 12 %20 HCM 1-2 ve PA 12 %20 HCM 1-4

3.2.1.2 Üç Nokta Eğme Testi

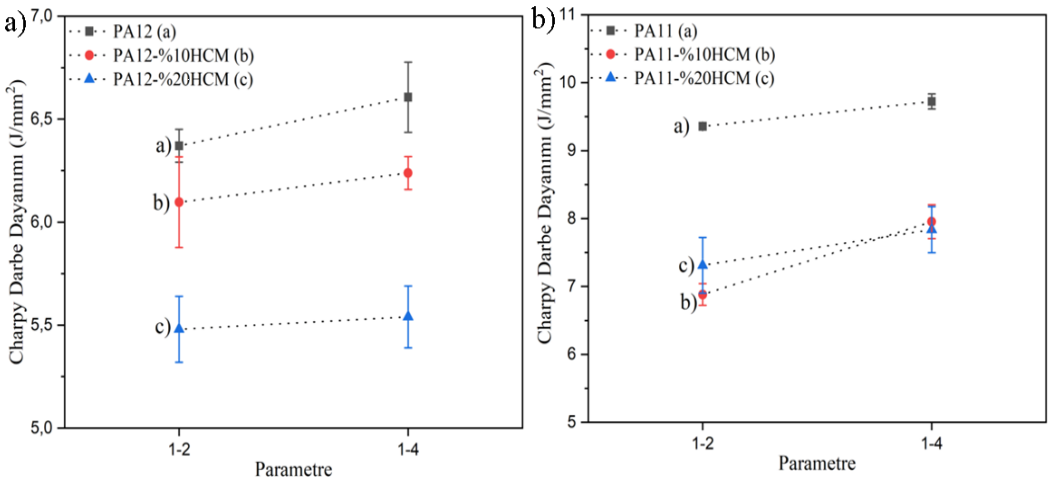
Şekil 3.15, katkısız PA 12 ve PA 12-HCM kompozit yapıların üç nokta eğme test sonuçlarını gösterilmiştir. Katkısız PA 12'nin üç nokta eğme testi sonuçlarının ortalama modül değeri, yüksek ve düşük parametreler için sırasıyla 1,19 GPa ve 1,18 GPa'dır. Ayrıca, eğme dayanımı değerleri de sırasıyla 59,91 MPa ve 58,03 MPa olduğu Şekil 3.15'te gösterilmiştir. Daha yüksek enerji yoğunluğu ile çalışmanın daha yüksek E-Modül ve eğme dayanımı gösterdiğini tespit edilmiştir. Artan HCM miktarı ile birlikte, %20 HCM takviyeli PA 12'de katkısız PA 12'ye kıyasla E-Modül daha yüksek değerlere ulaşmıştır. HCM katkılı PA 12 kompozit yapıların eğme dayanımları, %10 HCM katkılı PA 12'de küçük bir azalmanın yanı sıra, PA 12-10 HCM 1-2, PA 12-10 HCM 1-4 ve PA 12-20 HCM 1-2, PA 12-20 HCM 1-4 için sırasıyla 48,53 MPa-53,22 MPa ve 48,06 MPa-48,30 MPa olarak değişmiştir. Katkısız PA 12 sonuçlarındaki gibi katkılı PA 12 numunelerinde yüksek enerji yoğunluklarında (1-4) hem eğme dayanımında hem de E-modülde daha yüksek değerlere ulaştığı görülmüştür. Katkı miktarı ve eğme özelliklerinin oldukça benzer olması dikkat çekicidir, bu da eğme özelliklerinin kompozitin yoğunluğuna son derece bağlı olduğunu ortaya koymuştur.



Şekil 3.15 Sinterlenmiş PA 12 ve farklı katkı oranlarındaki kompozit numunelerin eğme testi sonucunda oluşan Eğme Dayanımı ve Elastisite Modülü değerleri

3.2.1.3 Charpy Çentik Darbe Testi

Charpy çentik darbe testi her bir katkısız PA 11 ve PA 12 numuneler ve iki farklı parametreyle (1-2 – 1-4) üretilmiş olan %10'luk ve %20'lik katkılı numuneler için uygulanmıştır. Test sonucunda elde edilen Charpy darbe dayanımı değerleri şekil 3.16'da verilmiştir. Şekil 3.16, PA 11 ve PA 12'nin kendisinin ve farklı miktarlarda HCM katkılı polimer kompozit yapıların Charpy çentik darbe testi sonuçlarını göstermektedir. Gerçekleştirilen testlerin sonuçlarına göre, çentikli Charpy darbe dayanımının %10 HCM katkısında düşük bir oranda değiştiği sonucuna varılmıştır. Ağırlıkça %10 HCM katkısıyla darbe dayanımı 6.24 J/mm^2'ye gelmektedir bu değer katkısız PA 12 için 6,61 J/mm^2'ye denk gelmiştir. Fakat %10-%20 HCM katkılı PA 11 yapıları için daha yüksek bir düşüş gözlemlenmiştir. Üretim parametresi özelinde incelendiğinde, önceki bölümlerde de olduğu gibi enerji yoğunluğu değerleri artıkça malzemelerin darbe dayanımı da buna bağlı olarak artığı gözlemlenmiştir ve bu artış malzemeye yapılan katkı oranı artıkça da devam ettiği gözlemlenmiştir.

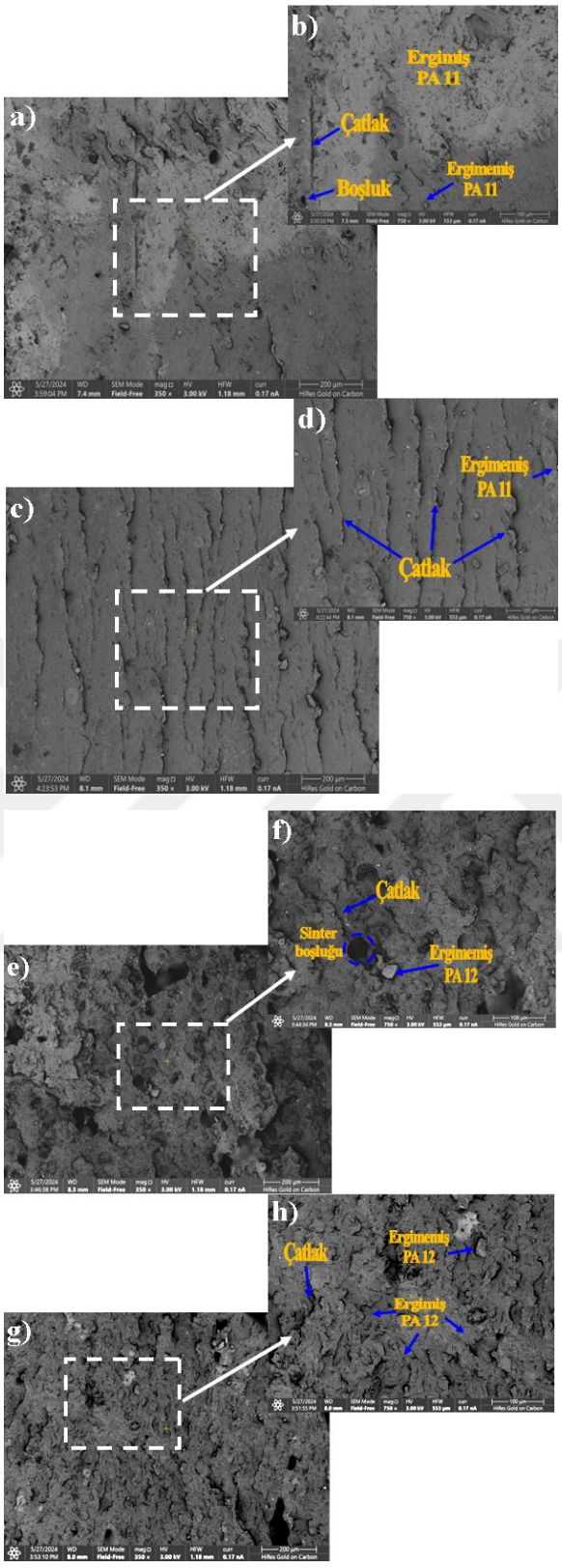


Şekil 3.16 Charpy çentik darbe testi parametrelere göre darbe dayanımları a) PA 12 ve %10-%20 HCM katkılı kompozit numuneleri ve b) PA 11 ve %10-%20 HCM katkılı kompozit numuneleri

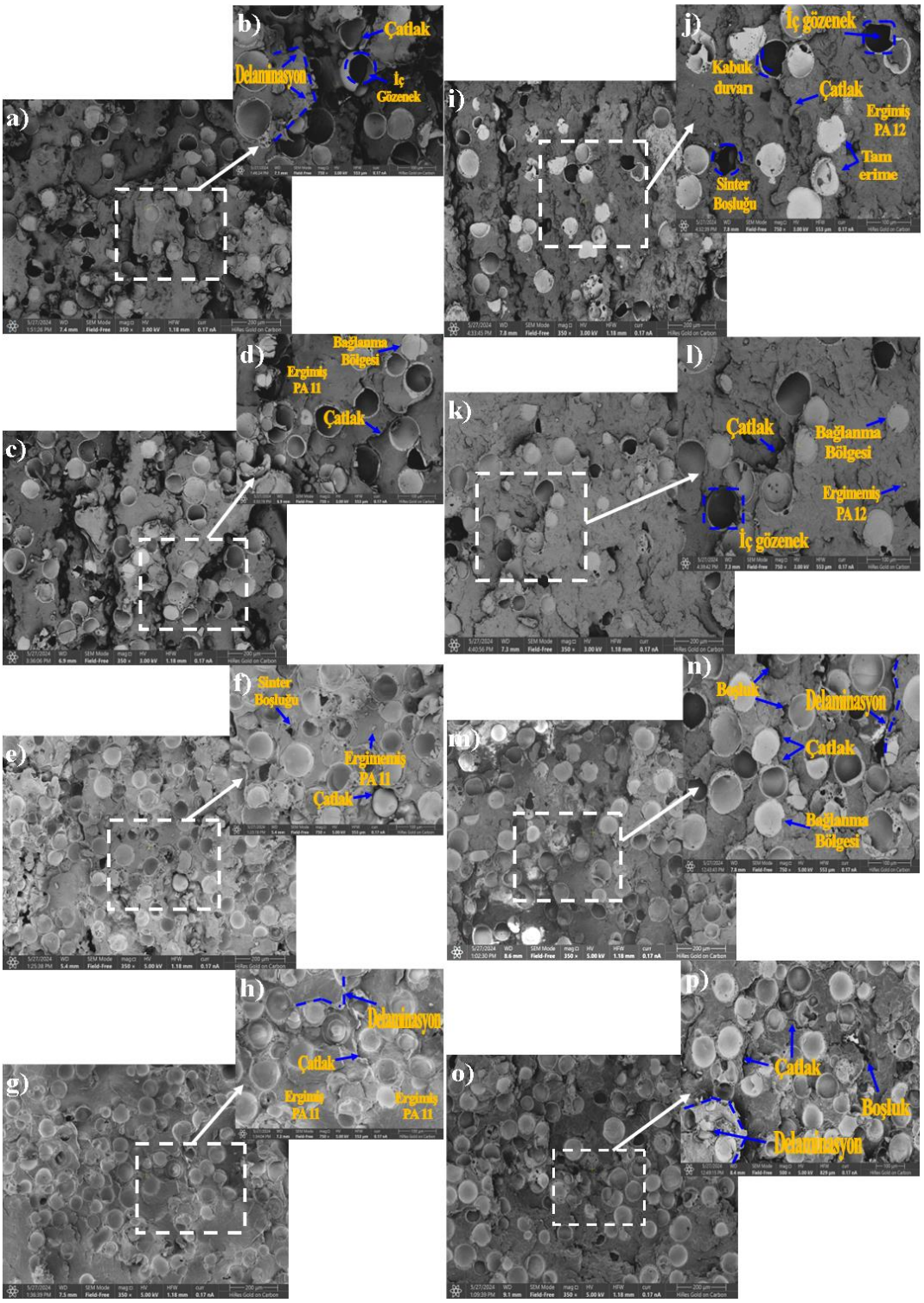
Darbe yüzeyi kesitlerinden alınmış olan 1-2 ve 1-4 parametre değerleriyle üretilmiş katkısız PA 11'nin darbe yüzey kesitlerinin SEM görüntüleri ve PA 12'nin darbe yüzey kesitlerinin SEM görüntüleri Şekil 3.17'de verilmiştir. Şekil 3.17a ve b'de 1-2 parametre değerleriyle üretilen katkısız PA 11 darbe yüzeyi kesit görüntüsünü, Şekil 3.17c ve d'de 1-4 parametre değeriyle üretilmiş katkısız PA 11'in darbe

yüzeyi kesit görüntüsü verilmiştir. Katkısız PA 12 numuneleri de PA 11 ile aynı sırayla Şekil 3.17e, f, g ve h'de verilmiştir. Şekil 3.18'de PA 11/HCM ve PA 12/HCM kompozit numunelerin darbe yüzey kesitlerinin mikroyapıları verilmiştir. Şekil 3.18a'da PA 11-%10 HCM 1-2 kompozit numunesinin, b'de PA 11-%10 HCM 1-4 kompozit numunesinin, c'de PA 11-%20 HCM 1-2 kompozit numunesinin ve d'de PA 11-%20 HCM 1-4 kompozit numunesinin ve Şekil 3.18e, f, g ve h'de aynı sırayla PA 12/HCM kompozitlerinin darbe yüzey kesitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir.

Şekil 3.17'de, katkısız PA 11 ve katkısız PA 12 SLS numunesinin kırılmış yüzeyinin, çatlak ilerlemesine karşı direnci görülmüştür. Bu yüzden, numunelerin deformasyon gerilmesini oluşturmak için daha fazla enerji gerektiğinden, daha yüksek darbe dayanımı elde edilmiştir. Fakat Şekil 3.18'e bakıldığında katkısız poliamidlere oranla çok daha fazla iç gözenek görülmekte, bununla birlikte içi boş seramik mikrokürelerin matris ile birleşiminden başlayan çatlak oluşumu bu iç gözenek boşluklarını takip ederek diğer HCM yapılarına kadar hızla yayılmaktadır. Böylece katkısız poliamid yapısının aksine kompozit numunelerin deformasyonunun gerçekleşmesi için daha az bir darbe enerjisine ihtiyaç olduğu tespit edilmiştir. SLS üretiminde son parça için önemli bir parametre olan enerji yoğunluğu çekme ve eğme testlerinde olduğu gibi Charpy çentik darbe testinde de önemli bir rol oynamıştır. Her bir numune özelinde enerji değerinin 0,0500 J/mm^2 olarak seçilen 1-4 parametresinde daha yüksek bir darbe dayanımı kazandığını görülmüştür ve bunun ana sebebi SEM görüntülerinde anlaşılabileceği gibi enerji yoğunluğun artırılmasıyla elde edilen daha yoğun ve gözeneksiz yapıların olduğu tespit edilmiştir. Katkılı PA 11 ve PA 12 için de bu geçerlidir ayrıca kompozit numuneler için bir diğer artış nedeni de enerjideki artışın partikül-matris bağlantısının artırması ve çatlak oluşumunu daha az enerjiyle üretilmiş olan 1-2 parametreli numunelere göre azaltmış olmasıdır.



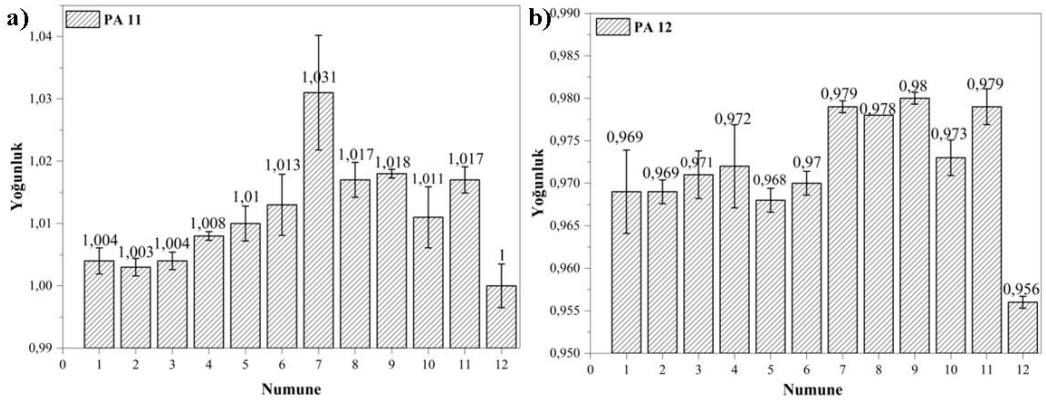
Şekil 3.17 Katkısız poliamidlerin darbe yüzey kesit görüntüleri (a ve b) katkısız PA 11 (1-2) 350x-750x büyütme, (c ve d) katkısız PA 11 (1-4) 350x-750x büyütme ve (e ve f) katkısız PA 12 (1-2) 350x-750x büyütme, (g ve h) katkısız PA 12 (1-4) 350x-750x büyütme



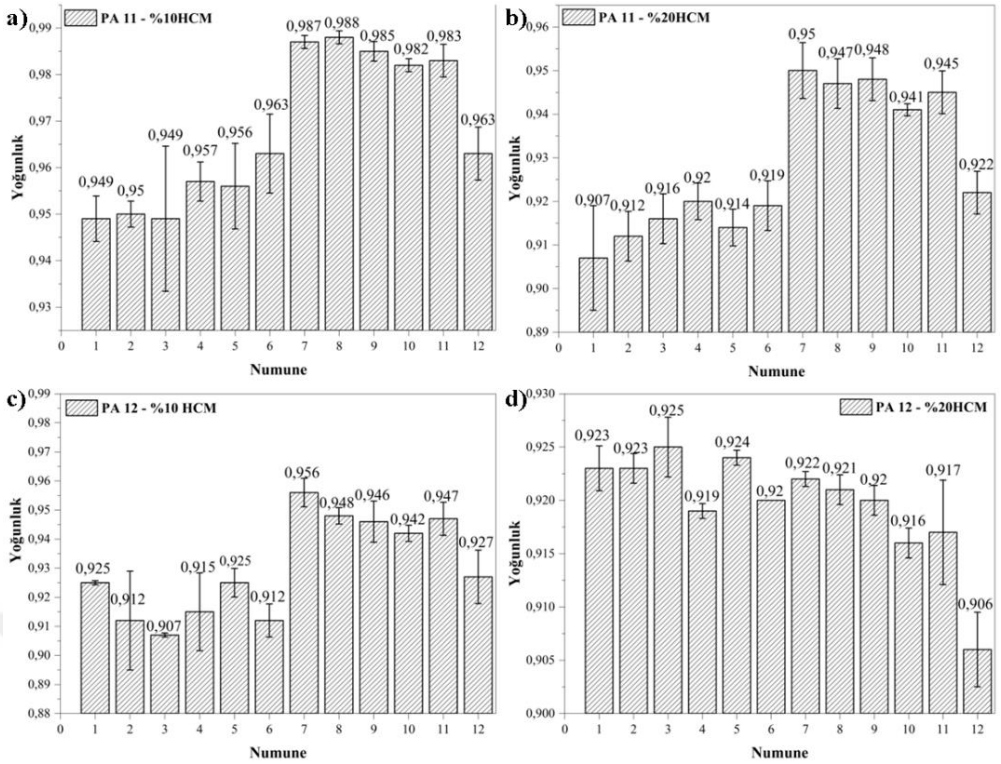
Şekil 3.18 SEM darbe yüzey kesit görüntüleri (a ve b) PA 11 %10 HCM 1-2 (350x-750x), (c ve d) PA 11 %10 HCM 1-4 (350x-750x), (e ve f) PA 11 %20 HCM 1-2 (350x-750x), (g ve h) PA 11 %20 HCM 1-4 (350x-750x) numuneleri ve aynı sırayla (i-p); %10 ve %20 katkılı PA 12 kompozit numuneleri

3.2.2 Yoğunluk Analizleri

Bu çalışmanın öncelikli amaçlarından biri, malzemenin kararlılığından ve özelliklerinden fazla ödün vermeden daha hafif bir malzeme elde etmektir. Çeşitli miktarlarda HCM katkılı PA 11 ve PA 12 ve katkısız PA 11 ve PA 12'nin yoğunluk ölçüm sonuçları Şekil 3.19 ve Şekil 3.20'de gösterilmiştir. Şekil 3.19a, katkısız PA 11'nin 12 farklı parametre için bulanan yoğunluk değerlerini, Şekil 3.19b, katkısız PA 12'nin 12 farklı parametre için bulanan yoğunluk değerlerini, Şekil 3.20a, %10 HCM katkılı PA 11 için 12 farklı parametre özelindeki yoğunluk değerlerini, Şekil 3.20b %20 HCM katkılı PA 11 için 12 farklı parametre özelindeki yoğunluk değerlerini sonuçlarını gösterilmiştir. Şekil 3.20c %10 HCM katkılı PA 12 için 12 farklı parametre özelindeki yoğunluk değerlerini, Şekil 3.20d %20 HCM katkılı PA 12 için 12 farklı parametre özelindeki yoğunluk değerlerini sonuçları verilmiştir. Katkısız PA 11 ve PA 12 numuneleri için yoğunluk değerleri %10 ve %20 HCM katkısıyla beraber düşüş göstermiştir. Genel olarak PA 12 yapısı içerisine %10-20'lik HCM katkısıyla polimer kompozit yapısı %5 ila %6 arasında daha düşük yoğunluk değerleri sağlanmıştır. PA 11 yapısına katılmış olan %10-%20'lik HCM katkısıyla sırasıyla %7 ila %10 arasında daha düşük yoğunlukta sinterlenmiş malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

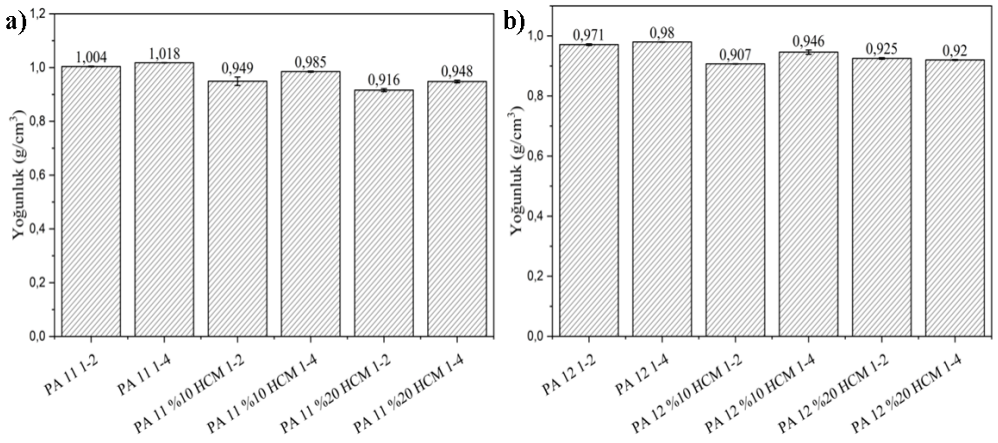


Şekil 3.19 12 farklı parametre için yoğunluk değerleri a) katkısız PA 11 ve b) katkısız PA 12



Şekil 3.20 12 farklı parametre için yoğunluk değerleri a) PA 11 %10 HCM, b) PA 11 %20 HCM, c) PA 12 %10 HCM ve d) PA 12 %20 HCM

PA 12 ve HCM'nin yığın yoğunluk değerleri sırasıyla 0,99 g/cm^3 ve 0,80 g/cm^3 olarak belirlenmiştir. Numunelerin deneysel yoğunluğu Archimedes prensibi ile belirlenmiş ve değerler Şekil 3.19 ve 3.20'de verilmiştir. Daha önce de belirtildiği gibi, artan enerji yoğunluğu ile numunelerin gözeneklilik içeriğinin azaldığı görülmüştür. Kompozit üretimi sırasında birim enerji yoğunluğunun artırılmasıyla sisteme enerji girdisi artmış ve PA 12 matrisinin daha yüksek ergime eğilimi ile daha yoğun yapıların oluştuğu görülmüştür. Şekil 3.21'de 1-2 ve 1-4 parametreleriyle üretilen numunelerin yoğunluk değerleri verilmiştir.

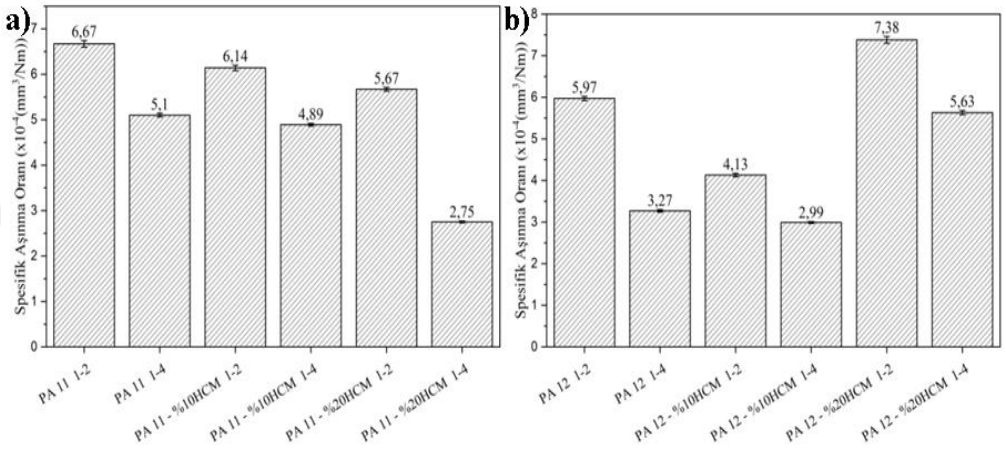


Şekil 3.21 1-2 ve 1-4 parametreleri için yoğunluk değerleri (a) PA 11 ve PA 11 kompozit numuneleri (b) PA 12 ve PA 12 kompozit numuneleri

3.2.2 Tribolojik Testler

Şekil 3.22'de, PA 11 ve PA 12 kompozit numunelerinin aşınma oranları verilmiştir. Katkısız PA 11 ve PA 12'nin 1-2 parametresi için aşınma oranı $6{,}67 \cdot 10^{-4}$ mm^3/Nm ve $5.97 \cdot 10^{-4}$ mm^3/Nm olarak belirlenmiştir. Enerji yoğunluğu değerinin artmasıyla PA 11 ve PA 12 için aşınma oranı değerleri sırasıyla $5{,}10 \cdot 10^{-4}$ mm^3/Nm ve $3{,}27 \cdot 10^{-4}$ mm^3/Nm değerlerine düşmüştür. Mekanik testler sonucu gerçekleştirilen mikroyapı analizlerinde de görüldüğü gibi enerji yoğunluğunun artması, polimer yapıdaki ergimeyi ve sinterleme davranışını geliştiren bir değişkendir. Enerji yoğunluğunun artmasıyla gözenek içeriği daha düşük ve daha yoğun nihai ürün elde edilmiştir. Ayrıca, özellikle PA 11 numunesinde artan enerji yoğunluğuyla birlikte yapıdaki ergimemiş toz miktarı oldukça azalmış ve hata oranı düşük yapılar elde edilmiştir. Bu nedenle 1-4 parametresi ile üretilen numuneler daha iyi bir aşınma davranışı sergilemiş ve aşınma oranları azalmıştır. Yapıya seramik mikroküre lerin ilavesi ise aşınma davranışında farklı etkilerin ortaya çıkmasına neden olmuştur. PA 11 matrisinin %10 ve %20 oranında HCM ile takviyelendirilmesinde, takviye oranı arttıkça aşınma oranı azalmıştır. Yapıda bulunan seramik esaslı partiküller malzemenin aşınma davranışını geliştirmiştir. Enerji yoğunluğundaki artış da katkısız polimerlerde olduğu gibi aşınma oranını düşürmüştür. Enerji yoğunluğundaki artışın PA 11 matrisli HCM takviyeli malzemeler için de az hatalı bir yapının elde edilmesini sağlamış ve aşınma oranı düşmüştür. PA 12 matrisli kompozitte ise PA 11 ile benzer olarak enerji yoğunluğunun artması aşınma oranının azalmasını sağlamıştır. Bununla birlikte %10 HCM takviyesi aşınma

oranının azalmasını sağlarken, %20 HCM takviyesi aşınma oranlarında artışa neden olmuştur. Daha önce belirtildiği gibi PA 12 numunesinde matris ve takviye arasındaki birleşmede sorunlar tespit edilmiştir. Buna bağlı HCM miktarındaki artışla matris ve HCM arasında uygun bir bağlanma sağlanamadığı düşünülmektedir. Bu nedenle aşınma testi sırasında HCM partiküllerinin yapıdan çıkarak aşınma prosesine dahil olduğu ve seramik esaslı sert partiküllerin aşınma prosesine dahil olmasıyla aşınma hasarının arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 3.22 Spesifik aşınma oranları (a) katkısız PA 11 ve PA 11/HCM kompozit numuneleri ve (b) katkısız PA 12 ve PA 12/HCM kompozit numuneleri

Şekil 3.23, Şekil 3.24 ve Şekil 3.25 sırasıyla, katkısız poliamid numunelerinin, PA 11 kompozit numunelerinin ve PA 12 kompozit numunelerin aşınma yüzeylerinin SEM görüntülerini ve 3D profillerinin görüntüleri verilmiştir.

Takviye elemanı içermeyen PA 11 ve PA 12 malzemenin aşınma davranışı incelendiğinde, özellikle aşınma yüzeylerinde yoğun hasarların ve çatlakların oluştuğu gözlemlenmiştir. Her iki matris malzemesi aşınma sırasında ortaya çıkan gerilmelere dayanamamış ve yüzeyde çatlaklar ve olukların oluşumu gerçekleşmiştir. Katkısız polimer matrisler için enerji yoğunluğu arttığında aşınma oranında buna bağlı olarak azaldığı Şekil 3.22'de görülmüştür. Şekil 3.23'teki aşınma yüzeylerinden alınmış olan 3B profil kesitlerinde de bakıldığında, ED değeri 0,030 J/mm^2 aksine 0,050 J/mm^2 ile üretildiği zaman aşınma yüzey derinliğinin azaldığı görülmüştür. Aynı zamanda Şekil 3.23'teki 3B profillere ve SEM görüntülerine baktığımızda, 0,030 J/mm^2 ile üretilmiş olan numunelerin aşınma yüzeylerinin daha kaba ve boşluklara sahip olduğunu ve buna bağlı olarak spesifik aşınma oranının da beklenildiği gibi daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

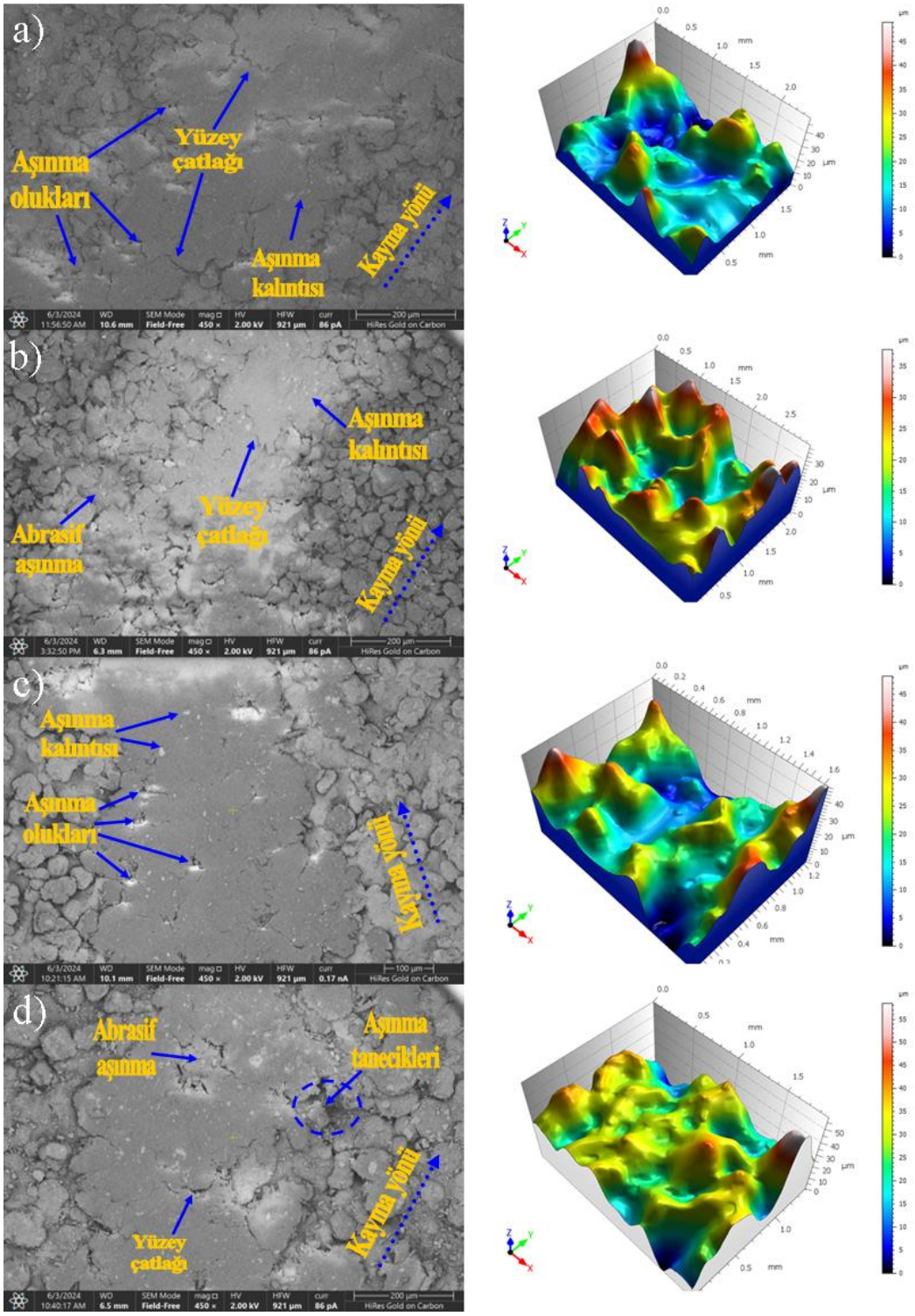
Katkısız poliamid yapıları için aşınma davranışının, SEM aşınma izinde görüldüğü gibi plastik deformasyonla gerçekleştiği görülmüştür.

Her bir numunenin aşınma mekanizmalarını anlamak için, aşınma testinden sonra aşınma izlerinin morfolojileri gözlemlenmiş ve sonuçlar Şekil 3.23, 3.24 ve 3.25'te verilmiştir. Her bir numune 30 dk'lık kayma döngüsünden sonra, bu numunelerin aşınmış yüzeylerinde mikro çatlak gözlemlenmiştir. Bu yüzden, plastik deformasyona karşı dirençlerin yüksek olmadığı sonucuna varılmıştır. Bununla beraber, Şekil 3.24 ve 3.25'te her bir aşınma yüzeylerinin genişliğini tespit etmek için, 3B profillerinden ve SEM görüntülerinden farklı aşınma yüzeylerinden ölçüm alınmıştır. Sonuçlarda, katkılı poliamid kompozitlerinden katkısız poliamid yapılarına göre daha geniş bir aşınma izi gözlenmiştir. Ayrıca katkı oranı arttıkça aşınma yüzey genişliği de artmıştır. Şekil 3.24 ve 3.25'teki kompozit numunelerinin SEM görüntülerine bakıldığında deformasyonun aşınan parçaların yükseklik dağılımına bağlı olduğu görülmüştür. Kayma işleminden sonra, normal ve teğetsel yüklemenin kombinasyonu nedeniyle derinlikler ve genişlikler daha büyük hale gelmiştir. Şekil 3.24 ve 3.25'te görüldüğü gibi, kayma yönü boyunca paralel oluklar ve çizikler ile katman şeklindeki çatlaklar abrasif aşınmadan kaynaklanmıştır. Bu durumla birlikte, tüm numunelerin aşınma testlerinde abrasif ve yorulma aşınmasının birlikte baskın olduğunu sonucuna varılmıştır. Şekil 3.23, 3.24 ve 3.25'te görülebileceği gibi, PA 11-PA 12/HCM kompozitlerinin yüzeyinin aşınma izlerinde bazı deforme olmuş kalıntılar bulunurken, PA 12'nin aşınma izi çok daha pürüzsüzdür. PA 12 ile karşılaştırıldığında, kompozit numunelerde kayma sırasında aşınmış HCM partiküllerinin varlığı nedeniyle aşınma oluklarının sayısı daha fazladır. PA 11-PA 12/HCM kompozitlerinin aşınma izinin genişliği PA 12'ninkinden daha büyük bulunmuştur. Bu nedenle, HCM ilavesi, Şekil 3.22'de verilen spesifik aşınma oranı sonuçlarıyla tutarlı olarak PA matrisinin aşınma direncini arttırmıştır.

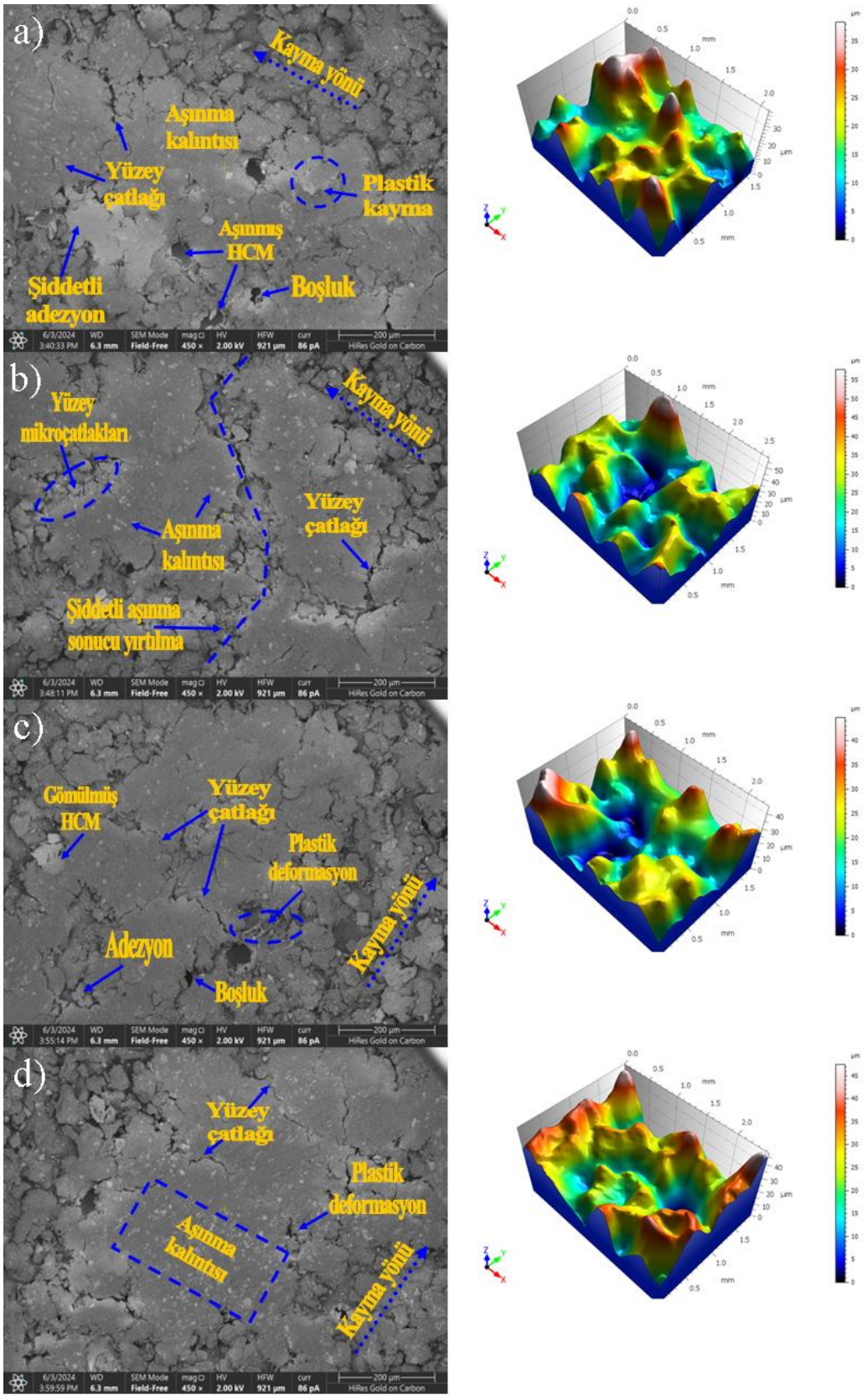
Ayrıca, Şekil 3.24 ve 3.25'te kompozit numunelerin aşınma yüzeyi bölgelerinde mikro kesme izleri şeklinde belirgin abrasif aşınmanın yanı sıra seramik mikroküre lerde de abrasif izler görülmüştür. Ayrıca yüzeyde, PA12 bölgesinin lokal olarak ısınması ve yumuşamasıyla sonuçlanan ve bu bölgede aşırı deformasyona/uzamaya neden olan disk yüzeyiyle güçlü adezyonun bir sonucu olarak şiddetli yırtılmanın olduğu bazı alanlar görülmüştür. HCM'nin bazı

bölgelerinde adezyon, kayma yönüne paralel yüzey yorulma çatlaklarının ortaya çıkmasına neden olmuştur. Ayrıca, Şekil 3.24 ve 3.25'teki tribo yüzey, düşük ED ile sinterlenmiş bölgelerdeki yüzey/alt yüzey boşluklarının bir sonucu olarak ortaya çıkabilecek rastgele yönelimlere sahip yüzey mikro çatlakları görülmüştür. Bu boşlukların varlığıyla birlikte aşınma sırasındaki çatlakların artması düşük ED değeriyle üretilen numunelerin aşınma oranının yüksek ED ile üretilen kompozit numunelerden daha fazla olmasına yol açmıştır.

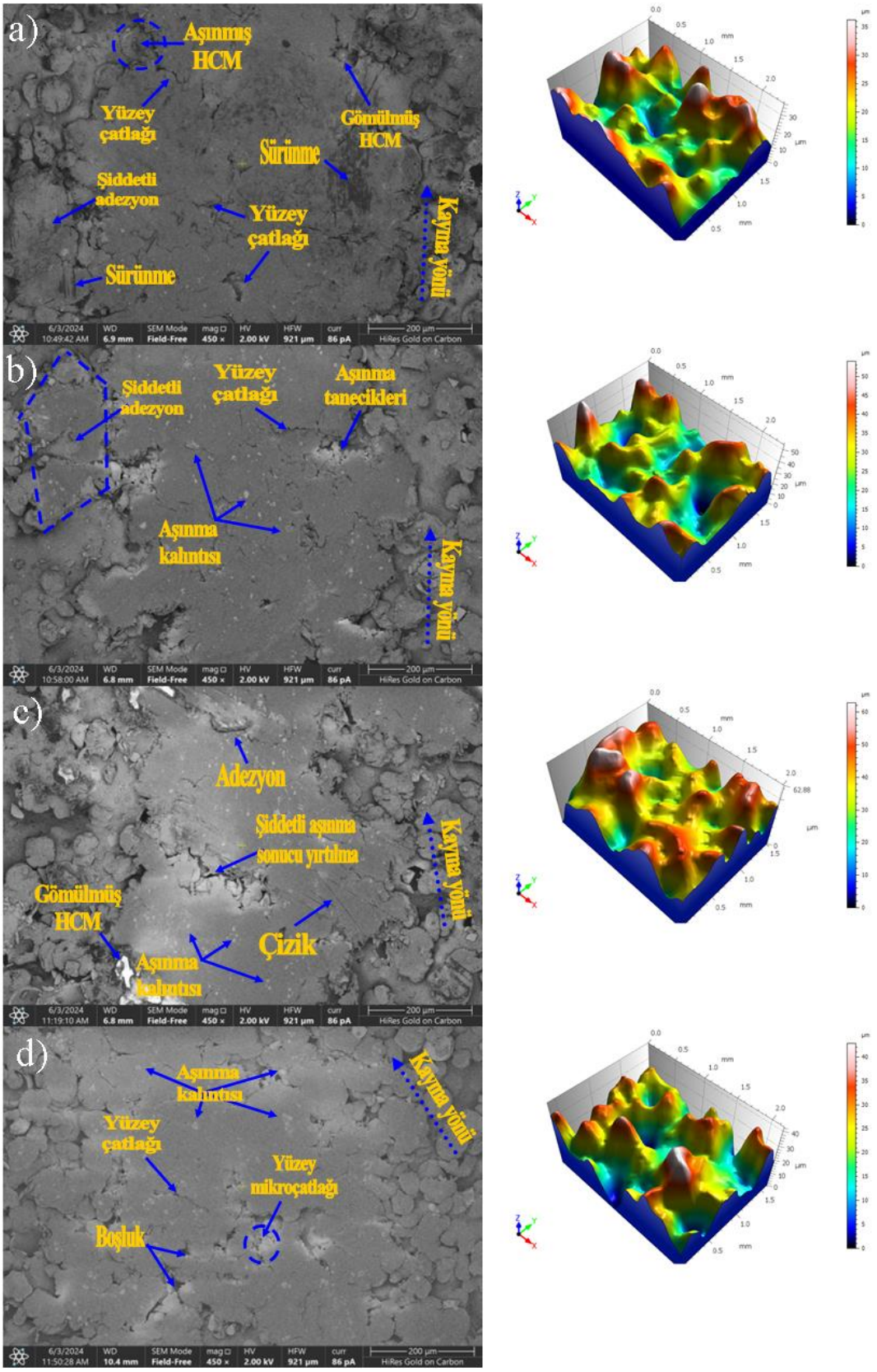
PA 11, PA 12 ve PA11-12/HCM kompozit numunelerinin yüzeyindeki aşınma topografisinde farklılıklar görülmüştür. Şekil 3.26 ve Şekil 3.27 sırasıyla katkısız PA 12 ve PA 12/HCM kompozit numunelerini ve katkısız PA 11 ve PA 11/HCM kompozit numunelerinin yüzey topografilerini ve 2B aşınma yüzeyi profilleri verilmiştir. Şekil 3.26 ve 3.27'de gösterildiği gibi, PA 11-12/HCM kompozitlerinki katkısız poliamidlerden daha pürüzlü olduğu görülmüştür. İçi boş seramik mikroküre katkısının aşınma izleri yüzeyinin PA 12'ninkinden çok daha pürüzlü olduğu açıkça görülmüştür. Ayrıca, HCM partiküllerinin eklenmesiyle aşınma izlerinin hem içindeki hem de dışındaki yüzey pürüzlülüğü de artmıştır. Şekil 3.26 ve 3.27'deki yüzey topografilerine bakıldığında düşük ED değerlerinde üretilmiş olan numuneler, ED değeri yüksek olan 1-4 parametresine göre daha derin aşınma yüzeylerine sahip olduğu görülmüştür. Bu sonuç, katkısız poliamidlere yapılan katkı oranı arttıkça da devam etmiştir.



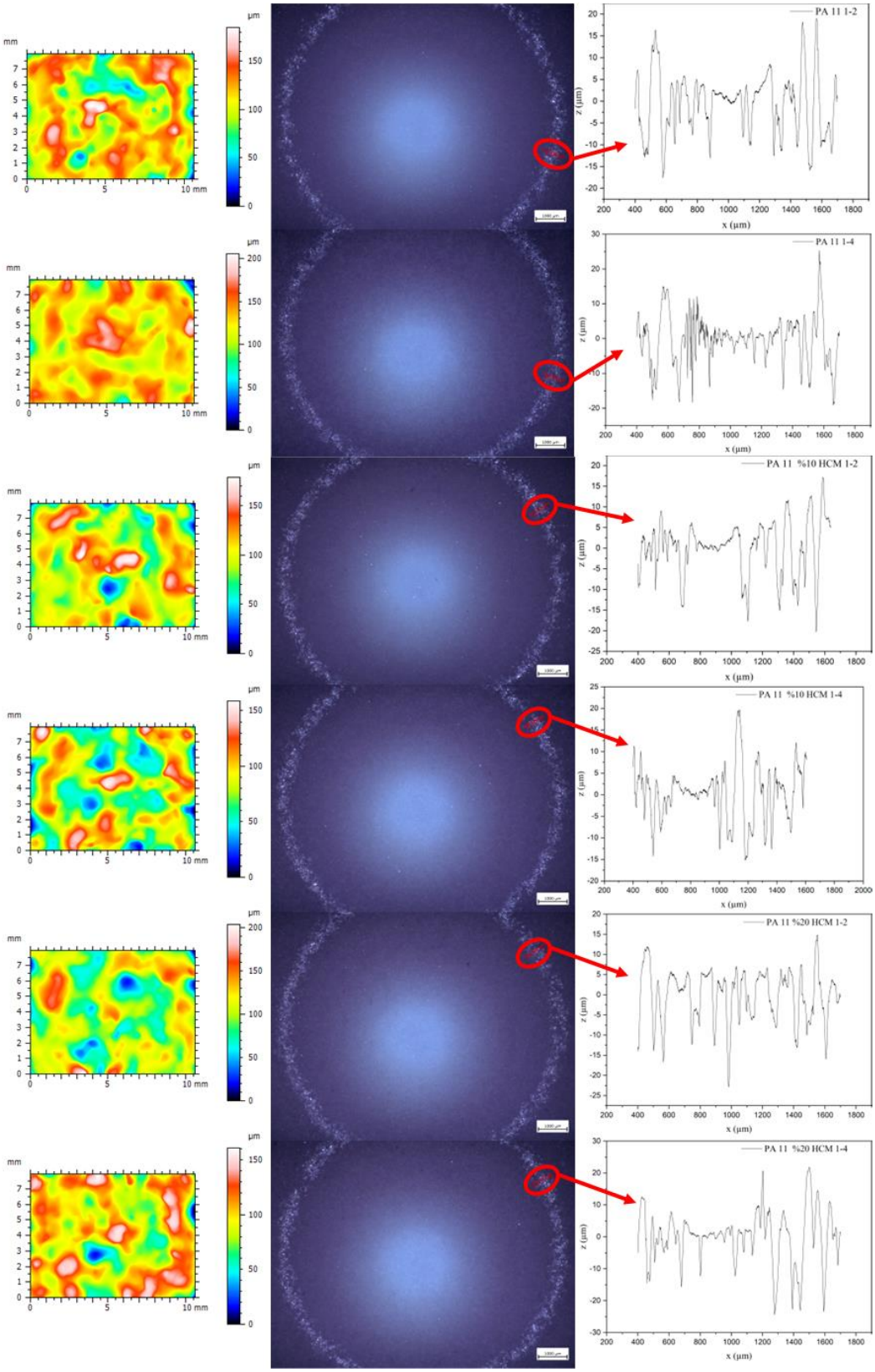
Şekil 3.23 Aşınma yüzeyi SEM görüntüsü ve 3B profilleri görüntüsü; (a) PA 11 1-2, (b) PA 11 1-4, (c) PA 12 1-2 ve (d) PA 12 1-4



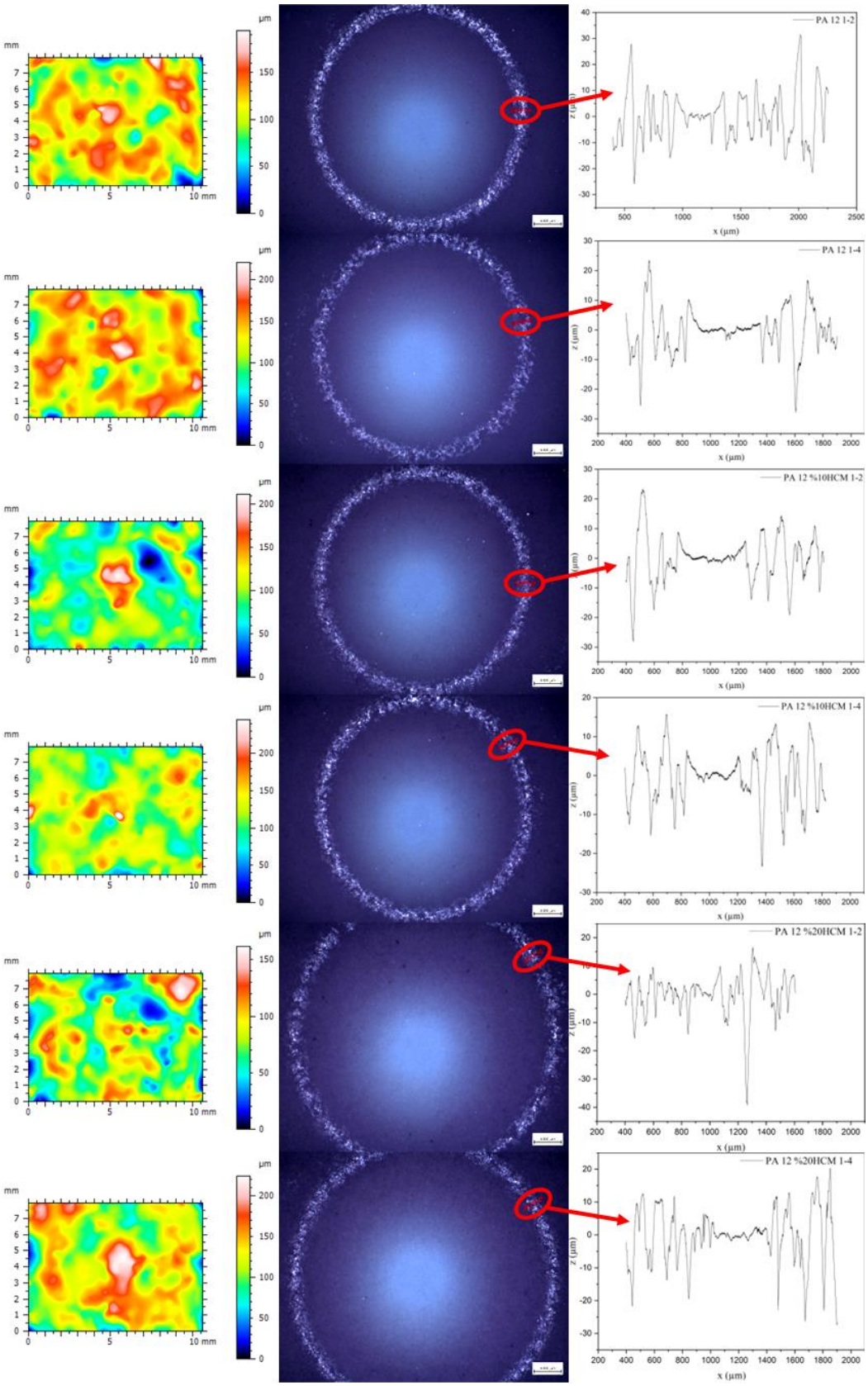
Şekil 3.24 Aşınma yüzeyi SEM görüntüsü ve 3B profilleri görüntüsü; (a) PA 11 %10HCM 1-2, (b) PA 11 %10HCM 1-4, (c) PA 11 %20HCM 1-2 ve (d) PA 11 %20HCM 1-4



Şekil 3.25 Aşınma yüzeyi SEM görüntüsü ve 3B profilleri görüntüsü; (a) PA 12 %10HCM 1-2, (b) PA 12 %10HCM 1-4, (c) PA 12 %20HCM 1-2 ve (d) PA 12 %20HCM 1-4



Şekil 3.26 Aşınma yüzeyi topografisi, dijital mikroskop görüntüsü ve 2B profil görüntüsü (a) PA 11 1-2, (b) PA 11 1-4, (c) PA 11 %10HCM 1-2, (d) PA 11 %10HCM 1-4, (e) PA 11 %20HCM 1-2 ve (d) PA 11 %20HCM 1-4



Şekil 3.27 Aşınma yüzeyi topografisi, dijital mikroskop görüntüsü ve 2B profil görüntüsü (a) PA 12 1-2, (b) PA 12 1-4, (c) PA 12 %10HCM 1-2, (d) PA 12 %10HCM 1-4, (e) PA 12 %20HCM 1-2 ve (d) PA 12 %20HCM 1-4

4
SONUÇ

Bu çalışmada, seçici lazer sinterleme (SLS) tekniği kullanılarak farklı oranlarda içi boş seramik mikroküre katkılarıyla poliamid 11 ve 12 matrisli kompozit malzemeler oluşturulmuştur. Numuneler "EOS FORMIGA P110" SLS eklemeli imalat makinesinde üretilirken, mekanik özelliklerinin değerlendirilmesi için "çekme, eğme ve Charpy darbe" testleri uygulanmıştır. Ayrıca SLS tekniği, fonksiyonel parçaların üretiminde yaygın olarak ve makul bir üretim kapasitesiyle kullanılacak kadar gelişmiştir. Bununla birlikte, lazerle sinterlenmiş parçaların özellikleri enerji yoğunluğuna bağlıdır. Bu nedenle, bu çalışmada farklı oranlarda katkılanmış poliamid kompozitinin yönelime bağlı tribolojik özelliklerini araştırmayı amaçlanmıştır. Tribolojik özelliklerin belirleyebilmek için "aşınma" testi kullanılmıştır. İçi boş seramik mikroküre ilavesinin sinterlenmiş numunelerin mekanik özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmış ve lazer enerji yoğunluğunun (ED) sinterlenmiş numunelerin, yoğunluğu, mekanik özellikleri ve morfolojisi üzerindeki etkisi değerlendirilmiştir.

Farklı enerji yoğunlukları kullanılarak üretilen parçaların malzeme morfolojisi incelenmiştir. Sonuçların, çeşitli enerji yoğunluklarının yeni kompozit malzemenin mikroyapısı hakkındaki olası etkilerini yansıtması amaçlanmıştır. Numuneler 0,030 J/mm^2 ve 0,050 J/mm^2 ED değerinde üretilmiştir. Numunenin 0,030 J/mm^2 ED'de inşa edilen yüzeyinin gözenekli olduğu yapılmış olan mekanik testler sonrasındaki yüzey kesit görüntülerinde tespit edilmiştir. Bu gözeneklilik, tozun düşük enerji yoğunluğuna maruz kalmasına ve parçanın poliamid partikülleri arasında düşük arayüzey bağlanmasına dayanmaktadır. Bu da boşlukların oluşmasına neden olmuştur. ED 0,050 J/mm^2 değerine yükseldikçe, poliamid partiküllerinin füzyonu artmış, bu da gözenekliliğin azalmasına neden olmuştur. Böylece gözenek oranı daha düşük, daha yoğun yapılar elde edilmiştir. Kırılma yüzeyi görüntüleri, ED'nin malzeme morfolojisini ne ölçüde etkilediğini ortaya koymuştur. Düşük enerji yoğunluklarında kısmen ergimiş bir poliamid olduğu, ancak tanelerinin çoğunun orijinal şekillerini korudukları için ayrı ayrı tespit edilebildiği gözlemlenmiştir. Düşük ED değeriyle daha gözenekli bir kompozit üretilmiştir. Yüksek ED

değerlerinde ise partiküllerin birleşmesi daha etkin bir şekilde gerçekleşmiş ve daha homojen bir yapı elde edilmiştir.

Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıdaki aşağıdaki gibi özetlenebilir:

1. Enerji yoğunluğu (ED), SLS ile üretilen PA 11/HCM ve PA 12/HCM kompozitlerinin yoğunluğu, mekanik özellikleri ve morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir.
2. 0,0500 J/mm^2 enerji yoğunluğu değerinde, matris malzemede herhangi bir bozulma olmadan sinterlenmiş parçaların üretimi gerçekleştirilmiştir. Böylece nihai üründe bir ağırlık azalması elde edilmiş, hafifletme sağlanmıştır.
3. Sinterlenmiş parçalar, enerji yoğunluğu düşük olduğunda gözenekli bir yapıda oluşmuştur. Ancak enerji yoğunluğu belirli bir seviyeye yükseldikçe daha yoğun ve daha hatasız parçalar üretilmiştir.
4. 0,0300 J/mm^2 ED'de üretilen numunelerin kırılma yüzeyi son derece pürüzlü ve oldukça gözeneklidir. Aynı şekilde bazı kompozit numunelerde, 0,0500 J/mm^2'nin üzerindeki aşırı yüksek enerji yoğunlukları poliamidin matris kompozitlerin daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne ve yüzey mikro çatlaklarına oluşmasına yol açmıştır
5. PA 11 ve PA 12 sinterlenmiş numunelerin hafifliğini sağlamak ve aynı zamanda mekanik özelliklerinde önemli bir kayıp yaşamadan iyileştirmelerini sağlamak için 0,0500 J/mm^2 enerji yoğunluğu ve %10 ağırlık oranında içi boş seramik mikroküre kombinasyonu kullanımının daha optimal sonuçlar verdiği söylenebilir.
6. İçi boş seramik mikroküre katkılar ile daha hafif ve 0,0500 J/mm^2 ED değeriyle daha hatasız numunelerin üretilmesi mümkün olmuştur. Ayrıca, yüzde uzama değeri 0,0300 J/mm^2'ye göre 0,0500 J/mm^2 değerinde ve %20 katkıyla üretilen polimer kompozitlerde %7 artmıştır.
7. Polimer ve içi boş seramik katkılı polimer karışım tozun MFI değerleri SLS üretiminden önce ve üretim sıcaklığına maruz kalmış tozlar üzerinde test edilmiştir. Beklenildiği gibi katkı oranı arttıkça MFI değerleri düşüş göstermiştir. Fakat katkı oranın artmasıyla ısıl işlem görmemiş toz ile işleme maruz kalmış toz arasındaki düşüşte azalma tespit edilmiştir. Ayrıca, 180 dk'lık üretim sonrasında tozların reolojik özellikleri tekrardan üretim için

umut vadetmiş ve ilerleyen çalışmalarda kullanıma devam edebileceği öngörülmüştür.

8. Enerji yoğunluğundaki artış aşınma davranışının gelişmesine ve aşınma oranının azalmasına yol açmıştır. PA 11 yapısında HCM takviyesi aşınma özelliklerinin gelişmesini sağlarken, PA 12 yapısında %20 HCM takviyesi aşınma oranının artmasına neden olmuştur. Poliamid yapısının aşınma özelliklerinin takviyelendirme ile geliştirilmesinde, takviye oranıyla birlikte matris-takviye arasında bağlanmanın da oldukça önemli olduğu görülmüştür.

Sonuç olarak bu çalışmada PA 11 ve PA 12 matrisli HCM takviyeli kompozitler farklı enerji yoğunluğu değerleriyle üretilmiş ve kompozit malzeme özellikleri araştırılmıştır. Özellikle hafifletme sağlanması ve aşınma davranışının geliştirilmesi noktalarında HCM takviyenin önemli bir etkiye sahip olduğu görülmüştür. Bununla birlikte gelecek çalışmalarda farklı takviye türü, oranı ve SLS parametresi gibi değişkenlerin araştırılması poliamid özelliklerinin iyileştirilmesine katkı sunacaktır. Ayrıca, SLS ile kompozit üretiminde tozların tekrarlı kullanımının son ürün özelliklerine etkisinin ortaya konması da araştırmaya açık bir konudur.

KAYNAKÇA

[1] D. S. González ve A. González Álvarez, "AM Manufacturing Feasibility Study & Technology Demonstration EDA AM State of the Art & Strategic Report", Zaragoza, Haz. 2018.

[2] "ISO/ASTM 52900:2015(E)", Switzerland, 2015. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: www.iso.orgwww.astm.orgiTehSTANDARDPREVIEWISO/ASTM52900:2015https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9adc3ce-ca51-4c21-b508-00fbbe01687d/iso-astm-52900-2015

[3] White Lilian, "Additive Manufacturing Materials Standarts, Testing and Applicability", 2015. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: www.iran-mavad.com

[4] J. R. C. Dizon, A. H. Espera, Q. Chen, ve R. C. Advincula, "Mechanical characterization of 3D-printed polymers", *Additive Manufacturing*, c. 20. Elsevier B.V., ss. 44-67, 01 Mart 2018. doi: 10.1016/j.addma.2017.12.002.

[5] S. A. M. Tofail, E. P. Koumoulos, A. Bandyopadhyay, S. Bose, L. O'Donoghue, ve C. Charitidis, "Additive manufacturing: scientific and technological challenges, market uptake and opportunities", *Materials Today*, c. 21, sy 1. Elsevier B.V., ss. 22-37, 01 Ocak 2018. doi: 10.1016/j.mattod.2017.07.001.

[6] J. P. M. Pragana, R. F. V. Sampaio, I. M. F. Bragança, C. M. A. Silva, ve P. A. F. Martins, "Hybrid metal additive manufacturing: A state–of–the-art review", *Advances in Industrial and Manufacturing Engineering*, c. 2. Elsevier B.V., 01 Mayıs 2021. doi: 10.1016/j.aime.2021.100032.

[7] W. Gao *vd.*, "The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering", *CAD Computer Aided Design*, c. 69, ss. 65-89, Ara. 2015, doi: 10.1016/j.cad.2015.04.001.

[8] T. Wohlers, "3D Printing and Additive Manufacturing Global State of the Industry", 2023.

[9] M. Shellabear ve O. Nyrhilä, "DMLS-DEVELOPMENT HISTORY AND STATE OF THE ART".

[10] Z. J. Hou *vd.*, "Online Monitoring Technology of Metal Powder Bed Fusion Processes: A Review", *Materials*, c. 15, sy 21. MDPI, 01 Kasım 2022. doi: 10.3390/ma15217598.

[11] D. Dev Singh, T. Mahender, ve A. Raji Reddy, "Powder bed fusion process: A brief review", içinde *Materials Today: Proceedings*, Elsevier Ltd, 2021, ss. 350-355. doi: 10.1016/j.matpr.2020.08.415.

[12] M. Schmid, "Laser Sintering with Plastics", Munich, Eki. 2018.

[13] A. H. Espera, J. R. C. Dizon, Q. Chen, ve R. C. Advincula, "3D-printing and advanced manufacturing for electronics", *Progress in Additive Manufacturing*, c. 4, sy 3. Springer, ss. 245-267, 01 Eylül 2019. doi: 10.1007/s40964-019-00077-7.

[14] E. Attar, "Simulation of Selective Electron Beam Melting Processes", Erlangen, Haz. 2011.

[15] R. Singh ve J. P. Davim, *Additive manufacturing: applications and innovations*. CRC Press, 2018.

[16] D. Gu, *Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials*. Springer, 2015.

[17] A. N. Jinoop, C. P. Paul, S. K. Mishra, ve K. S. Bindra, "Laser Additive Manufacturing using directed energy deposition of Inconel-718 wall structures with tailored characteristics", *Vacuum*, c. 166, ss. 270-278, Ağu. 2019, doi: 10.1016/j.vacuum.2019.05.027.

[18] R. Verma ve G. Kaushal, "State of the art of powder bed fusion additive manufacturing: A review", içinde *3D Printing and Additive Manufacturing Technologies*, Springer Singapore, 2018, ss. 269-279. doi: 10.1007/978-981-13-0305-0_23.

[19] E. Sach, M. Cims, P. Williams, D. Brancazio, ve J. Cornie, "Three Dimensional Printing: Rapid Tooling and Prototypes Directly from a CAD Model", Cambridge, Kas. 1992. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: http://www.asme.org/about-asme/terms-of-use

[20] J. Kerns, “What’s the difference between stereolithography and selective laser sintering?”, https://www.machinedesign.com/3d-printing/what-s-difference-between-stereolithography-and-selective-laser-sintering.

[21] I. Gibson ve D. Shi, “Material properties and fabrication parameters in selective laser sintering process”, *Rapid Prototyping*, c. 3, ss. 129-136, 1997.

[22] X. China, “Selective laser sintering (SLS) 3D printing: Technology overview”. Erişim: 01 Temmuz 2024. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: https://xometry.asia/en/selective-laser-sintering-sls-3d-printing-technology-overview/

[23] L. Yang, K. and B. Hsu, B. Godfrey, D. Medina, F. Menon, ve M. Wiener, *Additive manufacturing of metals: the technology, materials, design and production*. Springer, 2017.

[24] J. Natarajan, *Advances in Additive Manufacturing Processes*. Bentham Science Publishers, 2021.

[25] H. Zhang ve S. LeBlanc, “Processing Parameters for Selective Laser Sintering or Melting of Oxide Ceramics”, içinde *Additive Manufacturing of High-performance Metals and Alloys - Modeling and Optimization*, InTech, 2018. doi: 10.5772/intechopen.75832.

[26] M. Schmid ve K. Wegener, “Additive Manufacturing: Polymers applicable for laser sintering (LS)”, içinde *Procedia Engineering*, Elsevier Ltd, 2016, ss. 457-464. doi: 10.1016/j.proeng.2016.06.692.

[27] B. Van Hooreweder ve J. P. Kruth, “High cycle fatigue properties of selective laser sintered parts in polyamide 12”, *CIRP Ann Manuf Technol*, c. 63, sy 1, ss. 241-244, 2014, doi: 10.1016/j.cirp.2014.03.060.

[28] G. Yıldırım, S. Yıldırım, ve E. Çelik, “A New Insight-3D Printers and Their Instructional Use: A Content Analysis”, 2018.

[29] R. D. Goodridge, C. J. Tuck, ve R. J. M. Hague, “Laser sintering of polyamides and other polymers”, *Progress in Materials Science*, c. 57, sy 2. ss. 229-267, Şubat 2012. doi: 10.1016/j.pmatsci.2011.04.001.

[30] I. Gouzman, E. Grossman, R. Verker, N. Atar, A. Bolker, ve N. Eliaz, “Advances in Polyimide-Based Materials for Space Applications”,

Advanced Materials, c. 31, sy 18. Wiley-VCH Verlag, 03 Mayıs 2019. doi: 10.1002/adma.201807738.

[31] S. A. Vendan, M. Natesh, A. Garg, ve L. Gao, *Confluence of multidisciplinary sciences for polymer joining*. Singapore: Springer Singapore, 2019.

[32] K. K. Chawla, *Composite materials: science and engineering*. Springer Science & Business Media, 2012.

[33] S. R. Batten *vd.*, "Coordination polymers, metal-organic frameworks and the need for terminology guidelines", *CrystEngComm*, c. 14, sy 9, ss. 3001-3004, May. 2012, doi: 10.1039/c2ce06488j.

[34] W. D. Callister ve D. G. Rethwisch, *Materials science and engineering: an introduction*. New York: Wiley, 1999.

[35] M. M. Prabhakar, A. K. Saravanan, A. H. Lenin, I. J. Leno, K. Mayandi, ve P. S. Ramalingam, "A short review on 3D printing methods, process parameters and materials", içinde *Materials Today: Proceedings*, Elsevier Ltd, 2020, ss. 6108-6114. doi: 10.1016/j.matpr.2020.10.225.

[36] M. E. Grigore, "Methods of recycling, properties and applications of recycled thermoplastic polymers", *Recycling*, c. 2, sy 4. MDPI AG, 2017. doi: 10.3390/recycling2040024.

[37] S. Coppola, S. Acierno, N. Grizzuti, ve D. Vlassopoulos, "Viscoelastic behavior of semicrystalline thermoplastic polymers during the early stages of crystallization", *Macromolecules*, c. 39, sy 4, ss. 1507-1514, Şub. 2006, doi: 10.1021/ma0518510.

[38] A. Hotta *vd.*, "Semicrystalline thermoplastic elastomeric polyolefins: Advances through catalyst development and macromolecular design", 2006. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: www.pnas.orgcgidoi10.1073pnas.0602894103

[39] N. G. Karsli ve A. Aytac, "Tensile and thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polyamide 6 composites", *Compos B Eng*, c. 51, ss. 270-275, Ağu. 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.03.023.

[40] R. M. Guedes, Ed., *Creep and fatigue in polymer matrix composites*, 2. bs. Matthew Deans, 2019.

[41] S. Yuan, F. Shen, C. K. Chua, ve K. Zhou, "Polymeric composites for powder-based additive manufacturing: Materials and applications", *Progress in Polymer Science*, c. 91. Elsevier Ltd, ss. 141-168, 01 Nisan 2019. doi: 10.1016/j.progpolymsci.2018.11.001.

[42] I. Campbell, O. Diegel, R. Huff, J. Kowen, ve T. Wohlers, "Wohlers Report 2020: 3D printing and additive manufacturing global state of the industry", Mar. 2020.

[43] SENVOL, "SENVOL, 2020, Senvol database: Industrial Additive Manufacturing Machines and Materials Report", 2020.

[44] T. N. A. T. Rahim, A. M. Abdullah, H. M. Akil, D. Mohamad, ve Z. A. Rajion, "Preparation and characterization of a newly developed polyamide composite utilising an affordable 3D printer", *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, c. 34, sy 19, ss. 1628-1638, Eki. 2015, doi: 10.1177/0731684415594692.

[45] S. Kumar, R. Singh, T. P. Singh, ve A. Batish, "Fused filament fabrication: A comprehensive review", *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, c. 36, sy 2. SAGE Publications Ltd, ss. 794-814, 01 Şubat 2023. doi: 10.1177/0892705720970629.

[46] B. Özbay, "Manufacturing and characterization of polymer composites by using selective laser sintering 3D printing method.", Ph.D. THESIS, İstanbul, 2021.

[47] K. Jariyavidyanont, W. Focke, ve R. Androsch, "Thermal Properties of Biobased Polyamide 11", içinde *Advances in Polymer Science*, c. 283, Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, 2019, ss. 143-187. doi: 10.1007/12_2019_47.

[48] M. Schmid, R. Kleijnen, M. Vetterli, ve K. Wegener, "Influence of the origin of polyamide 12 powder on the laser sintering process and laser sintered parts", *Applied Sciences (Switzerland)*, c. 7, sy 5, 2017, doi: 10.3390/app7050462.

[49] L. Verbelen, S. Dadbakhsh, M. Van Den Eynde, J. P. Kruth, B. Goderis, ve P. Van Puyvelde, "Characterization of polyamide powders for determination

of laser sintering processability", *Eur Polym J*, c. 75, ss. 163-174, Şub. 2016, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2015.12.014.

[50] A. Korycki, C. Garnier, V. Nassiet, C. T. Sultan, ve F. Chabert, "Optimization of Mechanical Properties and Manufacturing Time through Experimental and Statistical Analysis of Process Parameters in Selective Laser Sintering", *Advances in Materials Science and Engineering*, c. 2022, 2022, doi: 10.1155/2022/2526281.

[51] B. Caulfield, P. E. McHugh, ve S. Lohfeld, "Dependence of mechanical properties of polyamide components on build parameters in the SLS process", *J Mater Process Technol*, c. 182, sy 1-3, ss. 477-488, Şub. 2007, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2006.09.007.

[52] V. V. Tcherdyntsev, "Reinforced polymer composites", *Polymers*, c. 13, sy 4. MDPI AG, ss. 1-7, 02 Şubat 2021. doi: 10.3390/polym13040564.

[53] K. Ravi Kumar, S. Vettivel, ve R. Subramanian, "Mechanical Properties and Characterization of Additively Manufactured Materials".

[54] S. Mortazavian ve A. Fatemi, "Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites: A literature review", *Int J Fatigue*, c. 70, ss. 297-321, 2015, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2014.10.005.

[55] P. Parandoush ve D. Lin, "A review on additive manufacturing of polymer-fiber composites", *Composite Structures*, c. 182. Elsevier Ltd, ss. 36-53, 15 Aralık 2017. doi: 10.1016/j.compstruct.2017.08.088.

[56] J. Slotwinski, E. LaBarre, R. Forrest, ve E. Crane, "Analysis of Glass-Filled Nylon in Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing", *JOM*, c. 68, sy 3, ss. 811-821, Mar. 2016, doi: 10.1007/s11837-015-1792-y.

[57] S. Negi, S. Dhiman, ve R. K. Sharma, "Determining the effect of sintering conditions on mechanical properties of laser sintered glass filled polyamide parts using RSM", *Measurement (Lond)*, c. 68, ss. 205-218, 2015, doi: 10.1016/j.measurement.2015.02.057.

[58] R. Seltzer, F. M. de la Escalera, ve J. Segurado, "Effect of water conditioning on the fracture behavior of PA12 composites processed by selective laser

sintering", *Materials Science and Engineering: A*, c. 528, sy 22-23, ss. 6927-6933, Ağu. 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.05.045.

[59] C. Yan, L. Hao, L. Xu, ve Y. Shi, "Preparation, characterisation and processing of carbon fibre/polyamide-12 composites for selective laser sintering", *Compos Sci Technol*, c. 71, sy 16, ss. 1834-1841, Kas. 2011, doi: 10.1016/j.compscitech.2011.08.013.

[60] J. Bai, R. D. Goodridge, S. Yuan, K. Zhou, C. K. Chua, ve J. Wei, "Thermal influence of CNT on the polyamide 12 nanocomposite for selective laser sintering", *Molecules*, c. 20, sy 10, ss. 19041-19050, Eki. 2015, doi: 10.3390/molecules201019041.

[61] S. Negi, R. K. Sharma, ve S. Dhiman, "Experimental investigation of sls process for flexural strength improvement of PA-3200GF parts", *Materials and Manufacturing Processes*, c. 30, sy 5, ss. 644-653, May. 2015, doi: 10.1080/10426914.2014.994750.

[62] K. Wudy, L. Lanzl, ve D. Drummer, "Selective laser sintering of filled polymer systems: Bulk properties and laser beam material interaction", içinde *Physics Procedia*, Elsevier B.V., 2016, ss. 991-1002. doi: 10.1016/j.phpro.2016.08.104.

[63] A. A. Mousa, "The Effects of Content and Surface Modification of Filler on the Mechanical Properties of Selective Laser Sintered Polyamide12 Composites", 2014.

[64] S. Singh, C. Prakash, ve S. Ramakrishna, *Additive Manufacturing*. Singapore: World Scientific, 2020.

[65] A. J. Cano, A. Salazar, ve J. Rodríguez, "Effect of temperature on the fracture behavior of polyamide 12 and glass-filled polyamide 12 processed by selective laser sintering", *Eng Fract Mech*, c. 203, ss. 66-80, Kas. 2018, doi: 10.1016/j.engfracmech.2018.07.035.

[66] C. E. Majewski, H. Zarringhalam, D. Toon, U. Ajoku, N. Hopkinson, ve M. P. Caine, "The use of off-line part production to predict the tensile properties of parts produced by Selective Laser Sintering", *J Mater Process Technol*, c. 209, sy 6, ss. 2855-2863, Mar. 2009, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2008.06.037.

[67] Y. Chunze, S. Yusheng, Y. Jinsong, ve L. Jinhui, "A nanosilica/nylon-12 composite powder for selective laser sintering", *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, c. 28, sy 23, ss. 2889-2902, Ara. 2009, doi: 10.1177/0731684408094062.

[68] M. Ali, A. Khalil, ve T. A. Osman, "Enhanced mechanical and tribological properties of polyamide using carbon nanotube", *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, c. 106, sy 1-2, ss. 243-252, Oca. 2020, doi: 10.1007/s00170-019-04643-9.

[69] A. Jansson ve L. Pejryd, "Characterisation of carbon fibre-reinforced polyamide manufactured by selective laser sintering", *Addit Manuf*, c. 9, ss. 7-13, Oca. 2016, doi: 10.1016/j.addma.2015.12.003.

[70] T. Ziegler, J. H. Marquez, R. Jaeger, ve S. Phommahavong, "Wear mechanisms and abrasion rates in selective laser sintering materials", *Polym Test*, c. 67, ss. 545-550, May. 2018, doi: 10.1016/j.polymertesting.2018.03.026.

[71] A. Wörz ve D. Drummer, "Tribological anisotropy of selective laser sintered PA12 parts", *Polym Test*, c. 70, ss. 117-126, Eyl. 2018, doi: 10.1016/j.polymertesting.2018.06.028.

[72] S. A. Aldahash, "Friction and Wear Properties of Oriented Polyamide 12 Objects Manufactured by SLS Technology", *Journal of Engineering and Applied Sciences*, c. 8, sy 2, Kas. 2021.

[73] J. Bai, J. Song, ve J. Wei, "Tribological and mechanical properties of MoS2 enhanced polyamide 12 for selective laser sintering", *J Mater Process Technol*, c. 264, ss. 382-388, Şub. 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2018.09.026.

[74] K. Nar, C. Majewski, ve R. Lewis, "Evaluating the effect of solid lubricant inclusion on the friction and wear properties of Laser Sintered Polyamide-12 components", *Wear*, c. 522, Haz. 2023, doi: 10.1016/j.wear.2023.204873.

[75] A. Gadelmoula ve S. A. Aldahash, "Dry Friction and Wear Behavior of Laser-Sintered Graphite/Carbon Fiber/Polyamide 12 Composite", *Polymers (Basel)*, c. 15, sy 19, Eki. 2023, doi: 10.3390/polym15193916.

[76] A. Gadelmoula ve S. A. Aldahash, “Effect of Reinforcement with Short Carbon Fibers on the Friction and Wear Resistance of Additively Manufactured PA12”, *Polymers (Basel)*, c. 15, sy 15, Ağu. 2023, doi: 10.3390/polym15153187.

[77] G. Yu, J. Ma, J. Li, J. Wu, J. Yu, ve X. Wang, “Mechanical and Tribological Properties of 3D Printed Polyamide 12 and SiC/PA12 Composite by Selective Laser Sintering”, *Polymers (Basel)*, c. 14, sy 11, Haz. 2022, doi: 10.3390/polym14112167.

[78] J. Ma, G. Yu, X. Wang, J. Li, J. Wu, ve X. Wang, “Tribological Behavior of 3D-Printed Nanometer SiC and SiO2 Particle-Reinforced Polyamide 12 Composites by Selective Laser Sintering under Seawater Lubrication Condition”, *Polymers (Basel)*, c. 14, sy 19, Eki. 2022, doi: 10.3390/polym14194137.

[79] B. Ö. Kısasöz, İ. Tütük, E. Koç, S. S. Karabeyoğlu ve A. Kısasöz, “Investigation of wear behavior of PA 12 matrix ceramic reinforced composites produced by selective laser sintering method”, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, c. 39, sy 2, ss. 1029-1035, 2024, doi: 10.17341/gazimmfd.1207967.

[80] A. Gadelmoula ve S. A. Aldahash, “Tribological Properties of Glass Bead-Filled Polyamide 12 Composite Manufactured by Selective Laser Sintering”, *Polymers (Basel)*, c. 15, sy 5, Mar. 2023, doi: 10.3390/polym15051268.

[81] F. M. Mwania, M. Maringa, ve J. G. Van Der Walt, “A review of the techniques used to characterize laser sintering of polymeric powders for use and re-use in additive manufacturing”, *Manufacturing Review*, c. 8. EDP Sciences, 2021. doi: 10.1051/mfreview/2021012.

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

Konferans Bildirileri

1. U.C. Cingöz, B.Ö. Kısasöz ve A. Kısasöz, "Characterization of Pa 12 Matrix Composites Produced By Selective Laser Sintering Method", *3. Uluslararası Malzeme Teknolojileri ve Metalurji Konferansı*, İTÜ Süleyman Demiral Konferans Salonu, İstanbul, Türkiye, 2023.

Makaleler

1. U. C. Cingöz, B. Özbay, and A. Kısasöz, "Characterization of PA 12 Matrix Composites Produced by Selective Laser Sintering Method," *ITU Journal of Metallurgy and Materials Engineering*, vol. 1, no. 1, pp. 7–11, Jul. 2024.